

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
Запорізький національний технічний університет

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ
до виконання лабораторних робіт з дисципліни
“Основи науково-технічних досліджень”
для студентів спеціальності 136 “Металургія”
денної та заочної форм навчання

2016

Методичні вказівки до виконання лабораторних робіт з дисципліни “Основи науково-технічних досліджень” для студентів спеціальності 136 “Металургія” денної та заочної форм навчання / Укл.: В.І.Гонтаренко – Запоріжжя: ЗНТУ, 2016. – 46 с.

Укладач: В.І.Гонтаренко, професор, к.т.н.

Рецензент: Е.І.Цивірко, професор, д.т.н.

Відповідальний за випуск:
В.В.Луцьов, професор, д.т.н.

Затверджено
на засіданні кафедри “Машини і
технологія ливарного
виробництва”
Протокол № 1
від “ 17 ” серпня 2016.

Затверджено на засіданні
НМК Інженерно фізичного
факультету
Протокол № 1
від “ 13 ” вересня 2016.

ЗМІСТ

Лабораторна робота № 1

ВИЗНАЧЕННЯ ТВЕРДОСТІ ЛИВАРНИХ СПЛАВІВ	4
Загальні відомості	4
Методика визначення мікротвердості	14
Зміст роботи.....	17
Прилади, матеріали, інструменти	17
Порядок виконання роботи	17

Лабораторна робота № 2

ФРАКТОГРАФІЧНІ ДОСЛІДЖЕННЯ ЗЛАМІВ СТАЛІ.....	21
Загальні відомості	21
Зміст роботи.....	24
Порядок проведення роботи.....	24
Методика виконання роботи	25
Контрольні запитання	26

Лабораторна робота № 3

ВИЗНАЧЕННЯ РОЗМІРІВ АУСТЕНИТНОГО ЗЕРНА У ВУГЛЕЦЕВИХ СТАЛЯХ	27
Загальні відомості	27
Зміст роботи.....	28
Методика виконання роботи	28
Порядок проведення роботи.....	33
Контрольні запитання	34

Лабораторна робота № 4

КОНТРОЛЬ МЕХАНІЧНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ СТАЛЬНОГО ЛИТВА	36
Обладнання, прилади, матеріали	39
Порядок проведення роботи.....	39

Лабораторна робота № 5

МІКРОРЕНТГЕНОСПЕКТРАЛЬНИЙ АНАЛІЗ	40
Обладнання, прилади, матеріали	44
Порядок виконання роботи	46

Лабораторна робота № 1

ВИЗНАЧЕННЯ ТВЕРДОСТІ ЛИВАРНИХ СПЛАВІВ

Загальні відомості

Твердість – це опір матеріалу місцевій пластичній деформації, яка виникає при втіленні в нього більш твердого тіла – індентора.

Твердість можна вимірювати різними засобами: вдавлюванням індентора під дією статичних і динамічних навантажень, дряпанням поверхні, а також за відскоком вільно падаючого індентора.

Найбільше використання мають методи, засновані на вдавлюванні. При вдавлюванні з досить великим навантаженням поверхневої шари металу, під індентором і поблизу від нього одержують пластичну деформацію. Після зняття навантаження на зразку залишається відбиток. Особливість цієї деформації в тому, що вона відбувається тільки в невеликому об'ємі, оточеному недеформованим металом.

Малий об'єм деформованого металу дозволяє проводити випробування на поверхні тіл різної форми і розмірів, в дуже тонких шарах металу, без руйнування готового виробу визначати властивості матеріалу внаслідок існування кількісної залежності між твердістю пластичних сплавів і межею міцності.

Розрізняється два засоби визначення твердості вдавлюванням: визначення твердості (макротвердості) і мікротвердості. Основні засоби визначення твердості – за Роквелом, Брінелем і Вікерсом, для визначення мікротвердості використовується різновид методу Вікерса.

Випробування твердості за Брінелем відбувається вдавлюванням у зразок сталевий кульки певного діаметра під дією певного навантаження протягом заданого часу.

Схема випробування на твердість за Брінелем наведена на рис.1.1, а. В результаті вдавлювання кульки на поверхні зразка утворюється відбиток. Відношення навантаження P до площини поверхні одержаного відбитка (кульового сегмента) дає число твердості, що позначається HB .

$$HB = \frac{P}{F}, \quad (1.1)$$

Поверхня F кульового сегмента обчислюється за формулою:

$$F = \pi \cdot D \cdot h, \quad (1.2)$$

де D – діаметр кульки, мм;

h – глибина відбитку, мм.

Глибину відбитка визначити важко. Значно простіше вимірити діаметр відбитка і величину HV виразити через діаметри кульки D і відбитка d . У цьому випадку число твердості за Брінелем визначається такою формулою:

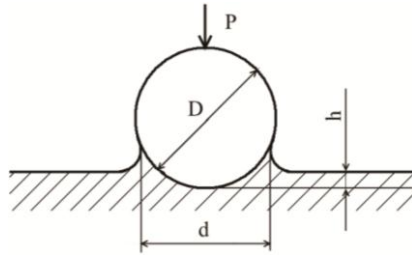
$$HV = \frac{2P}{\pi \cdot D \cdot (D - \sqrt{D^2 - d^2})}, \quad (1.3)$$

Найбільш розповсюдженим приладом для випробування твердості за Брінелем є автоматичний важільний прес (рис. 1.1, б). Зразок встановлюється на столі 22 у нижній частині нерухомої станини 17. За допомогою маховика 20 стіл приладу підіймають гвинтом 21 до підпори 23. Потім кнопкою 19 вмикають електродвигун 12, який через редуктор 16 і систему важелів 13, 9, 7 опускає великий вантажний важіль 6 і поступово через важелі 6 і 4 виконує навантаження шпинделя 2 і, відповідно, вдавлювання кульки, закріпленої в оправці 1 у метал під дією підвішених до вантажного важеля за допомогою підвіски 10 набором вантажів 11. Набір вантажів з підвіскою має власну вагу 75 кгс (735 Н), але завдяки важелям 4 і 6 із співвідношенням 1:40 зусилля на кульці діаметром 10 мм складає 3000 кгс (29430 Н). Це навантаження зберігається певний час, після чого двигун за допомогою перемикача 18 змінює напрям обертання і знімає навантаження. Після автоматичного вимкнення двигуна маховиком 20 опускається стіл приладу і знімають зразок.

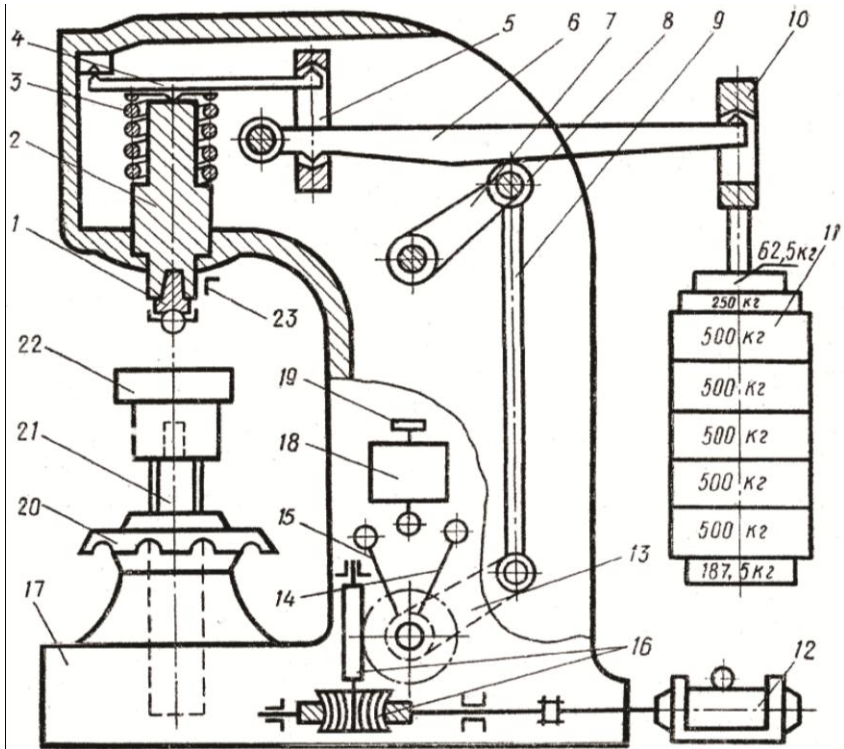
Діаметр відбитку вимірюють спеціальним мікроскопом МПБ-2, (рис. 1.2, а) окуляр якого має шкалу з поділками, які відповідають десятиям долям міліметра (рис. 1.2, б).

Мінімальна товщина зразка повинна бути не менше 10-кратної глибини відбитку. Відстань від центра відбитку до краю зразка повинна бути не менше 2,5, між центрами двох сусідніх відбитків не менше 4.

6

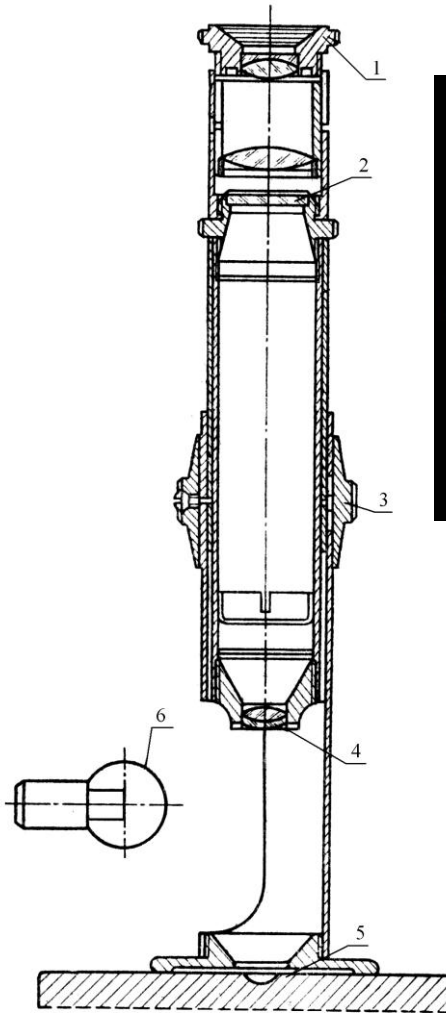


а

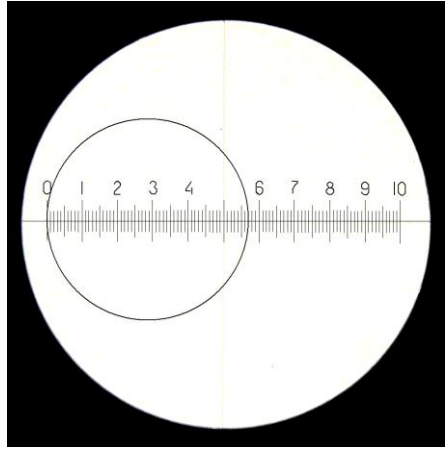


б

а – схема випробування твердості за Брінелем;
 б – схема приладу ТШ з механічним приводом
 Рисунок 1.1 – Прилад для випробування твердості за Брінелем



а



б

- 1 – окуляр; 2 – шкала з поділками; 3 – кільце для фокусування;
 4 – об'єктив; 5 – зразок з відбитком; 6 – джерело світла

Рисунок 1.2 – Мікроскоп МІБ-2

Існує приблизна кількісна залежність між числами твердості за Брінелем і межею міцності (табл. 1.1).

