

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
Чернігівський національний технологічний університет

Методи експериментальних досліджень в будівництві

Конспект лекцій

для студентів спеціальності 192 – Будівництво та цивільна інженерія

Обговорено і рекомендовано
на засіданні кафедри
зварювального виробництва та
автоматизованого
будівельних конструкцій
протокол № 6 від 10.01.18 р.

Чернігів ЧНТУ 2018

Методи експериментальних досліджень в будівництві. Конспект лекцій для студентів спеціальності 192 – Будівництво та цивільна інженерія, Чернігів: ЧНТУ, 2018. – 123 с.

Укладач: Березін Леонід Якович, кандидат технічних наук, доцент кафедри зварювального виробництва і автоматизованого проектування будівельних конструкцій

Відповідальний за випуск: Прибитько Ірина Олександрівна, завідувач кафедри зварювального виробництва та автоматизованого проектування будівельних конструкцій, канд. техн. наук, доцент

Рецензент: Болотов Геннадій Павлович, доктор технічних наук, професор кафедри зварювального виробництва і автоматизованого проектування будівельних конструкцій Чернігівського національного технологічного університету

Зміст

Вступ.....	5
Змістовний модуль 1. Методи досліджень.....	7
1 Підготовка експерименту.....	7
1.1 Етапи досліджень.....	7
1.2 Визначення предмету досліджень та формування його мети.....	7
1.3 Збір, вивчення та аналіз матеріалів, які відносяться до мети та предмету досліджень (інформаційно-патентний пошук).....	8
1.4 Розробка робочої гіпотези.....	9
1.5 Планування експерименту.....	10
1.5.1 Розробка плану експерименту	10
1.5.2 Вибір методів досліджень	11
1.5.3 Групи методів досліджень	11
1.5.4 Методи експериментального дослідження	13
1.5.5 Вибір обладнання, пристроїв, вимірювальної апаратури та інструменту для досліджень	15
1.5.6 Проведення досліджень, аналіз похибки апаратури та методу досліджень	16
1.5.7 Вибір засобів обробки експериментальної інформації.....	17
1.5.8 Ефективність проведення дослідів, витрати часу та заходів.....	18
2 Методи досліджень поверхні.....	19
2.1 Дослідження мікрошорсткості поверхні.....	19
2.2 Дослідження якості очищення поверхонь	22
2.3 Дослідження фізико-хімічних властивостей поверхні та приповерхневих шарів.....	25
2.3.1 Емісійні методи аналізу.....	26
2.3.2 Зондування поверхні швидкими електронами та позитронами.....	33
2.3.3 Зондування поверхні повільними електронами, електромагнітним випромінюванням та іонами.....	35
2.3.4 Особливості підготовки поверхні, що досліджується, у вакуумі.....	41
3 Методи дослідження об'єму.....	44
3.1 Загальні зауваження.....	44
3.2 Використання рентгеноструктурних методів для визначення складу матеріалів.....	44
3.2.1 Методи фазового аналізу.....	44
3.2.2 Приготування зразків для рентгеноструктурного аналізу.....	45
3.3 Використання електронної мікроскопії для визначення складу матеріалів.....	48
3.3.1 Обладнання для електронної мікроскопії матеріалів.....	48
3.3.2 Особливості використання електронної мікроскопії	

та приготування зразків для дослідження матеріалів.....	48
3.4 Використання мікрорентгеноспектрального аналізу.....	52
3.5 Використання металографічного аналізу для визначення складу матеріалів.....	56
3.5.1 Приготування мікрошліфів.....	56
3.5.2 Методи виявлення мікроструктури.....	60
3.5.3 Методи визначення фазового складу.....	69
4 Методи дослідження вмісту газів в матеріалах.....	73
5 Методи, методики для визначення властивостей покриттів та матеріалів з покриттями.....	75
5.1 Загальна класифікація методів та методик дослідження структури та властивостей покриттів та матеріалів з покриттями.....	75
5.2 Особливості визначення властивостей покриттів та матеріалів з покриттями.....	77
5.3 Структурні дослідження покриттів.....	78
6 Вимірювання температури.....	83
6.1 Вимірювання температури термоелектричними термометрами.....	83
6.2 Вимірювання температури з використанням пірометрів	85
6.3 Вимірювання температури терморезисторами.....	91
Змістовний модуль 2. Експериментальні методи випробувань конструкційних матеріалів і конструкцій.....	93
7 Визначення тимчасових та залишкових напружень та деформацій в металах, інших матеріалах та будівельних конструкціях	93
7.1 Експериментальні методи визначення напружень та деформацій.....	94
7.1.1 Методи визначення тимчасових напружень.....	94
7.1.2 Визначення тимчасових деформацій.....	95
7.1.3 Методи визначення залишкових напружень та деформацій.....	95
7.2 Визначення залишкових напружень в оптичнопрозорих матеріалах.....	97
8 Механічні випробування.....	99
8.1 Загальні властивості матеріалів	99
8.2 Механічні випробування на розтяг, твердість і ударну в'язкість	100
8.3 Механічні випробування бетону.....	116
Перелік посилань.....	120
Рекомендована література.....	122