Верхня межа вимірювання твердості за Брінелем *HB 450*.

Таблиця 1.1 – Залежність між межею міцності і твердістю *HB*

Сплав	Залежність, <i>HB</i>
Сталь мало вуглецева	0,34
Сталь середньо вуглецева	0,35
Мідь, латунь, бронза відпалена	0,55
Мідь, латунь, бронза нагартована	0,4
Алюміній і німецькі алюмінієві сплави	0,33
Дюралюміній відпалений	0,36
Дюралюміній після гартування і старіння	0,35

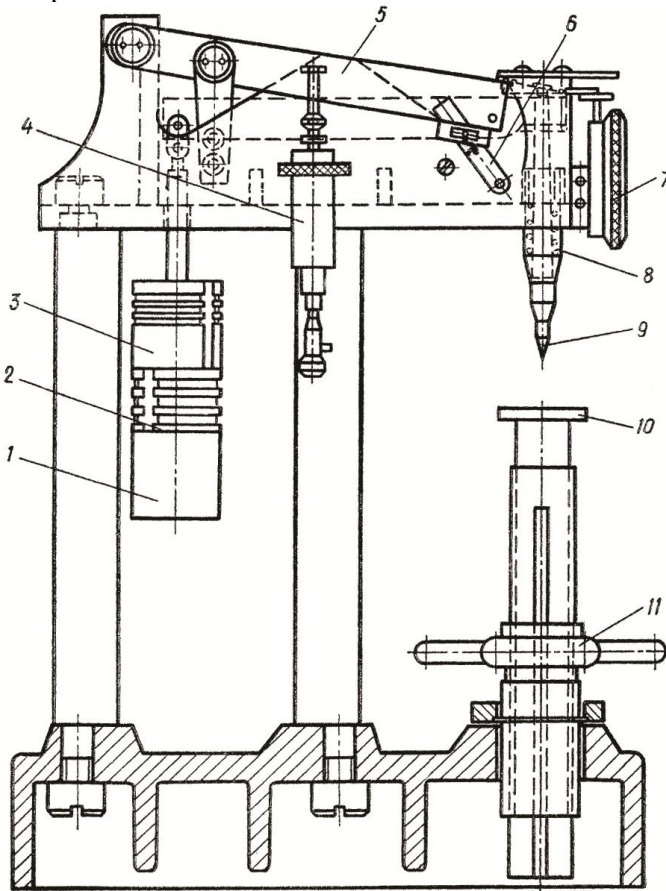
При визначенні твердості сплавів за Роквелом індентор – алмазний конус або сталева кулька вдавлюється у зразок або виріб під дією двох послідовних навантажень: попередньої P_0 і загальної P , яка дорівнює сумі попереднього P_0 і основного P_1 навантажень (рис. 1.5).

$$P = P_0 + P_1 \quad (1.4)$$

Випробування виконують на твердомірах ТК-2М (рис. 1.3).

Зразок встановлюється на підставку 10. За допомогою маховика 11 за часовою стрілкою підставку підіймають таким чином, щоб індентор почав вдавлюватись у поверхню зразка, при подальшому підйомі підставки починає рухатись стрілка індикатора 7. На циферблаті індикатора є дві шкали (чорна С і червона В), а також дві стрілки: велика – показчик твердості і маленька, що контролює попереднє навантаження. Підйом підставки продовжують до вдавлення індентора 9 під дією попереднього навантаження P_0 , що дорівнює 98 Н. Попереднє навантаження виконують для того, щоб виключити вплив пружної деформації і шорсткості поверхні зразка на точність вимірювань. Коли зразок одержить попереднє навантаження, велика стрілка на циферблаті приймає вертикальне або близьке до нього положення. Потім звільняють рукоятку 6, яка плавно за допомогою масляного амортизатора 4 рухається до підпору. Рух рукоятки передає

зразку через важіль 5 основне навантаження P_1 , величина якого залежить від вантажів 1, 2, 3. При цьому навантаженні велика стрілка рухається по циферблату проти часової стрілки. Термін дії основного навантаження 3-6 секунд. Після зняття основного навантаження стрілка індикатора починає рухатись по часовій стрілці і зупиняється на поділці шкали, вказуючи твердість за Роквелом. Потім, обертаючи маховик 11 проти годинникової стрілки, опускають підставку і звільняють зразок.



1, 2, 3 – набір вантажів; 4 – амортизатор; 5 – важіль; 6 – важіль з рукояткою;
7 – індикатор; 8 – пружина; 9 – індентор; 10 – підставка для зразків; 11 – маховик
Рисунок 1.3 – Прилад ТК-2М для визначення твердості за Роквелом

Твердість за Роквелом вимірюється в умовних одиницях. За одиницю твердості прийнята величина, яка відповідає вертикальному переміщенню індентора на 0,002 мм. Числа твердості за Роквелом відповідають формулам:

– при вимірюванні за шкалами А і С – $HR = 100 - e$;

– при вимірюванні за шкалою В – $HR = 130 - e$.

Величина e визначається за формулою:

$$e = \frac{h - h_0}{0,002}, \quad (1.5)$$

де h_0 – глибина втілення індентора у зразок під дією навантаження P_0 ;

h – глибина втілення індентора під дією загального навантаження P , яка вимірюється після зняття основного навантаження P_1 ;

Межі вимірювання твердості за шкалою А – 70–90, за шкалою С – 20–67, за шкалою В – 25–100.

Мікротвердість – це різновид визначення твердості за методом Вікерса. Від звичайного методу Вікерса визначення мікротвердості відрізняється дуже малими навантаженнями.

При визначенні мікротвердості чотиригранна алмазна піраміда (з кутом між протилежними гранями 136°) вдавлюється у випробуваний зразок під невеликим навантаженням від 0,05 до 5 Н. Число твердості визначається за формулою:

$$H = \frac{2P}{d^2} \cdot \sin \frac{\alpha}{2} = 1,8544 \frac{P}{d^2}, \quad (1.6)$$

де P – навантаження на піраміду, Н;

d – середнє арифметичне довжини двох діагоналей відбитка після зняття навантаження;

α – кут між протилежними гранями піраміди, рівний 136° .

Для визначення мікротвердості використовують прилад ПМТ-3 (рис. 1.4). Це вертикальний світловий мікроскоп з нижнім розташуванням шліфа, має два змінні об'єктива зі збільшенням 487 і 130 (зазвичай користуються збільшенням 487) раз і окуляр-мікрометр для вимірювання діагоналей відбитків.

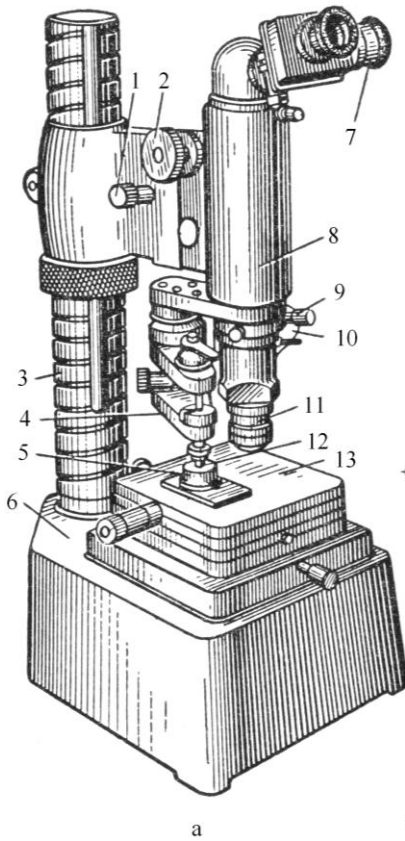
Шток з індентором підвішений на м'якій пружині і до початку навантаження підтримується аретиром у верхньому положенні. На шток встановлюють вантаж від 0,05 до 2 Н. На рис. 1.4, в, г наведена послідовність визначення мікротвердості.

Обертанням столика вибране місце на шліфі підводять під індентор – піраміду.

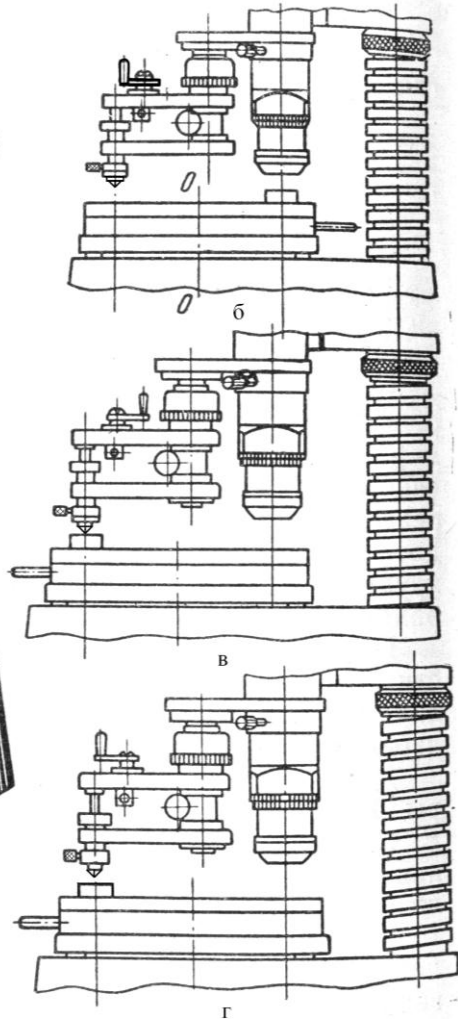
Вибір навантаження залежить від завдання вимірювання. Центр відбитку повинен бути віддалений від краю шліфа або від краю сусіднього відбитку не менше, чим на дві діагоналі відбитку. Якщо відбиток дуже близький до краю (втискування індентора полегшується), то значення твердості виходить заниженим. Якщо перший відбиток розташований дуже близько від другого, то другий відбиток знаходитиметься в зоні, вже наклепаній від першого втискування, тому твердість виходить завищеною.

При малому навантаженні велика відносна погрішність у вимірюванні відбитку і сильніше позначається якість шліфа. Тому бажано брати найбільше навантаження 2 Н (200 г).

Замість визначення числа твердості за формулою зазвичай користуються табл. 35-38, розрахованими для навантажень 0,2; 0,5; 1,0 і 2,0 Н (20, 50, 100 і 200 г). Але якщо потрібно зміряти твердість окремого зерна, доводиться знижувати навантаження, поки відбиток не виявиться настільки малим, щоб по самі вінця зерна залишалися не менші дві діагоналі. Іноді цю умову виконати не вдається, тоді набутих значень твердості треба розглядати як відносну характеристику. Навіть відбиток, віддалений від видимої межі зерна, може давати завищене (або занижене) значення твердості через те, що під ним на невеликій глибині під поверхнею шліфа залягає інша фаза (твердіша або м'якша): індентор “упирається” в неї або, навпаки, “провалюється” крізь тверду кірку в м'яку підкладку. Тому розкид зміряних значень мікротвердості, як правило, значно більше чим при звичайних вимірюваннях твердості.