Вступ

Дисципліна „Методи експериментальних досліджень в будівництві” базується на знаннях із дисциплін: „Вища математика”, „Методологія наукових досліджень”, „Основи фізики твердого тіла та їх поверхонь”, „Металознавство і термічна обробка металевих конструкцій”, „Будівельне металознавство”, „Фізико-хімічні і металургійні основи виробництва металів”, „Будівельні конструкції”, „Технологія будівельного виробництва”. Ця дисципліна розглядає комплекс методів та відповідного обладнання, яке необхідно для проведення експериментальних досліджень в галузі будівництва.

Метою викладання навчальної дисципліни „Методи експериментальних досліджень в будівництві” є викладання широкого кола питань, які відносяться до методів, методик, обладнання для проведення наукових досліджень та розробки програм (планів) їх проведення у будівництві.

1.2. До **задач** дисципліни „Методи експериментальних досліджень в будівництві” входять формування:

знань:

– методів, методик, обладнання при проведенні досліджень в галузі будівництва;

– для визначення хімічного складу, хімічних сполук, структурних складових та фаз в металах, покриттях;

– для вивчення розподілу неметалевих включень по перерізу матеріалу та їх хімічного складу;

– для дослідження вмісту газів в металах та інших матеріалах;

– для визначення фізичних властивостей матеріалів та покриття;

– для визначення твердості, мікротвердості матеріалів та покриттів;

– для випробування покриттів на адгезійні та когезійні властивості;

– для вимірювання температури;

– для визначення тимчасових та залишкових напружень та деформацій в конструкційних матеріалах та будівельних конструкціях;

– методи випробувань конструкційних матеріалів і будівельних конструкцій;

вмінь розробляти програми (плани) досліджень, вибирати методи і обладнання для досліджень, експериментально досліджувати явища та процеси у вибраній спеціальності, проводити необхідні випробування, проводити обробку отриманих результатів і робити необхідні висновки по отриманим результатам;

навичок проведення науково-дослідних робіт та аналізу явищ та процесів у вибраній спеціальності.

В загальному випадку експериментальні методи в будівництві можна поділити на наступні групи:

- розробка нових матеріалів, конструкцій і технологій будівництва;

- проведення випробувань матеріалів, конструкцій для визначення їх працездатності (використовуються, як складова при проведенні досліджень, а також для об'єктів, що вже експлуатуються.

В межах даної дисципліни розглядаються два модулі:

1) експериментальні методи досліджень для створення нових матеріалів, конструкцій і технологій будівництва;

2) експериментальні методи випробувань при проведенні досліджень, а також для об'єктів, що вже використовуються.

Змістовний модуль 1. Методи досліджень

В основі створення нових технологій, конструкцій і підвищення працездатності вже існуючих, лежить створення нових конструкційних матеріалів та визначення оптимальних умов експлуатації об'єктів, які б задовольняли необхідним технічним вимогам.

Для вирішення питання про створення нових конструкційних матеріалів проводяться відповідні дослідження з використанням методів, які характерні для більшості галузей технічного напрямку. В основі таких досліджень лежить експеримент.

1 Підготовка експерименту

1.1 Етапи досліджень

На даному етапі вивчення дисципліни «Методика експериментального дослідження в будівництві» необхідно провести межу між поняттями – **метод та методика** проведення експерименту.

Метод - сукупність прийомів та операцій практичного і теоретичного пізнання дійсності [1]. **Методика** – шляхи реалізації конкретного методу.

Методика експериментального дослідження розділяється на три етапи:

1. Підготовку експериментального дослідження.
2. Проведення експерименту.
3. Обробку отриманих експериментальних даних.

Методику проведення та обробку результатів експерименту дослідник розробляє сам в межах вибраного методу, що вже існує.

Ефективність експериментального дослідження базується на науковій організації експерименту, яка включає підготовку досліджень і обробку отриманої експериментальної інформації.

Початковою точкою експериментального дослідження є підготовка експерименту.

Підготовка експерименту включає ряд підетапів:

1. Визначення предмету досліджень та формулювання його мети.
2. Збір, вивчення і аналіз матеріалів, які відносяться до мети та предмету дослідження – інформаційно-патентне шукання та визначення задач, які будуть вирішені для досягнення сформульованої мети.
3. Розробка робочої гіпотези.
4. Планування експерименту.