а



г

а – загальний вигляд: 1 – механізм макроподачі; 2 – механізм мікроподачі; 3 – стійка;
 4 – механізм навантаження; 5 – предмет; 6 – станина; 7 – окулярний мікрометр;
 8 – тубус; 9 – центрівка; 10 – освітлювач; 11 – об'єктив; 12 – алмазна піраміда;
 13 – двокоординатний предметний столик
 б, в, г – схема послідовності навантаження

Рисунок 1.4 – Мікротвердомір ПМТ-3

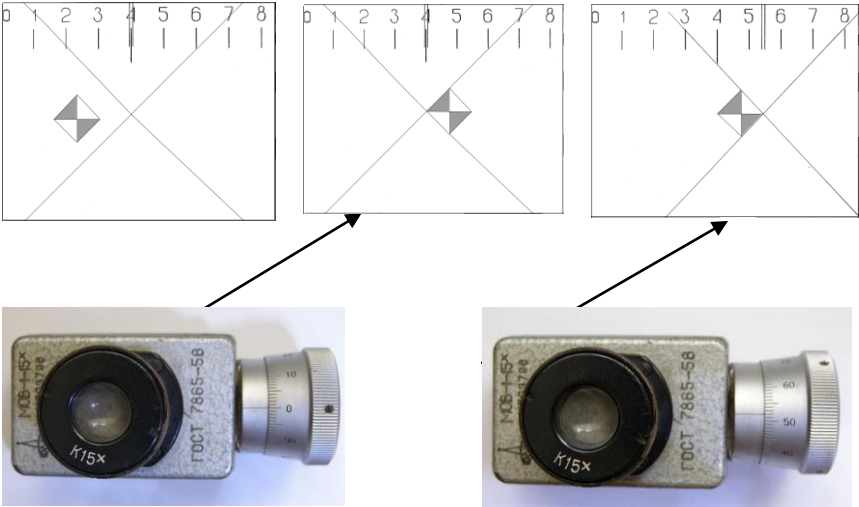


Рисунок 1.5 – Послідовне вимірювання діагоналі відбитку за допомогою окуляр-мікрометра

Вимірювання мікротвердості мають цінність тільки при правильній статистичній обробці значного числа вимірів. Окрім середнього значення мікротвердості, одержаного усереднюванням одиничних вимірів H_i , необхідно указувати число вимірювань n і середньоквадратичне відхилення:

$$\bar{H} = \frac{\sum_{i=1}^n H_i}{n} \quad (1.7)$$

$$\delta = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\bar{H} - H_i)^2}{n}} \quad (1.8)$$

Знаючи середньоквадратичні відхилення, можна встановити, наскільки достеменні знайдені відмінності в твердості. При малому числі вимірювань достовірність відмінності визначається по розподіленню Стюдента.

Хай n_1 вимірювань мікротвердості на структурній складовій № 1 дали середнє $\overline{H}_1$, а на структурній складовій № 2 з n_2 вимірювань отримано середнє значення $\overline{H}_2$. Обчисливши параметри:

$$\gamma = n_1 + n_2 - 2 \quad (1.9)$$

$$S^2 = \frac{n_1(\delta \cdot H_1)^2 + n_2(\delta \cdot H_2)^2}{\gamma} \quad (1.10)$$

$$t = \frac{\overline{H}_1 - \overline{H}_2}{S} \cdot \sqrt{\frac{n_1 \cdot n_2}{n_1 + n_2}} \quad (1.11)$$

де γ – число ступенів свободи;

S – дисперсія;

t – параметр, по значеннях якого і γ знаходять з таблиць значення P – вірогідність того, що дійсні твердості H_1 і H_2 однакові.

Величина $P = 0,9$ означає, що з вірогідністю більше 90 % значення мікротвердості першого і другого зразків повинні співпадати. Малі значення P указують на існування достовірної різниці в твердості. Так, якщо $P < 0,05$, то з вірогідністю більше 95 % можна стверджувати, що зразки № 1 і № 2 мають рівну твердість. Оскільки P залежить від n_1 і n_2 , достеменність знайденого співпадіння або різниці зростає зі збільшенням кількості вимірювань n_1 і n_2 .

Методика визначення мікротвердості

1. По відліку окуляр-мікрометра знаходять діагональ відбитку. Для цього потрібно знати ціну ділення a . Зазвичай $a = 0,3$ мкм, але її точне значення у різних приладів різне і залежить, крім того, від установки об'єктиву. Перед початком вимірювань треба визначити точне значення a . Для цього мікроскоп приладу наводять на об'єкт-мікрометр, який представляє скляну шкалу, розділену штрихами на 100 частин (по 10 мкм). Встановивши шкалу об'єкт-мікрометра паралельно напрямку руху перехрестя окуляр-мікрометра, обертають барабан окуляр-мікрометра і суміщають перехрестя з одним із штрихів об'єкту спочатку у правого, потім у лівого краю поля зору і знімають відліки n_1 і n_2 з окуляр-мікрометра – сотні по оцифрованих

штрихах в поле зору, десятки і одиниці по барабану. Одночасно відлічують число поділок об'єкту, що уклалися між лівим і правим положенням перехрестя. Необхідно брати n рівним 10 і 20 малим поділкам на шкалі об'єкт-мікрометра. Ціну поділки визначають за формулою:

$$a = \frac{10 \cdot n}{(n_1 - n_2)} \text{ мкм/поділку барабана} \quad (1.12)$$

Величину діагоналі відбитку в мікрометрах визначають за формулою:

$$d \text{ мкм} = a \cdot d_{\text{под}}, \quad (1.13)$$

де $d_{\text{под}}$ – розмір діагоналі в поділках окуляр-мікрометра.

Для прискорення роботи можна побудувати на міліметрівці, використовуючи таблиці 35-38 (залежно від застосованого навантаження) і формулу (1.13), графік в координатах діагональ $d_{\text{под}}$ – твердість H для значень $H = 100 - 600$ і потім знаходити всі значення за графіком без перерахунку. При установці освітлювача необхідно дотримуватися обережності, оскільки зрушення освітлювача приведе прилад в непридатність. Роботу на приладі проводять при затиснутому гвинті (див. рис. 1.5). Перевіряють центровку оптичної осі мікроскопа.

Для цього пластиліном прикріплюють шліф до металевої пластини і ручним пресом встановлюють площину шліфа паралельно підставі пластини. Пластину з шліфом встановлюють на столику і наводять мікроскоп на поверхню шліфа. Обертанням відлікового барабана встановлюють перехрестя окуляр-мікрометра в центрі поля зору (на поділку “4”). Переміщенням столика мікрогвинтами підводять вибране для уколу місце під перехрестя окуляра. Повертають столик до упору, щоб шліф став під індентор.

Кожного разу, перш ніж обертати столик, необхідно переконатися, що індентор піднятий (арретир відведений від себе). Обертаючи столик при опущеному інденторі можна зламати алмаз!

Столик повинен повертатися в обидві сторони повністю до упору.

Після установки на штоку індентора важка, відповідного вибраному навантаженню, роблять відбиток. Для цього поволі (за 15 секунд) відводять арретир на себе. Після 5-ти с. витримки плавно піднімають індентор, арретир повертається в початкове положення.

Після підняття індентора обертанням столика підводять шліф під мікроскоп. Якщо відбиток значно віддалений від перехрестя, гвинтами 2 (див. рис. 1.4) обережно зміщують зображення відбитку до поєднання з перехрестям. Після цього роблять ще один пробний відбиток.

2. Перевіряють навантажувальний пристрій. Проводять цикл навантаження без вантажу. Відбитку не повинно бути. Після цього дають навантаження з гирею в 0,005 Н (0,5 г), тоді повинен з'явитися відбиток. В цьому випадку навантажувальний пристрій от'юстировано правильно і задає навантаження з точністю до 0,005 Н (0,5 г). Якщо відбитку немає в обох випадках, треба обережно, помалу повертати гайку (праворуч від арретира) у напрямі стрілки “вниз”, кожного разу даючи навантаження при 0 і 0,005 Н (0,5 г), поки не з'явиться відбиток при навантаженні 0,005 Н (0,5 г). Якщо, навпаки, відбиток є і без вантажу, треба обертати гайку по стрілці “вгору”.

3. Приступають до вимірювання мікротвердості.

Зробивши на вибраному зерні відбиток, вимірюють його діагональ. Для цього обертанням барабана окуляр-мікрометра суміщають перехрестя спочатку з двома лівими, а потім з двома правими гранями відбитку (рис. 1.5).

Різниця відбитків окуляр-мікрометра дає довжину діагоналі; з графіка або за формулою чи за таблицею знаходять число твердості. Якщо центр відбитку незначно не потрапляє на перехрестя, то його слід підвести за допомогою мікрогвинтів столика.

Відбиток часто має нерівний контур, в цьому випадку перехрестя слід підводити так, щоб площа виступаючої за перехрестя частини відбитку була рівна площі усередині перехрестя, не зайнятій відбитком.

Правильний відбиток повинен бути квадратним. Витягнутий відбиток свідчить про кривизну шліфа або його установку похилою. Здвоєний відбиток — результат неакуратного навантаження або поштовхів. Такі відбитки не вимірюють.

4. Результати вимірювань заносять в табл. 1.4.

Зробивши перевід кожного зміряного значення діагоналі в твердість, знаходять середнє значення твердості (окремо по кожній фазі і для кожного спостереження). Оскільки залежність твердості від довжини діагоналі нелінійна, не можна спочатку обчислювати середню діагональ, а потім знаходити по ній твердість. Значення H записують у відповідну графу таблиці.

Зміст роботи

Ознайомитися з основними методами визначення твердості – за Роквелом, Брінелем і методом визначення мікротвердості. Ознайомитися з конструкцією приладів ТШ, ТК, ПМТ-3. Практично на зразках різних сплавів визначити твердість методами Брінеля, Роквела, а також мікротвердість. Використовуючи результати попередньої роботи, визначити зв'язок міцності і твердості. Зробити висновок з виконаної роботи.

Прилади, матеріали, інструменти

Для проведення роботи треба мати прилади ТШ, ТК-2М, ПМТ-3, зразки сталі, кольорових металів і сплавів, мікроскоп МПБ, калькулятор.

Порядок виконання роботи

1. Вивчити методичні вказівки.
2. Підготувати до роботи прилад ТШ.
3. Встановити еталонний зразок на столі приладу.
4. За методикою, наведеною у загальних відомостях, нанести відбиток індентору на зразок.
5. За допомогою мікроскопу МПБ (рис. 1.5) визначити діаметр відбитку.
6. За формулою або таблицями визначити твердість HV і порівняти з позначеною на еталоні.
7. Визначити діаметри відбитків різних сплавів, результати занести у таблицю 1.2.

8. За формулою або таблицями визначити твердість різних сплавів і занести у табл. 1.2.

9.

Таблиця 1.2 – Протокол визначення твердості за Брінелем

Метал (сплав)	Діаметр кульки, мм	Діаметр відбитку, мм	Твердість НВ	Міцність, МПа
1	2	3	4	5

10. Розрахувати коефіцієнти, що пов'язують міцність і твердість для різних сплавів.

11. Підготувати до роботи прилад ТК-2М.

12. Установити зразок на підставку приладу 10 і маховиком 11.

Піднімати 11 до упирання зразку у обмежувальний чохол.

13. Встановити малу стрілку індикатору на червону крапку, а велику – на нуль.

14. Увімкнути механізм навантаження.

15. Після закінчення циклу навантаження виконати підрахунок за шкалою індикатора.

16. Результати випробувань занести у табл. 1.3.

Таблиця 1.3 – Протокол випробування на твердість за Роквелом

№ п/п	Сплав	Шкала	Твердість HRC

16. Підготувати до роботи прилад ПМТ-3.

17. За допомогою об'єкт-мікрометра визначити ціну поділки окуляр-мікрометра.

18. Закріпити шліф сплаву на металевій плоско-паралельній пластині за допомогою пластиліну.

19. Встановити пластину зі шліфом на стіл приладу і обертанням столу підводять зразок під об'єктив мікроскопу.

20. Сфокусувати мікроскоп на поверхні шліфа, вивести у перехрестя окуляр-мікрометра місце визначення мікротвердості.

21. Встановити на шток індентора потрібні важки, що відповідають вибраному навантаженню.

22. Обертанням столу підвести шліф під індентор.

23. Повільно на протязі 15 секунд відвести арретир на себе, при цьому індентор втілюється у шліф. Після 5-секундної витримки плавно підіймають індентор, повертаючи арретир у початкове положення.

24. Підводять шліф під мікроскоп обертанням столу.

25. Вимірюють діагональ відбитку (рис. 1.5). Результати підрахунків занести у відповідні графи таблиці 1.4.

26. Визначити довжину діагоналі відбитку в мкм, для чого довжину діагоналі у поділках барабану помножити на ціну однієї поділки у мкм. Ціна однієї поділки барабану окулярного мікрометра 0,3 мкм.

27. Визначити числа мікротвердості за формулою або таблицею 1.5 і занести їх у табл. 1.4.

Таблиця 1.4 – Протокол випробувань на мікротвердість

№ п/п	Метал, (сплав)	Наван- тажен- ня, Н	Пер- ший відра- хунок	Дру- гий відра- хунок	Довжина, d		Мікро твер- дість, МПа
					у поділках барабану	у мкм	
1	2	3	4	5	6	7	8

28. Визначити залежність між міцністю сплавів (графа 5 таблиці 1.2) і їх мікротвердістю.

29. Зробити висновки з виконаної роботи.

Лабораторна робота № 2

ФРАКТОГРАФІЧНІ ДОСЛІДЖЕННЯ ЗЛАМІВ СТАЛІ

Мета роботи: виконати дослідження зламів вуглецевої сталі, визначити характер поверхні руйнування металу.

Матеріали та обладнання: злами вуглецевої сталі після випробування на ударний згин, збільшувальне скло, трансмісійний (просвічуючий) електронний мікроскоп), вакуумний пост ВУП-5, VEB-камера, комп'ютер.

Загальні відомості

Термін “фрактографія” виник у 1944 році для визначення науки, що вивчає поверхні руйнування, хоч металурги займаються вивченням зламів вже на протязі багатьох віків. Значення фрактографії для теорії ливарних сплавів визначається тим, що вона, по-перше, являється ефективним засобом аналізу причин експлуатаційних пошкоджень, а, по-друге, забезпечує отримання вичерпної інформації відносно мікромеханізмів руйнування металу.

Фрактографія поділяється на макрофрактографію і мікрофрактографію. Макрофрактографія припускає дослідження зламів при збільшеннях до 50. Дослідження при збільшенні, що перевищує 50, зветься мікрофрактографією.

Металурги використовують макрофрактографію при вивченні руйнування надрізаних зразків як надійний засіб оцінки якості металу. Класифікація макроскопічних особливостей зламів, розроблена в період від Реомюра до Бринеля, була узагальнена Тіманом у 1919 році і зараз використовується у такому вигляді:

- а) зернистий, або міжзеренний злам. Він також зветься крупнозернистим, блискучим, кристалічним;
- б) кристалічний внутризеренний злам має дрібнозернисту структуру;
- в) шовковистий злам. Характеризується нитковидним рисунком на поверхні зруйнованих частин кристалів;

г) зубчастий злам. Відноситься до зламів неправильної форми з гострими зазублинами. В окремих випадках такий злам зветься голчастим;

д) волокнистий злам. Другі назви цього зламу шиферний або шаруватий;

е) стовпчастий злам. Особливо грубий вид зламу в периферійних зонах нетермооброблених виливків.

Макрофрактографічні дослідження виконуються неозброєним оком, або за допомогою приладів малого збільшення.

Мікрофрактографічні дослідження можна виконати за допомогою світлового мікроскопу при збільшеннях до 1000. Але порівняно невелика глибина різкості цього приладу (приблизно 0,25 мкм) робить можливим дослідження тільки невеликих фрагментів поверхні руйнування. Глибина різкості електронних мікроскопів майже на три порядки перевершує можливості світлового мікроскопу. Тому електронний мікроскоп являється більш досконалим приладом для вивчення зламів.

Зараз найбільш поширені два види цих приладів: трансмісійний електронний мікроскоп і растровий електронний мікроскоп.

Спрощена схема трансмісійного електронного мікроскопа наведена на рис. 2.1. Джерело випромінювання 1, так звана електронна гармата, утворює пучок прискорених електронів, які фокусуються на об'єкті 3 за допомогою конденсорної електромагнітної лінзи 2. За допомогою об'єктивної лінзи 4 створюється первісне зображення 5. Кінцеве зображення 6, створене за допомогою проекційної лінзи 7, можна спостерігати на люмінесцентнім екрані і реєструвати на фотопластинці.

Об'єкти повинні бути прозорі для прискорених електронів. Товщина об'єкта 5 при прискорюючій напрузі 100 кВ визначається емпіричною залежністю:

$$50 < \delta < 100 \text{ нм}$$

δ залежить від порядкового номера елемента і густини (δ зменшується, коли Z або ρ збільшуються).

Злам – непрозорий для прискорених електронів об'єкт, тому для його дослідження на просвітчастому електронному мікроскопі використовують метод реплік. **Репліка** – це копія (відбиток) поверхні зламу, прозорий для прискорених електронів.

Репліки звичайно виготовляють шляхом конденсації із пари вуглецю, титану та деяких інших речовин на поверхні зламу. Цей процес здійснюється у вакуумі. Репліка відокремлюється від поверхні зламу за рахунок електрохімічного розчинення матричної фази. Частинки другої фази (карбіди, неметалеві включення тощо) фіксуються у репліці в тих самих положеннях, в яких вони знаходились у зразку.

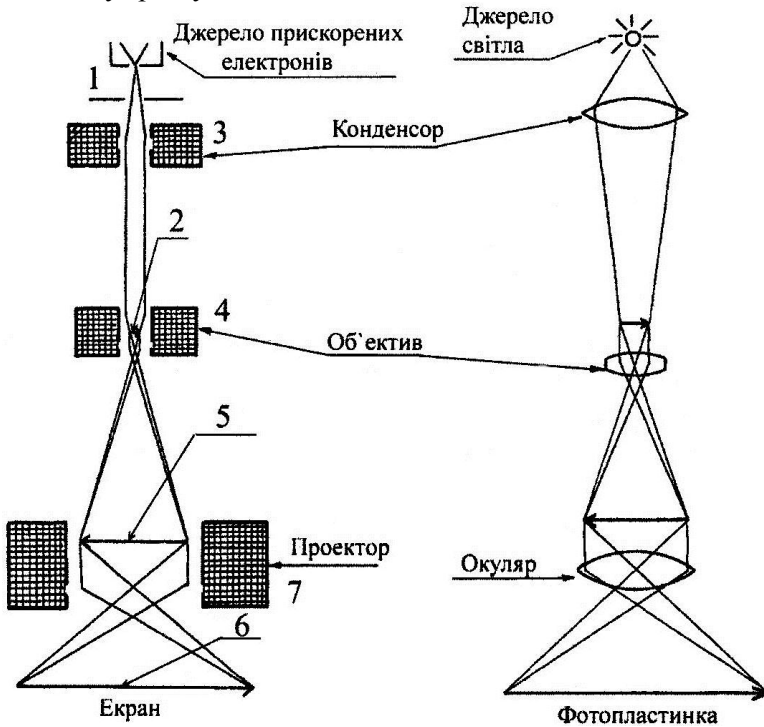


Рисунок 2.1 – Схема просвічуючого електронного мікроскопа

Растровий електронний мікроскоп (рис. 2.2) складається із джерела електронного випромінювання 5. Створений за допомогою конденсорної K і об'єктивної O лінз електронний гострофокусний промінь діаметром 10 Нм сканує поверхню зламу Oi . Скануючий генератор SG забезпечує синхронний рух електронного променя на поверхні зламу й екрані дисплею E за допомогою відхиляючих котушок Sp . Вторинні електрони уловлюються детектором C ,

підсилюються підсилювачем V і використовуються для керування яскравістю на екрані дисплею. Для дослідження на растровому мікроскопі придатні масивні металеві зразки, зокрема реальні злами металів і сплавів.

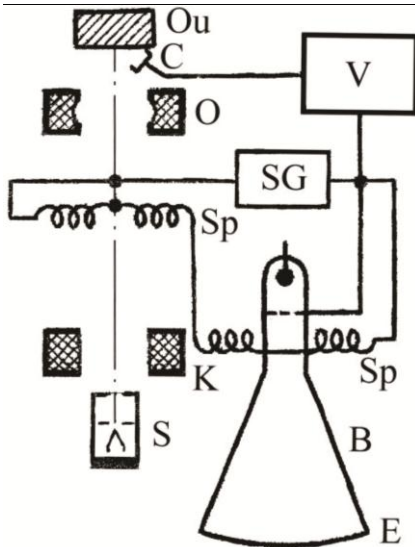


Рисунок 2.2 – Схема растрового електронного мікроскопа

Зміст роботи

Ознайомитися з макро- і мікроскопічними фрактографічними методами дослідження зламів. Візуально оцінити і визначити типи зламів зразків вуглецевої сталі. Підготувати електронний мікроскоп до роботи. Визначити мікроструктуру зламів при мікрофрактографічному дослідженні останніх на просвітчастому електронному мікроскопі.

Порядок проведення роботи

1. Розглянути неозброєним оком і за допомогою збільшувального скла три різні злами ударних зразків вуглецевої сталі. Кожна група студентів з 4-5 чол. працює з одним зломом. Визначити тип зламу.

2. Підготувати до роботи електронний мікроскоп: включити прилад, перевірити юстировку, за допомогою проміжної і проекційної лінз встановити збільшення $\times 4000$.

3. Ввести заздалегідь виготовлену репліку через шлюзову камеру в колону електронного мікроскопа.

4. Розглянути мікроструктуру зламу, класифікувати її згідно з еталонними мікрофрактограмами.

Методика виконання роботи

Макрозлами зразків після випробувань на ударний згин розділяються на крихкі межзеренні, крихкі внутризеренні та в'язкі. Тип зламу визначається методом порівняння з еталонними фрактограмами.

Крихкий міжзеренний злам має крупнокристалічну структуру з блискучими фасетками (рис. 2.3, а).

Внутризеренний крихкий злам має матову, дрібнозернисту поверхню (рис. 2.3, б). Обидва крихкі злами відрізняються незначною пластичною деформацією. В'язкий злам має помітні сліди пластичної деформації (рис. 2.3, в). Вимірювши деякі розміри макразламу, можна визначити відносне потовщення або звуження перерізу зразка за формулою: Зробити умовні, схематичні малюнки досліджених зламів вуглецевої сталі.