1.2 Визначення предмету досліджень та формування його мети

Перед розробкою нових матеріалів, технологій, конструкцій дослідник знайомиться з технічним завданням. Це один з перших кроків ознайомлення з проблемою, яка поставлена перед дослідником.

В залежності від конкретної проблеми технічне завдання дає початкову інформацію, яка може включати, наприклад, для розробки нової конструкції:

- 1) креслення та призначення конструкції, яку потрібно виготовити або для якої треба створити нові конструкційні матеріали;
- 2) технічні вимоги, яким повинна задовольняти конструкція, нові матеріали;
- 3) можливість використання тих або інших матеріалів для виготовлення конструкцій;
- 4) обсяг випуску;
- 5) строк експлуатації;
- 6) спеціальні вимоги по: трудомісткості, техніці безпеки, екології, собівартості тощо.

На цьому етапі вирішуються стратегічні питання, в якому напрямку надалі проводити дослідження, формулюється їх мета.

Після аналізу технічного завдання дослідник, виходячи з особистого досвіду та консультацій з іншими дослідниками, окреслює галузі науки та техніки, в яких вже вирішувалися подібні питання. Починається етап вивчення прототипів. В ході вивчення та аналізу прототипів дослідник визначає позитивні та негативні їх якості, можливість використання отриманої інформації для вирішення своєї проблеми.

1.3 Збір, вивчення та аналіз матеріалів, що відносяться до мети та предмету досліджень (інформаційно-патентний пошук)

Загальні положення та рекомендації по цьому питанню достатньо повно викладаються в курсах по основам наукових досліджень [1-6]. В даному випадку відзначимо вузлові моменти з переломленням інформації, що викладаються, у бік проведення досліджень у галузі будівництва.

Метою інформаційно-патентних досліджень є отримання даних для забезпечення:

- високого технічного рівня;
- здатності до конкуренції об'єкта дослідження;
- використання сучасних науково-технічних досягнень;
- виключення невиправданого дублювання досліджень та розробок.

Проведення інформаційно-патентних досліджень дозволить отримати дані для обґрунтування напрямку досліджень, що проводяться, з урахуванням раніше виконаних досліджень.

Інформаційно-патентні дослідження проводять по плану, один з варіантів якого наведено нижче:

- 1) описання об'єкта дослідження;
- 2) розробка регламенту пошуку (в якому порядку, що і де буде шукатися);
- 3) пошук та відбір патентної та іншої науково-технічної інформації;
- 4) пророблення, систематизація та аналіз відібраної інформації;

5) узагальнення результатів та визначення напрямків досліджень – формулювання задач досліджень.

Для отримання первинної інформації, яка безпосередньо відображає питання, що вивчаються, можна використовувати:

1) періодичні видання, до яких відносять журнали: („Будівельний журнал” (інформаційно-аналітичне видання); „Наука та будівництво” (журнал призначається для інженерно-технічних працівників, проектувальників, науковців будівельної та суміжних галузей, інвесторів, забудовників, працівників житлово-комунального господарства); „Строительные материалы и изделия”, видавник “Український науково-дослідний і проектно-конструкторський інститут будівельних матеріалів та виробів” (можуть публікуватися результати дисертаційних робіт на здобуття наукових ступенів доктора і кандидата наук) та інші – дозволяють отримати відносно “свіжу” інформацію по питаннях, що цікавлять.

2) неперіодичні видання:

- книги (у тому числі і монографії), брошури;
- авторські свідоцтва, патенти;
- звіти НДІ;
- матеріали науково-технічних конференцій у вигляді збірників, тезисів;
- рукописи, що депоновані, тощо.

3) серійні видання, до яких відносять різного роду (можуть мати різні назви) збірники наукових праць НДІ, учбових закладів.

4) сигнальна інформація, бібліографічні покажчики.

Для отримання вторинної інформації (оброблена первинна та надана у вигляді рефератів, оглядів) частіше усього використовуються реферативні журнали (наприклад, серія „Будівництво”).

1.4 Розробка робочої гіпотези

Розробка робочої гіпотези – це розробка наукового припущення розвитку (протіканні) явища, що досліджується, і його імовірне пояснення.

В робочій гіпотезі відокремлюють важливіші, вирішальні, а також можливі причинні зв’язки та взаємодії, імовірний напрямок та хід розвитку явища в цілому.

Коли припущений (передбачений) розвиток явища або зміни факторів, що його обумовлюють, піддаються аналітичному уявленню, тобто математичному вираженню у вигляді визначених фізико-хімічних або фізико-механічних закономірностей, то вони можуть привести до створення так званої моделі явища (процесу), в котрій явища замінені системою математичних формул.

Види моделей, що використовуються на практиці, різноманітні: фізичні, символічні, математичні (аналогові).

Фізичні моделі – являють собою геометрично подібні чи масштабно змінені оригінали.

Символічні моделі – це описання властивостей за допомогою символів (у вигляді рівнянь, графіків функцій, таблиць, графів тощо.).

Математичні (аналогові) моделі – це моделі, які дозволяють дослідження якого-небудь явища на самому об'єкті або в реальних умовах імітувати його протікання на обладнанні, що відтворює фізично інше явище, але яке описується таким самим рівнянням, що і при фізичному моделюванні.

Як при математичному, так і при фізичному моделюванні доцільно використовувати теорію подібності, яка допомагає узагальнити результати експерименту, принципи розмірностей, визначити кількість незалежних та контактуючих параметрів.

1.5 Планування експерименту

1.5.1 Розробка плану експерименту

Розроблений план експерименту повинен бути науково обґрунтованим та забезпечити економне проведення дослідницького процесу. На цьому підетапі вирішують наступні задачі:

- вибирають методи досліджень;
- вибирають обладнання для досліджень, пристрої, вимірювальну апаратуру та інструмент;
- аналізують та враховують похибку апаратури та методу дослідження, визначають похибку і невизначеність експерименту в цілому.
- приймають рішення про спосіб оформлення (таблиці, графіки, гістограми тощо), обробки експериментальної інформації, визначають інтервали і необхідну кількість відліків;
- розробляють план експерименту, на основі якого визначається кількість дослідів;
- встановлюють послідовність проведення дослідів, витрати часу та засобів.

План експерименту може бути:

а) випадковим, при якому значення незалежної величини варіюється випадковим шляхом (рандомізовано), тобто вона приймає то менше, то більше значення;

б) послідовним, при якому береться верхня або нижня межа значення незалежної випадкової величини, а потім вона змінюється через визначені інтервали до досягнення другої граничної величини.

Перевагу має послідовний план. Однак частково або повністю випадковий план краще для інженерних експериментів, тому що він дозволяє виключити вплив зовнішніх умов на експеримент, що неможливо досягти при послідовному плані.

1.5.2 Вибір методу дослідження

Вибір методу дослідження визначається, головним чином, кількістю та якістю інформації, котру необхідно отримати. При виборі методу дослідження необхідно опиратися тільки на об'єктивні фактори. Це дозволяє отримати в ході проведених досліджень оптимальні результати по (критерії вибору):

- виду інформації, що дослідник хоче отримати і в якому вигляді;
- об'єму інформації;
- достовірності інформації;
- витратам часу на проведення експерименту;
- трудомісткості проведення експерименту;
- економічним витратам на проведення експериментальних досліджень.

Вид інформації, що отримується, в більшості буде залежати від мети експерименту. Бажано, щоб вид інформації, що отримується, дозволяв автоматизувати процес обробки первинних даних, що отримуються.

Взагалі досягти бажаного результату при дослідженні нового явища можна двома шляхами:

1. Побудовою процесу, що досліджується, на базі попередньо зібраної та проаналізованої наукової інформації, інтуїтивних передумов його розвитку – **метод інтуїції**. Цей метод не виключає отримання позитивного результату, але в багатьох випадках збільшує строки проведення науково-дослідницьких робіт.

2. Фізичним і математичним плануванням експерименту, які дозволяють зменшити строки проведення науково-дослідницьких робіт і збільшити їх ефективність.

1.5.3 Групи методів досліджень

В загальному випадку методи дослідження поділяють на три групи [6]:

- 1) методи теоретичного дослідження;
- 2) методи експериментально-теоретичного дослідження;
- 3) методи емпіричного (експериментального) дослідження.

Методи теоретичного дослідження.

Ідеалізація – уявне конструювання об'єктів, яких нема в дійсності або практично неможливо здійснити (наприклад, абсолютно чорне тіло, ідеальний газ тощо).

Формалізація – метод вивчення різноманітних об'єктів шляхом відображення їх структури в знайомій формі за допомогою штучних мов (наприклад, на мові математики).

Гіпотеза – наукове припущення про закономірності розвитку явища (процесу). Підтверджена гіпотеза перетворюється в наукову теорію.

Теорія – система знань, що описує та дає пояснення сукупності явищ у деякій галузі дійсності та зводить відкриті у цій галузі закони до єдиного об'єднуючого початку.

Аксиоматичний метод – метод побудови наукової теорії, при якому деякі ствердження приймаються без доказів, а усі інші знання виводяться з них по визначеним логічним правилам.