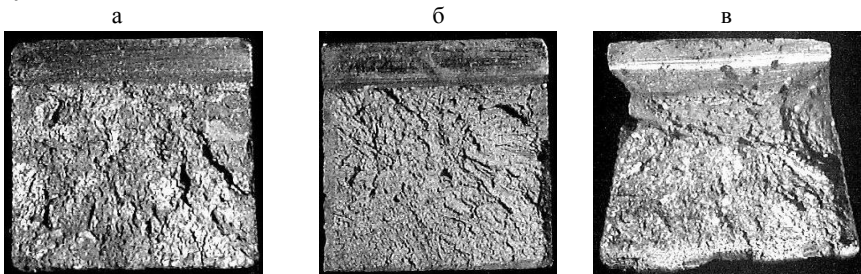


Рисунок 2.3 – Макрозлами сталі

Розглянути мікроструктуру зламу під електронним мікроскопом. Порівняти зображення на люмінесцентному екрані мікроскопа з еталонними мікрофрактограмами і визначити тип зламу: крихкий внутризеренний, крихкий міжзеренний, в'язкий ямковий.

Крихкий внутризернений злам характеризується специфічним ступінчастим рельєфом – так званим річковим узором (рис. 2.4, а).

В'язкий злам має гніздову, ямкову будову (рис. 2.4, б).

Крихкий міжзернений злам має малорельєфну, відносно гладку поверхню (рис. 2.4, в).



а



б



в

Рисунок 2.4 – Мікрозлами сталі

Контрольні запитання

1. Дати визначення терміну “фрактографія”.
2. Збільшення, які використовують при макрофрактографічних і мікрофрактографічних дослідженнях.
3. Основні види макрозламів.
4. Основна перевага електронних мікроскопів у порівнянні зі світловими при мікрофрактографічних дослідженнях.
5. Принцип дії трансмісійного електронного мікроскопу.
6. Принцип дії растрового електронного мікроскопа.
7. Метод реплік і його використання для фактографічних досліджень.
8. Основні види мікрозламів.

Лабораторна робота № 3

ВИЗНАЧЕННЯ РОЗМІРІВ АУСТЕНИТНОГО ЗЕРНА У ВУГЛЕЦЕВИХ СТАЛЯХ

Загальні відомості

Розмір аустенітного зерна — одна з найважливіших характеристик структури вуглецевої сталі. Коли сталь нагрівається до температури A_{c1} відбувається перлітно-аустенітне перетворення і утворюються перші зерна аустеніту. Нагрів сталі дещо вище A_{c1} спричиняє до швидкого закінчення перетворення перліту в аустеніт. Розмір аустенітного зерна має великий вплив на властивості сталі. Величина зерна аустеніту впливає на розмір зерна кінцевої структури. Як правило, чим більше зерно аустеніту, тим крупнішими утворюються зерна фериту і перліту. На межах аустенітних зерен розташовані шкідливі домішки, зокрема сірка. Тому чим дрібніше аустенітне зерно, тим більше загальна поверхня між зерен і, відповідно, менше питомий вміст шкідливих домішок, розташованих на межах. Тому крупнозерниста сталь має знижену ударну в'язкість у порівнянні з дрібнозернистою. Більшість сталевих деталей машин працює в складних умовах під дією одночасного навантаження на згин, розтягнення, а також знако-змінних навантажень. Для цих деталей слід використовувати дрібнозернисту сталь. З другого боку, крупнозерниста сталь гартується на більшу глибину, ніж дрібнозерниста, тому вона має переваги перед останньою при використанні для виготовлення крупногабаритного ріжучого інструменту, наприклад, свердел і фрез.

Мета роботи: Ознайомитися з основними методами виявлення аустенітного зерна в вуглецевих сталях. Практично навчитися визначати бал аустенітного зерна за стандартними шкалами, а також середній діаметр зерна методом пересічних.

Матеріали та обладнання: Зразки вуглецевої сталі з різним розміром аустенітного зерна. Металографічний мікроскоп. Пристрій для високотемпературних досліджень металів і сплавів ІМАШ-20-78.

Фотографії мікроструктури з аустенітним зерном. Лінійка, мікрокалькулятор.

Зміст роботи

Ознайомитися з впливом розміру аустенітного зерна на фізико-механічні властивості вуглецевої сталі. Вивчити основні методи виявлення аустенітного зерна. Ознайомитися з конструкцією універсального вакуумного посту ВУП-5. Ознайомитися з методикою визначення розмірів аустенітного зерна за еталонними шкалами, а також методом пересічних. Практично на зразках і фотографіях визначити розмір аустенітного зерна.

Методика виконання роботи

Виявлення аустенітного зерна у вуглецевих сталях – досить складна задача. Існує декілька методів виявлення аустенітного зерна, які поділяються на непрямі і прямі. Непрямі методи засновані на утворенні при температурі дещо вище A_{c1} на межах аустенітних зерен фаз, які зберігаються і добре виявляються при кімнатній температурі. Найбільш відомі три непрямі методи: окислення, цементації і гартування (ізотермічний метод).

Метод окислення заснований на тому, що хімічна активність металу на поверхні зерен і на їх межах різна. Метал на межах зерен відрізняється підвищеною хімічною активністю. Коефіцієнт дифузії по межах аустенітних зерен суттєво перевищує аналогічний показник в середній частині зерна. Тому кисень просякає по межах зерен на більшу глибину. Для методу окислення застосовують циліндричні зразки діаметром 10-15 і висотою 15 мм. Вони розміщуються в печі з окислювальною атмосферою і витримуються 30 хвилин при температурі 930 ± 10 °C. Для рівномірного окислення торців зразок повинен дотикатися до поду печі циліндричною поверхнею. Після нагріву і втримання зразок охолоджується на повітрі або у воді. Шар окислів, що утворюється на поверхні зразка, не скрізь однаковий по товщині. Якщо шляхом шліфування і полірування частково зняти окисну плівку з поверхні зразка, то під мікроскопом можна побачити темні окисли, які у вигляді сітки оторочують межі зерен. Краще ця сітка виявляється після травлення у 4 % спиртовім розчині HNO_3 .

Виготовлення якісного шліфа потребує багаторазової поліровки при постійному контролі структури під мікроскопом.

Метод цементації використовується для маловуглецевої сталі. Зразки для цього метода мають такі розміри: діаметр 12-15 мм і висоту 10 мм, які повинні бути без слідів окислення і зниженого вмісту вуглецю. Цементацію виконують при 930 ± 10 °C у середовищі енергійно діючого карбюризатора, який складається з 40 % BaCO_3 і 60 % дерев'яного вугілля. Зразки з карбюризатором витримують при згаданій температурі 8 годин, після чого охолоджують разом з піччю. Із зразків робляться металографічні шліфи, які після травлення в 4 % розчині в спирті азотної кислоти, або в киплячому водному розчині нітрату натрію (відповідно цементитна сітка виглядає, як темна на білому фоні, або світла на темному фоні).

Метод гартування (ізотермічний) можна застосувати для сталі з різним вмістом вуглецю. Після нагріву зразків до 930 °C їх швидко переносять в іншу піч з температурою 650 °C. Розпад аустеніту починається по межах зерен. У доевтектоїдній сталі по межах зерен утворюється феритна сітка, в заевтектоїдній – цементитна сітка, по яким і оцінюється величина аустенітного зерна.

В багатьох випадках зразок після часткового перетворення аустеніту в процесі ізотермічного втримання при 650-700 °C гартують. В такому випадку утворений по межах зерен аустеніту перліт виглядає під мікроскопом, як темна сітка на світлому фоні мартенситу.

Усі перелічені непрямі методи виявлення аустенітного зерна відрізняються деякою нестабільністю і потребують певної доводки щодо конкретних марок вуглецевих сталей. Навіть вуглецева сталь однієї марки, або різних варіантів кінцевого розкислення, потребує суттєвого коректування режимів термообробки і травлення зразків, що зв'язане з додатковою витратою часу. Непрямі методи виявлення аустенітного зерна не абсолютно достеменні, тому рекомендується для підвищення надійності визначати аустенітне зерно для однієї марки сталі щонайменше двома непрямыми методами.

Прямий метод виявлення аустенітного зерна – вакуумне термічне травлення. Засновано на переважнім випарюванні металу безпосередньо біля меж зерен. Метод відрізняється підвищеною достеменністю, тому не потребує підтвердження іншими методами і може вважатися, як еталонний. Помітний рельєф на межах

аустенітних зерен при вакуумному травленні утворюється за кілька хвилин.

Для цього методу потрібне спеціальне обладнання. Найбільш придатні так звані високотемпературні мікроскопи, на яких можна безпосередньо спостерігати процес виявлення аустенітного зерна.

Для виявлення аустенітного зерна на кафедрі МІТЛВ запропоновано прості у виготовленні зразки, які виготовляються із стандартних зразків після випробувань на ударний згин. Для нагрівання таких зразків використовується зроблений з вольфраму стрічковий нагрівач.

Величина аустенітного зерна оцінюється за балами порівнянням з еталонними шкалами. Більш надійним є метод визначення середнього розміру аустенітного зерна. Для цієї мети використовується метод пересічних (рис. 3.1). Через поверхню зразку, на якій виявлено аустенітне зерно, проводять декілька пересічних. Підраховується кількість пересічень ліній з межами зерен. Вимірюється загальна довжина пересічних. Середній розмір аустенітного зерна визначається за формулою (3.1).

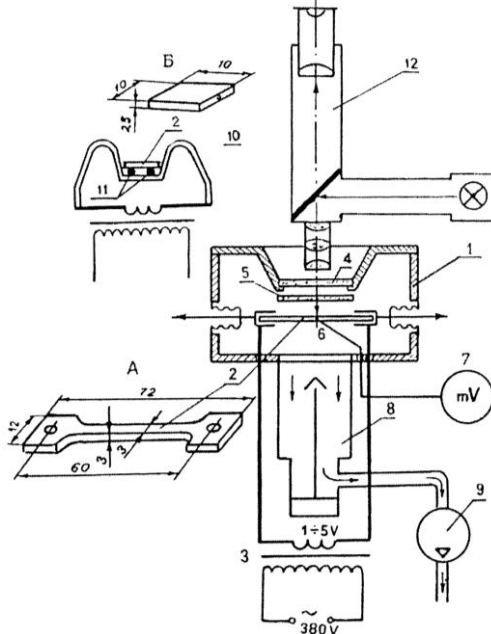


Рисунок 3.1 – Принципова схема високотемпературного приладу ІМАШ-20-78

В пропонованій лабораторній роботі використовується універсальний вакуумний пост ВУП-5, схема будови якого наведена на рис. 3.2.