Методи експериментально-теоретичного дослідження.

Абстрагування – мислене відділення від неіснуючих властивостей, зв'язків, відношень предметів і відокремлення декількох сторін, що зацікавили дослідника.

Аналіз – метод пізнання, який дозволяє розчленувати предмети дослідження на окремі частини.

Синтез – метод пізнання, який дозволяє здійснити поєднання окремих частин або сторін предмету в єдине ціле.

Індукція – висновок, який зроблено від часткового до загального, коли на основі знань про окремі частинки предметів явища робиться висновок про все явище в цілому.

Дедуція – висновок, який зроблено про деякі елементи предмету (явища) на основі знань загальних властивостей предмету (явища).

Моделювання – метод, який засновано на використанні моделі в якості засобу досліджень явищ та процесів природи.

Методи емпіричного (експериментального) дослідження.

Спостереження – систематичне, цілеспрямоване сприйняття об'єкту. Спостереження дозволяє отримати первинну інформацію про об'єкт у вигляді емпіричних стверджень.

Порівняння – встановлення подібності або відмінностей в об'єктах, що досліджуються. Дозволяє отримати якісний результат дослідження. Порівняння об'єктів з еталоном дозволяє отримати кількісні характеристики (вимірювання).

Вимірювання – визначення чисельного значення деякої величини за допомогою одиниці вимірювання. В процесі вимірювання повинні бути присутніми: об'єкт вимірювання, еталон, прилади для вимірювання, метод вимірювання.

Експеримент – вивчення об'єкта, коли дослідник цілеспрямовано впливає на нього шляхом створювання штучних або природних умов для виявлення відповідних властивостей. Експеримент дозволяє отримати найбільш достовірну і точну інформацію про об'єкт.

Експеримент, що проводиться на реальних об'єктах і моделях, є одним з основних методів дослідження. При цьому необхідно відокремити два основних напрямки дослідження:

- 1) вивчення кінетики процесу;
- 2) всебічне вивчення об'єктів, які отримані в ході експерименту.

Дана дисципліна уділяє значну увагу методам експериментального дослідження.

Вибір методу експериментального дослідження буде залежати від ряду факторів:

- мети та задач дослідження, що проводиться;
- напрямку (конкретної наукової галузі) дослідження тощо.

1.5.4 Методи експериментального дослідження

При експериментальному дослідженні процесів на практиці використовується достатньо широка гамма напрямків наукових досліджень та методів в залежності від мети та задач, що вирішуються.

Методи, що використовуються у цій галузі досліджень можна розділити на наступні групи [4, 5]:

1. Механічні та технологічні методи випробувань для дослідження міцності, пластичності, здатності до деформації, в'язкості, характеру руйнування, твердості і зносостійкості. Чисельні значення характеристик, що отримані в результаті досліджень (випробувань), частіше усього використовують для аналізу технологічних властивостей конструкцій та матеріалів.

2. Хімічні та фізичні методи досліджень складу та структури матеріалу, а також визначення його стійкості до агресивного середовища.

3. Методи дослідження тонких шарів поверхні та об'єму. Об'єктами досліджень є спеціально приготовлені зразки. Найбільше використання отримали: мікроскопія, рефрактометрія, рефлектометрія, спектроскопія, оже-спектроскопія, радіоспектроскопія, рентгенографія, радіографія тощо.

Мікроскопія – галузь дослідження, яка дозволяє визначити властивості об'єктів шляхом отримання дуже збільшених зображень малих об'єктів, які ми не бачимо неозброєним оком. Головним інструментом при проведенні досліджень є мікроскоп. На практиці при проведенні досліджень знайшли використання наступні види мікроскопів:

- **інтерференційний** – оптичний мікроскоп для спостереження прозорих об'єктів по методу інтерференційного контрасту (може, використовуватися, наприклад, для дослідження залишкових напружень в об'єктах з прозорих скла та ситалів;

- **іонний** – мікроскоп, в якому для отримання зображення використовується пучок іонів;

- **металографічний** – оптичний мікроскоп для спостереження різноманітних поверхонь в світлі, що відбивається, та використовується для дослідження мікроструктури матеріалів;

- **оптичний** – мікроскоп для спостереження мікрооб'ємів за допомогою світлових променів;

- **люмінесцентний** – мікроскоп, дозволяє спостерігати люмінесценції мікрооб'єму, що досліджується;

- **поляризаційний** – оптичний мікроскоп, який використовує зміни в поляризації світла, що пройшло крізь об'єкт або відбилося від нього;
- **проекційний** – оптичний мікроскоп, який призначено для проектування зображення мікроскопічних об'єктів;
- **ультрафіолетовий** – мікроскоп для дослідження мікрооб'єктів в ультрафіолетових променях;
- **електронний** – мікроскоп, у якому для отримання зображення використовують пучок електронів.

Рефлектометрія – сукупність методів вивчення поверхні твердих тіл по відбиттю нею світлового потоку.

Рефрактометрія – розділ оптики, який присвячено методам та заходам вимірювання показника приломлення світла в рідині (використовується для вивчення зміни властивостей внутрішніх об'єктів оптичнопрозорих матеріалів).

Спектроскопія – розділ фізики, який вивчає випромінювання спектрів електромагнітного випромінювання.

Оже-спектроскопія – метод спектроскопії, у якому вимірюються енергії та інтенсивності електронів, що випромінюються з атомів при оже-ефекті (процес, який включає в себе заповнення електроном вакансії, яка виникла на внутрішньому рівні енергії атомів, передачу виділеної при цьому енергії електрону, який розташовано на другому, вище розташованому рівні та виліт цього електрону з атому).

Спектрометрія – розділ фізики, який присвячено теорії та методам вимірювання спектрів. Для отримання спектрів речовин є велика кількість приладів (спектрометри, спектрографи, спектрофотометри, спектроскопи тощо).

Радіоспектроскопія – сукупність методів дослідження побудови речовини, які засновані на резонансному поглинанні радіохвиль.

Радіографія – метод дослідження структури об'єктів шляхом отримання їх зображення за допомогою власного або наведеного радіоактивного випромінювання, а також просвічування випромінюванням зовнішнього джерела.

Рентгенографія – сукупність методів дослідження фазового складу та будови речовини, які засновані на вивченні розсіювання рентгенівського випромінювання, яке проходить крізь матеріал, що досліджується.

При проведенні досліджень для визначення хімічного складу, структури речовини широко використовується – **аналіз**. На практиці знайшли використання:

- **рентгеноструктурний аналіз**, який дозволяє дослідити структуру речовини та засновано на дифракції рентгенівських променів;
- **рентгеноспектральний аналіз** – дозволяє визначити хімічний склад речовини по характеристичному рентгенівському спектру його атомів;
- **спектральний аналіз** – для визначення хімічного або ізотопного складу речовини шляхом аналізу його спектрів;

– **люмінесцентний аналіз** – метод дослідження різноманітних об'єктів, який засновано на реєстрації їх люмінесценції;

– **рентгенорадіометричний аналіз** – визначає хімічний склад речовини та засновано на реєстрації рентгенівського випромінювання, яке виникає при взаємодії випромінювання радіоізотопного джерела з атомами речовини;

– **активаційний аналіз** – визначення хімічного складу речовини за допомогою реєстрації випромінювання радіоактивних ізотопів, які виникають при опромінюванні речовини ядерними частинками.

4. Методи контролю, що не руйнують – засновані на взаємодії різних форм енергії з матеріалом. Вони використовуються для визначення виду, величини та частоти розташування дефектів. Найбільше використання знайшли наступні методи контролю, що не руйнують: радіографічний, електричний, акустичний, магнітний, термічний, потенціометричний, ультразвуковий та інші.

5. Фізичні методи для визначення властивостей матеріалів: механічних, електричних, теплових, оптичних, магнітних та інших.

6. Методи для дослідження напружено-деформаційного стану матеріалів та конструкцій. Ці методи поділяють на:

– механічні (як правило потребують руйнування конструкцій), до яких відносять: чисто механічні, оптико-механічні, тензометричні та інші;

– фізичні (не потребують руйнування конструкцій або матеріалу та засновані на визначенні зміни властивостей тіла в залежності від його напружено-деформаційного стану), до яких відносять: рентгенівський, ультразвуковий, магнітний, вимірювання твердості та інші.

1.5.5 Вибір обладнання, пристроїв, вимірювальної апаратури та інструменту для проведення досліджень

Необхідно, щоб вибране або сконструйоване обладнання для досліджень, точність вимірювальної апаратури дозволяли отримувати потрібну інформацію, яка б відповідала заданій достовірності результату. Більш висока точність вимірювань веде до додаткових витрат коштів на експлуатацію обладнання та збільшення часу на повторення дослідів. У кожному конкретному випадку необхідно знаходити раціональне зерно, золоту середину. Ефективність експериментальних досліджень багато в чому буде залежати і від правильного сполучення кількості натурних досліджень (на реальних об'єктах) і на моделях. Цей етап підготовки досліджень повинен бути ретельно продуманий та обґрунтований.