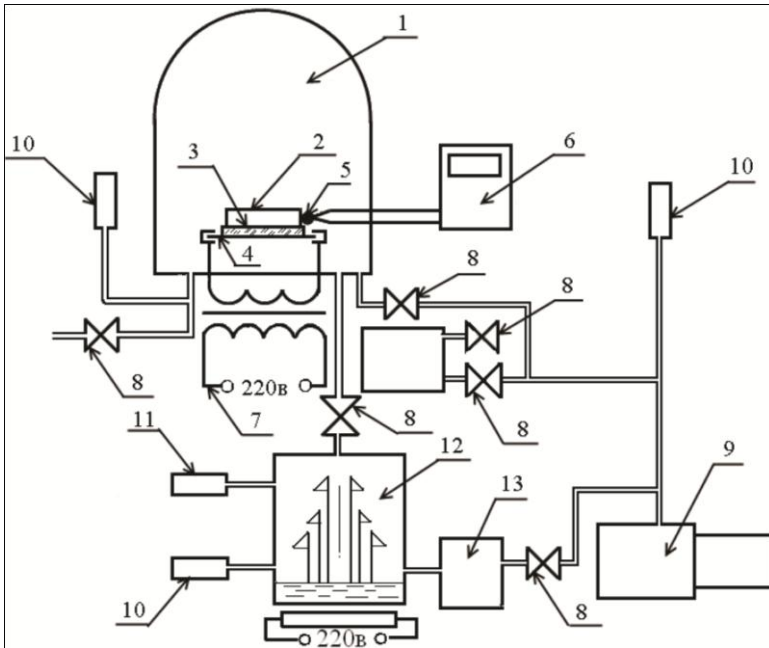


Рисунок 3.2 – Схема будови вакуумного універсального посту ВУП-5

ВУП-5 складається із вакуумної камери 1, в якій на стрічковому вольфрамовому нагрівачі 4 розташований сталевий зразок 2, ізолюваний від нагрівача слюдяною прокладкою 3, яка запобігає шунтуванню нагрівача зразком. Спай хромель-алюмелевої термопари 5 розташований в отворі, просвердленому у зразку. Протилежні кінці термопари приєднані до цифрового пірометричного мілівольтметра 6. Трансформатор 7 призначений для контактного електронагріву нагрівача 4. Вакуум у вакуумній камері створюється за допомогою механічної 9 і паромасляної дифузійної 12 pomp, які з'єднуються через вакуумний балон 13. Керування вакуумною системою здійснюється за допомогою електромагнітних вакуумних клапанів 8. Остатній тиск в вакуумній системі визначається термодатчиками 10 й іонізаційним датчиком 11.

Величина аустенітного зерна оцінюється за балами порівнянням з еталонними шкалами. Більш надійним є метод визначення середнього розміру аустенітного зерна. Для цієї мети використовується метод пересічних (рис. 3.3). Через поверхню зразку, на якій виявлено аустенітне зерно, проводять декілька пересічних. Підраховується кількість пересічень ліній з межами зерен. Вимірюється загальна довжина пересічних. Середній розмір аустенітного зерна визначається за формулою:

$$d = \frac{M \cdot l}{n}, \quad (3.1)$$

де l – загальна довжина пересічних;

M – масштаб;

n – кількість пересічень.

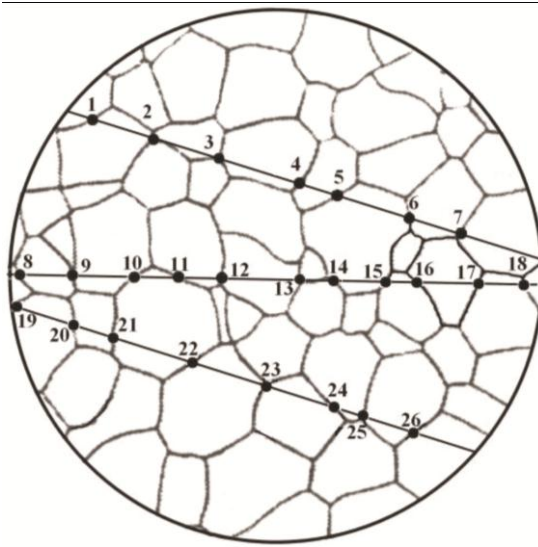


Рисунок 3.3 – Метод пересічних для визначення середнього розміру аустенітного зерна

Практично при використанні методу пересічних краще користуватися мікрофотографіями аустенітної структури.

Між середнім розміром і балом аустенітного зерна існує певна залежність (рис. 3.4).

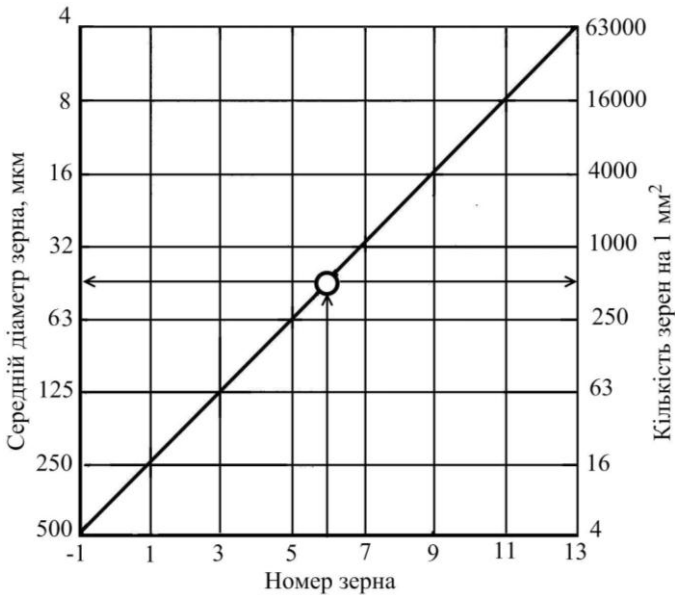


Рисунок 3.4 – Номограма, яка пов'язує середній розмір зерна з кількістю зерен на 1 мм² і номером зерна за шкалою ГОСТ 5639 – 82

Порядок проведення роботи

1. Вивчити методичні вказівки.
2. Відкрити вакуумну камеру приладу ВУП-5 і установити на нагрівач зразок.
3. Ввімкнути механічний насос. Довести остатній тиск у камері до $1 \cdot 10^{-2}$ ступеня мм рт.ст.
4. Ввімкнути дифузійний насос. Через 45 хвилин остатній тиск у камері повинен дорівнювати 10^{-4} мм рт.ст.
5. Ввімкнути нагрів зразку. За допомогою регулюючих пристроїв довести температуру зразка до 930 °С. Витримати зразок при зазначеній температурі 5-7 хвилин.

6. Поступово за допомогою регулюючих приладів охолодити зразок до температури 400 °С. Вимкнути нагрів зразка. Охолодити зразок у вакуумі до температури 100 °С.

7. Відкрити вакуумну камеру, спочатку заповнивши її повітрям. Зняти зразок з нагрівача.

8. Вивчити два зразки з різним розміром аустенітного зерна під оптичним мікроскопом при збільшенні 100. Порівняти з еталонними шкалами (рис. 3.5) і визначити розмір (бал) аустенітного зерна.

9. На мікрофотографії з зображенням аустенітного зерна нанести три пересічні. Підрахувати кількість пересічень. Визначити загальну довжину пересічних. За формулою (3.1) розрахувати середній розмір аустенітного зерна.

10. За номограмою (рис.3.4) визначити бал аустенітного зерна. Результати досліджень оформити у вигляді таблиці.

11. Зробити висновки по роботі.

Таблиця 3.1 – Результати досліджень аустенітного зерна

Номер зразка	Кількість пересічень	Загальна довжина пересічень, мкм	Середній діаметр аустенітного зерна, мкм	Номер (бал) аустенітного зерна

Контрольні запитання

1. Вплив аустенітного зерна на властивості сталі.
2. Виявлення аустенітного зерна методом окислення.
3. Виявлення аустенітного зерна методом цементації.
4. Виявлення аустенітного зерна методом гартування (ізотермічним методом).
5. Виявлення аустенітного зерна методом вакуумного травлення.
6. Метод оцінки величини аустенітного зерна за еталонними шкалами.
7. Оцінка величини аустенітного зерна методом пересічних.
8. Визначення номеру і середнього розміру аустенітного зерна за номограмою.

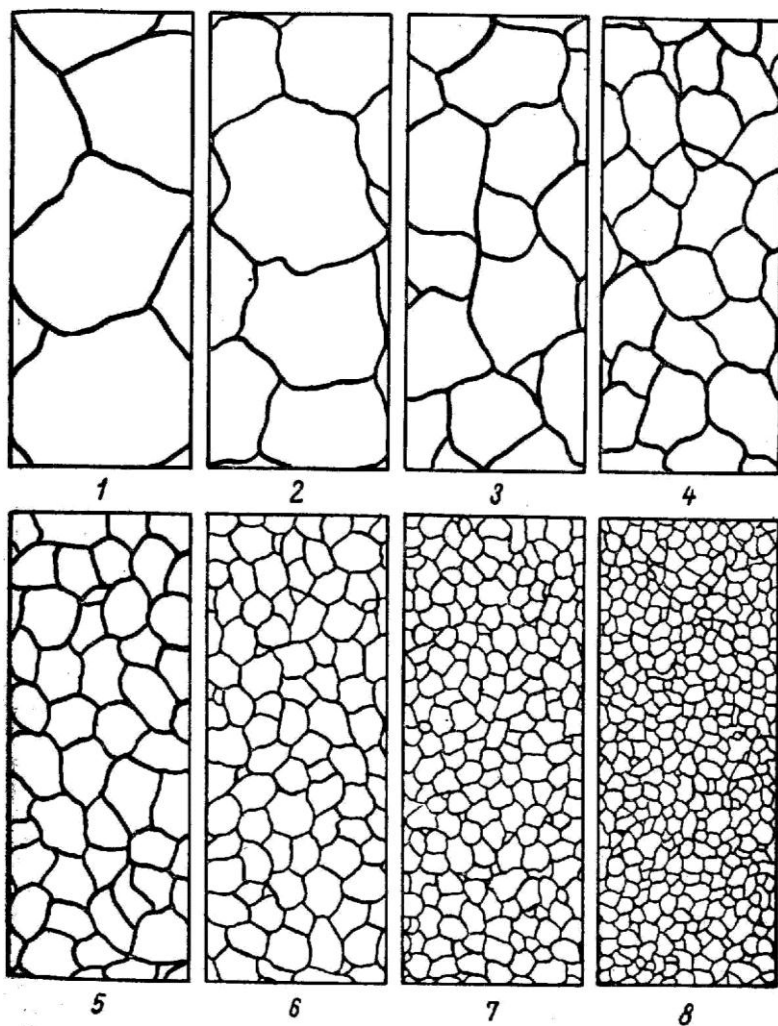


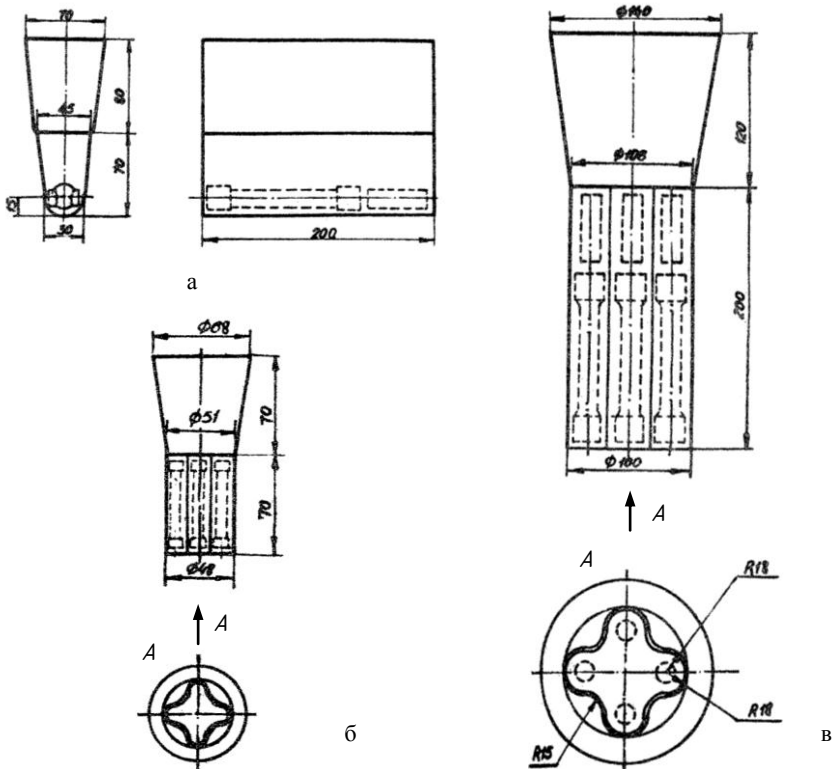
Рисунок 3.5 – Еталонні шкали для визначення розмірів зерна
(ГОСТ 5639-82)

Лабораторна робота № 4

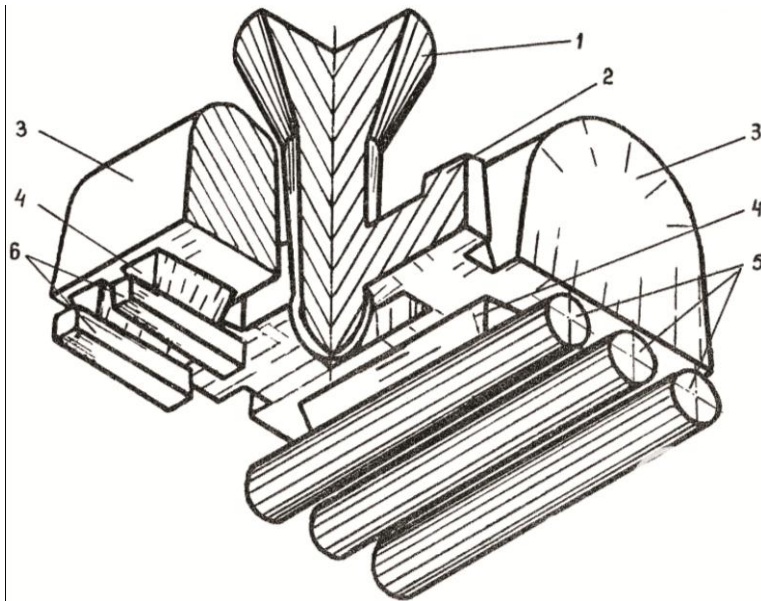
КОНТРОЛЬ МЕХАНІЧНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ СТАЛЬНОГО ЛИТВА

Мета роботи: Вивчити методику контролю механічних властивостей сталі за допомогою литих зразків.

Механічні властивості є найбільш важливим показником якості сталених виливків. Механічні випробування сталених виливків проводяться на стандартних зразках, які вирізаються з пробних брусків клиновидної або тріфоровидної форми (рис. 4.1) або із литих заготовок зразків (рис. 4.2).



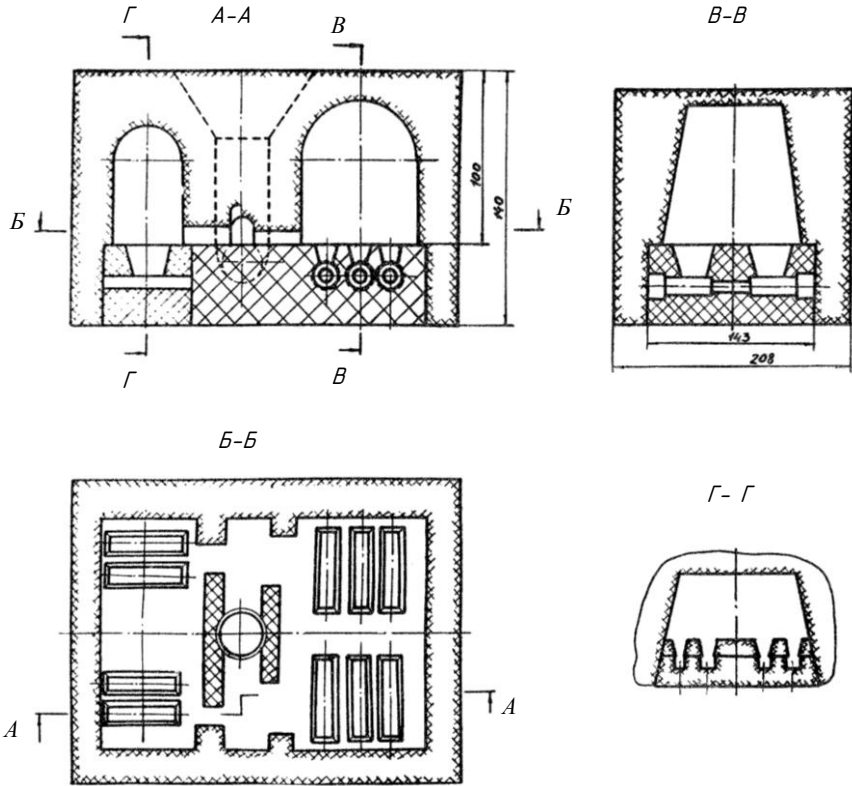
а – клиновидна проба; б, в – тріфоровидні проби
Рисунок 4.1 – Пробні бруски для механічної обробки зразків



1 – стояк; 2 – шлаковловлювач; 3 – надливки; 4 – живильники;
5 – заготовки розривних зразків; 6 – заготовки ударних зразків
Рисунок 4.2 – Виливок литих зразків

Технологія виготовлення литих зразків для контролю сталю литва розроблена кафедрою “Машини і технологія ливарного виробництва” Запорізького національного технічного університету і порівняно з вирізкою зразків із пробних брусків відрізняються мінімальною трудоемкістю, надійністю та простотою.

Форма для литих зразків виготовляється в стержнях. Стержнева оснастка складається з трьох ящиків, в які набивають збірний стержень (1) і стержні для розривних (2) і ударних (3) зразків (рис.4.3). Заливка проводиться через стояк, прибуток: щелеві живильники у перехідну частину розривних та центральну частину ударних зразків. Ливникова система забезпечує щільну, бездефектну структуру.



1 – збірний стержень; 2 – стержень для розривних зразків;

3 – стержень для ударних зразків

Рисунок 4.3 – Форма для литих зразків в зборі

У формі після заливки одночасно отримують три розривних та чотири ударних зразків. При контролі вуглецевої та низьколегованої сталі передбачено отримання розривних зразків циліндричної форми, які потребують механічної обробки робочої частини на токарному верстаті. Ударні зразки мають допуск на шліфувку.

При контролі неіржавіючої, жароміцної та високомарганцевої сталей, менш схильних до огару та знеуглецюванню при термообробці, доцільно застосовувати розривні зразки без припуску на механічну обробку. В такому разі розривні та ударні зразки тільки зачищають наждачним каменем, а на ударних зразках прорізається канавка.

Досвід показав, що застосування литих зразків замість механічно оброблених знижає коштовність контролю механічних властивостей литва з вуглецевої сталі в три, хромонікелевої неіржавіючої – у вісім, а високомарганцевої – у дванадцять разів. Упровадження литих зразків відкрило реальну можливість 100 % плавочного контролю у фасноливарних цехах і сприяло значному підвищенню якості та технологічних показників виробництва сталюого литва. Литі зразки незамінні при проведенні науково-дослідних робіт і дозволяють встановлювати чіткі залежності між технологічними факторами виробництва сталюого литва і його механічними властивостями.

Обладнання, прилади, матеріали

1. Розривна машина УИМ-50.
2. Маятниковий копер.
3. Оснастка для виготовлення форм литих зразків.
4. Стержні для виготовлення форм литих зразків.
5. Литі розривні та ударні зразки.
6. Інструмент для розмітки та вимірів литих зразків.

Порядок проведення роботи

1. Ознайомитись з оснасткою, технологією виготовлення стержнів і складальною формою для литих зразків. Зробити ескіз зібраної форми та відливка.
2. Ознайомитись з правилами техніки безпеки при роботі на випробувальних машинах.
3. Провести розмітку і розміри трьох розривних і трьох ударних зразків.
4. Провести випробування розривних зразків. Підрахувати значення σ_B , σ_T , δ , ψ .
5. Зробити висновки.

Лабораторна робота № 5

МІКРОРЕНТГЕНОСПЕКТРАЛЬНИЙ АНАЛІЗ

Мета роботи:

1. Ознайомитись з принципом роботи та побудовою рентгенівського мікроаналізатора MAP-3.
2. Ознайомитись з методикою аналізу неметалевих включень на установці MAP-3.

Сучасні методи аналітичної хімії дозволяють з високою точністю визначати середній хімічний стан сплавів. Для цих методів необхідно приготувати спеціальні проби у вигляді стружки вагою від декількох міліграм (спектрохімічний емісійний аналіз) до декількох грам (рідкий хімічний аналіз).

Але при сучасних метало-фізичних досліджах необхідно знати не тільки середній хімічний склад, а і розподіл хімічних елементів в об'ємі сплаву або якої-небудь фази. При цьому потрібна висока локальність аналізу для того, щоб визначити хімічний склад на ділянці від долей мікрметра до декількох мікрметрів. Крім того, для оперативності та достовірності аналізу необхідно його виконувати непорушним методом на зразках, призначених для металографічного досліджу.

Різні методи локального мікроаналізу засновані на використанні фізичних явищ, які виникають при впливі електронних або іонних пучків лазерного випромінювання на контрольовану речовину. Локальність цих методів сягає одного квадратного мікрметра по площині та декількох ангстрем по товщині дослідного шару. Широке використання електронних засобів реєстрації та управління процесом аналізу дозволяє всебічно автоматизувати його і використовувати при металографічних досліджах поряд з іншими методами аналізу. Найбільш поширеним в дослідній практиці став мікрорентгеноспектральний аналіз, який використовується для вивчення складу неметалевих включень, зон сегрегації, вивчення градієнтів концентрації у дифузійній зоні, збіднення або збагачення меж зерна та інших порушень структури металів і сплавів.

Принцип роботи електронного мікрозонда розглянемо на прикладі рентгенівського мікроаналізатора MAP-3. Цей прилад

призначений для визначення методом рентгеноспектрального аналізу хімічного складу в мікрооб'ємах сплавів, мінералів, руд та інших об'ємах, а також для досліду розподілу хімічних елементів по поверхні шліфа. Прилад дає можливість проводити кількісний та якісний аналіз на хімічні елементи від бора ($z = 5$) до урану ($z = 92$), за виключенням кисню і фтору, записувати концентраційні криві розподілу хімічних елементів вздовж поверхні шліфа та визначати розподіл хімічних елементів на площі шліфа 200×200 мкм. Чутливість аналізу $1 \cdot 10^{-2} - 3 \cdot 10^{-3} \%$ визначаємого елементу.

Принципова схема приладу наведена на рис. 5.1. Електронна гармата, яка складається з вольфрамового катоду 1, фокусуємого електроду 2 і чашоподібного аноду 3 випромінює пучок електронів. Система електромагнітних лінз 4, 5 фокусує цей пучок до діаметра 1 мкм і направляє на вивчаєму ділянку зразка 10. Для юстировки та відхилення пучка електронів використовуються дві пари електромагнітних котушок 5. Ця ж система призначена для сканування поверхні зразка при вивченні розподілу хімічних елементів.