1.5.6 Проведення досліджень, аналіз похибки апаратури та методу досліджень

Будь-який результат досліду містить похибку, тому завжди проводять серію дослідів (бажано, щоб кожна серія мала на менше десяти дослідів). Для кожного дослідів розраховують відносну та абсолютну похибки. Серія дослідів повинна бути однорідною, тобто усі вони повинні проводитися при незмінних основних умовах, на одних і тих же приладах та обладнанні, одними і тими ж експериментаторами та в одні строки. Коли перераховані умови порушені, то зміни від випробування до випробування повинні бути враховані та включені до аналізу, як основний фактор. Необхідно враховувати, хоча це і не завжди вдається, зовнішні (побічні, випадкові) фактори. Поділ факторів на основні та випадкові – умовний. Головне, що б фактори одноразово встановлені, не змінювалися в межах однієї серії дослідів.

При проведенні дослідів необхідно фіксувати як кількісні, так і якісні ознаки. Кількісні ознаки – основа для наступної математичної обробки експерименту. В основі кількісної ознаки лежить вимірювання – визначення фізичної величини дослідницьким шляхом за допомогою спеціальних технічних засобів. Основні метрологічні показники вимірювальних приладів: діапазон вимірювань, ціна поділки, погрішність вимірювання, збіжність результатів вимірювань та здатність їх до відтворювання, чутливість та точність вимірювань. Величина того або іншого параметру, що отримана, в результаті проведення дослідів завжди випадкова величина, яка відрізняється від істинного значення. Отримане відхилення – погрішність спостереження, яке теж є випадковою величиною. Розрізняють: похибка вимірювального приладу та погрішність результату вимірювання.

Похибка вимірювальних приладів може бути пов'язана з:

- а) недосконалістю їх конструкції;
- б) неточністю їх виготовлення;
- в) зносом при експлуатації;
- г) недостатнім досвідом експериментатора при підготовці приладу до вимірювання та його експлуатації;
- г) невірно вибрано діапазон вимірювання шкали приладу.

Погрішність результату вимірювань дорівнює сумі похибок величин, що вимірюються, по яким розраховується остаточний результат. Тому разом з результатом вимірювань завжди повинна вказуватися погрішність вимірювань.

Погрішність реального результату містить похибки:

- а) систематичні – залишаються постійними на протязі усієї серії дослідів або закономірно змінюватися;
- б) випадкові – змінюються при кожному вимірюванні (можуть бути позитивними або негативними).

Систематичні похибки не піддаються математичній обробці, тому їх необхідно виявити та усунути. Випадкові похибки можна виявити методами математичної статистики.

1.5.7 Вибір засобів обробки експериментальної інформації

Отримані в результаті проведення експерименту дані піддаються якійсь та кількісній обробці. Результатом якісної обробки експериментальних даних може бути встановлення істинного характеру залежності між змінними, що вже є, та отримання емпіричних формул залежностей, що досліджуються.

При математичній обробці результатів експерименту вирішується задача про представлення результатів спостережень у вигляді простих формул, які б дозволяли проводити інтерполяцію.

У загальному випадку методи обробки результатів експерименту поділяють на:

а) графічні, які полягають в побудові графічних залежностей між величинами, що досліджуються, по дослідним точкам з наступним визначенням рівняння залежності між ними, як рівняння деякої кривої в вибраній системі координат;

б) аналітичні;

в) статистичні – дозволяють встановити вплив похибок спостережень (в основному випадкових) на точність завершального результату експерименту.

Завершальний етап експериментальних досліджень включає обробку, аналіз та узагальнення отриманих результатів експерименту. Для обробки використовують усі матеріали, які отримані при проведенні досліджень:

- результати вимірювань;
- описання розвитку процесів;
- закономірності, які спостерігаються під час дослідів, можливі відхилення та їх причини – явні та ті, що припускаються;
- нові фактори, які були не передбачені при плануванні експерименту;
- зразки, які отримані у ході експерименту та зруйновані фрагменти після механічних та інших випробувань;
- фотографії явищ, які були зафіксовані під час проведення експериментів, а також зразків отриманих в ході експерименту та зруйнованих фрагментів після механічних та інших випробувань;
- графіки, які отримані за експериментальними даними;
- матеріали інформаційно-патентного пошуку та інше.

На завершальному етапі експериментальних досліджень:

– спочатку знаходять функціональні зв'язки між експериментальними даними, що отримані, і які можуть бути представлені в вигляді таблиць або графіків;

– після відповідної обробки ці дані вивчають з метою встановлення (розкриття) можливих закономірностей у розвитку процесу, що досліджується, його зв'язок та взаємодія з супутніми явищами;

– після встановлення функціональних зв'язків між окремими параметрами, переходять до аналізу процесу у цілому, його теоретичного

узагальнення та вираження дослідницьких закономірностей емпіричними формулами.