Зразки і еталони в кількості дев'яти штук закріплюються на спеціальному стояку 12, розташованому під кутом 45° відносно оптичної вісі колони мікрозонда. Столик обертається за допомогою механізму 13 і може переміщуватись вздовж вісі для виведення плоскості дослідного зразка в фокальну площину об'єктива 8 (наводка на різкість). Крім того є можливість переміщення зразка в площині, перпендикулярній оптичній вісі світового об'єктиву 8, як від руки, так і від електродвигуна (механізм переміщення на схемі не показаний).

Оптичний мікроскоп служить для контролю форми і розміру електронного зонду і спостереження поверхні дослідного зразка. Мікроскоп має спеціальний дзеркально-лінзовий об'єктив 8 дзеркала 7, яке міняє хід світлового пучка і тубуса 11 з окуляром-мікрометром.

При бомбардуванні зразка електронами, сфокусованими у вузький пучок – електронний зонд, збуджується характеристичне рентгенівське випромінювання, яке відповідає спектрам тих хімічних елементів, які знаходяться в поверхневому шару (товщиною 1-3 мкм) зондуємої ділянки. Рентгенівські промені направляються через спеціальне вікно в один з спектрометрів 9, де за допомогою кристалів-аналізаторів (кварц, слюда) проходить розклад рентгенівського випромінювання у спектр та реєстрація характеристичних ліній цього спектру (рис. 5.2).

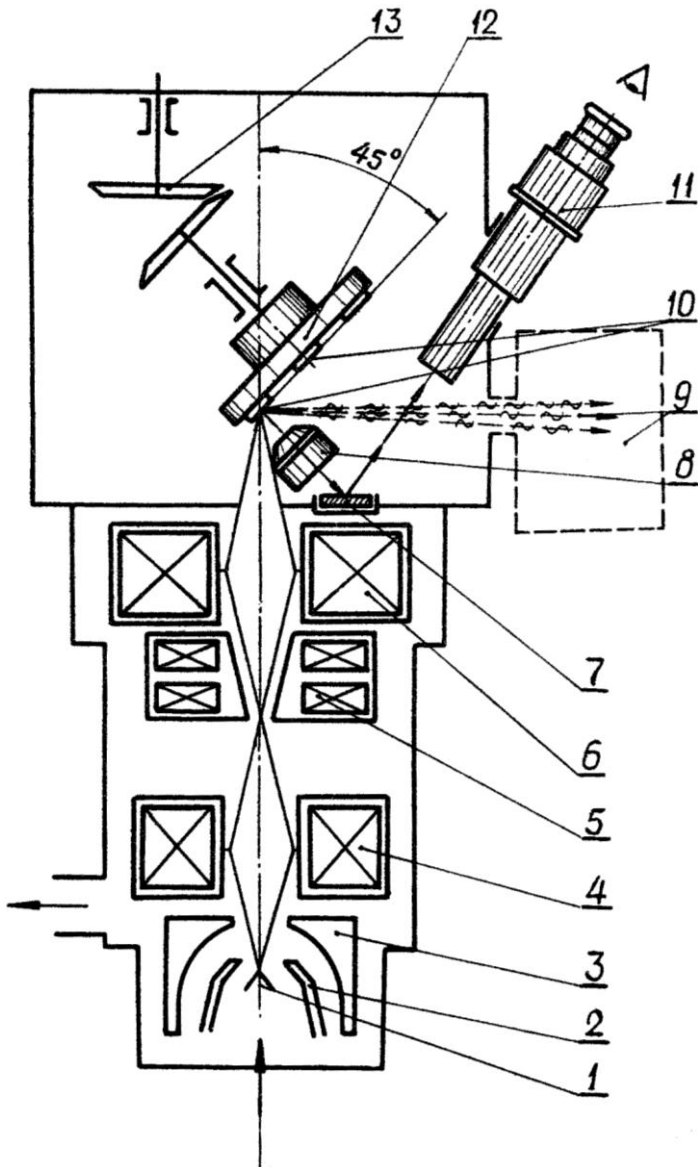
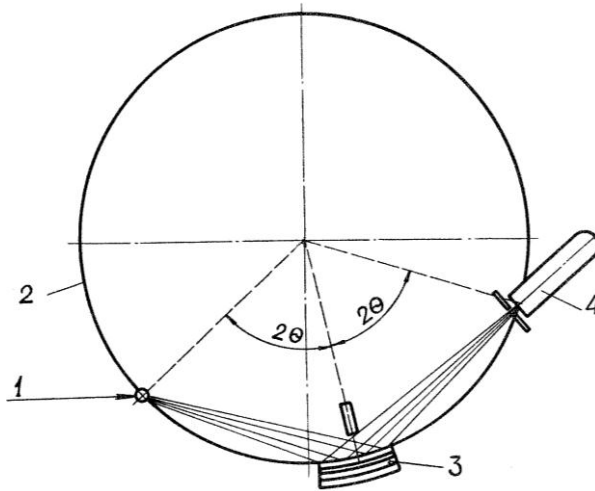


Рисунок 5.1 – Принципова схема рентгенівського мікроаналізатора MAP-3



1 – точка бомбардування електронним зондом; 2 – коло Роуланда;
3 – вигнутий кристал; 4 – приймач випромінювання
Рисунок 5.2 – Принципова схема спектрометра

Аналіз рентгенівських спектрів базується на законі Мозлі:

$$\lambda = \frac{1}{z^2}$$

і формулі Вульфа-Бреггів:

$$2 \cdot d \cdot \sin \theta = n \cdot \lambda,$$

де λ – довжина хвилі лінії характеристичного спектру;

z – атомний номер елемента;

d – міжплоскостна відстань кристалоаналізатора;

θ – кут, під яким випромінювання падає на атомні плоскості кристалоаналізатора і відбивається від них;

n – порядок відбиття.

Змінюючи кути відбиття θ при повільному оберті кристалів-аналізаторів по колу Роуланда виділяють характеристичні лінії рентгенівського спектру з визначеною довжиною хвилі і, таким чином, визначають присутність в аналізованому зразку тих або інших хімічних елементів. При пропусканні монохроматичного

рентгенівського сигналу через вимірювач інтенсивності – лічильник визначає інтенсивність ліній спектра, які в першому наближенні пропорційні концентрації елементів. Для кількісного аналізу інтенсивність імпульсів рентгенівського випромінювання визначаємого елемента порівнюють з інтенсивністю імпульсів від чистих стандартних зразків хімічних елементів або їх з'єднань. Переміщуючи зразок під електронним пучком, можна прослідкувати за зміною концентрації (вздовж лінії переміщення) того елемента, на лінію якого налаштований спектрометр. Підбираючи лінію спектра різних хімічних елементів, визначають їх інтенсивність та розподіл елементів в дослідному об'єкті (рис. 5.3).

Камера зразків і спектрометри змонтовані так, що джерело випромінювання, кристал-аналізатор і детектор знаходяться на крузі фокусівки (крузі Роуланда) радіусом 230 мм, що забезпечує максимальну ефективність зібрання рентгенівського випромінювання без втрат сигналу по довжинам хвиль.

Підсилений сигнал з детектора випромінювання поступає в рахунково-реєстручий тракт, перетворюється в підсилювачі-дискримінаторі в імпульс зі стандартними характеристиками, а потім подається на лічильник, який рахує імпульси, або реєструється з виходу інтенсиметру на самописець. Запис на діаграмній стрічці кривої залежності інтенсивності рентгенівського випромінювання від кута повороту кристала-аналізатора (кута Бреґа) дозволяє провести ідентифікацію елементів у зразку порівнянням виміряних значень синусу кутів для максимуму інтенсивності з табличним значенням синусів (рис. 5.4).

Обладнання, прилади, матеріали

1. Мікроаналізатор рентгенівський МАР-3.
2. Напилювальна установка "Tesla".
3. Металографічний мікроскоп МИМ-7.
4. Прилад для визначення мікротвердості ПМТ-3.
5. Зразки для мікроаналізу.
6. Еталони.

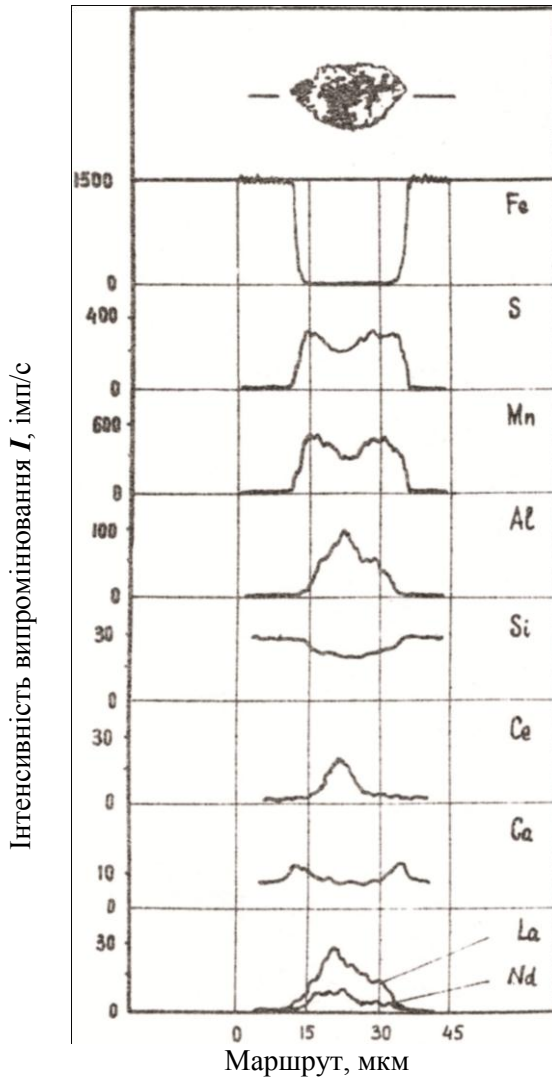


Рисунок 5.3 – Монограма розподілу хімічних елементів в неметалевому включенні в сталі 35Л, яка модифікована силіцидами РЗМ

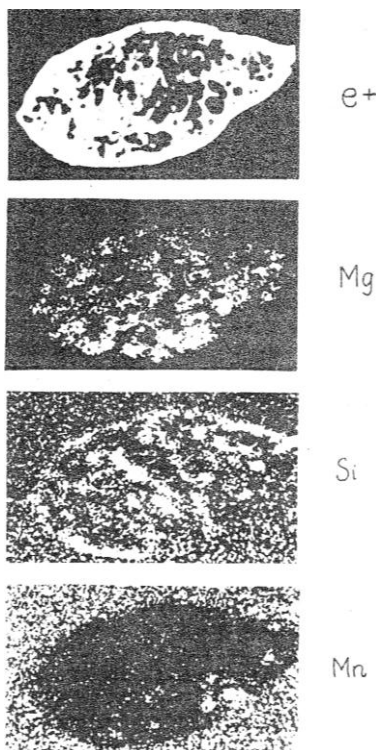


Рисунок 5.4 – Монограма розподілу хімічних елементів за площею глобулярного включення в сталі 3Х15

Порядок виконання роботи

1. Ознайомитись з побудовою і принципом роботи рентгенівського мікроаналізатора MAP-3.
2. Ознайомитись з правилами техніки безпеки при роботі на мікроаналізаторі MAP-3.
3. Приготувати зразки для дослідів на “Tesla” та позначити зони за допомогою ПМТ-3.
4. Записати інтенсивність випромінювання хімічних елементів та порівняти її з інтенсивністю випромінювання еталонного зразка (марограми).
5. Зробити висновки.