При аналізі процесу в багатьох випадках є корисними матеріали, які отримані попередніми дослідниками (матеріали інформаційно-патентного пошуку).

В залежності від мети, що поставлена, задач, що вирішуються, та методів, що використовуються, наукові дослідження поділяють на три групи:

- 1) пошукові теоретичні;
- 2) цілеспрямовані фундаментальні;
- 3) прикладні.

При проведенні експериментальних досліджень в галузі будівництва в основному маємо справу з прикладними дослідженнями.

1.5.8 Ефективність проведення дослідів, витрат часу та заходів

Ефективність проведення дослідів, витрат часу та заходів повинно відповідати правилу – невиправдане використання приладів, що мають дуже велику точність, вартість, планування завищеної кількості дослідів веде до збільшення часових та матеріальних витрат.

2 Методи дослідження поверхні

В будівництві в якості конструкційних матеріалів часто застосовуються металеві конструкції, скло і ситали. Для забезпечення заданих технічних вимог (корозійна стійкість, зносостійкість, тонування тощо) на їх поверхню наносять відповідне покриття.

В основі таких процесів лежать топохімічні реакції, тобто реакції на поверхнях твердих тіл та між ними. Тому для отримання якісного покриття важливу роль буде відігравати стан поверхні:

- мікрошорсткість;
- якість очищення поверхонь;
- фізико-хімічні властивості поверхні та приповерхневого шару матеріалів.

2.1 Дослідження мікрошорсткості поверхні

Мікрошорсткість поверхонь (рис. 2.1) чинить значний вплив на якість з'єднання покриття з основою.

Основні параметри шорсткості поверхні твердого тіла наведені нижче.

1. R_a – середнє арифметичне відхилення профілю, *мкм*;

$$R_a = \frac{1}{l} \cdot \int_0^l |y| \cdot dx, \quad (2.1)$$

де l – довжина базової лінії *m-m*;

y – координата (величина) виступу (западини) відносно базової лінії *m-m*.

2. R_z – висота шорсткості профілю по 10 точкам (5-ть найбільших виступів та 5-ть найбільших западин профілю, (рис. 2.1)):

$$R_z = \frac{\sum_{i=1}^5 |H_{i\max}| + \sum_{i=1}^5 |H_{i\min}|}{5}, \quad (2.2)$$

або

$$R_z = \frac{\sum_{i=1}^5 |h_{i\max}| - \sum_{i=1}^5 |h_{i\min}|}{5}. \quad (2.3)$$

В загальному випадку величина R_z складає 10 – 300 *мкм* (1 – 5 класи шорсткості) та 0.025 – 0.1 *мкм* (13 – 14 класи шорсткості), а величина R_a складає 0.02 – 3 *мкм* (6 – 12 класи шорсткості).

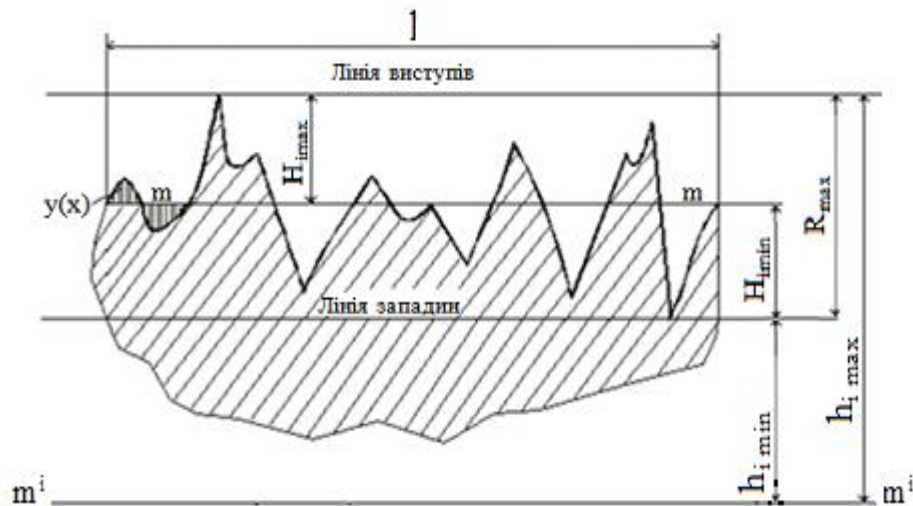


Рисунок 2.1 – Профіль мікросорсткості поверхні твердого тіла (профілограма)

3. R_{max} – найбільша висота шорсткості профілю (рис. 2.1).

Для дослідження мікрогеометрії поверхні використовують: профілографи, профілометри, профілографи-профілометри.

Одним з найефективніших засобів визначення шорсткості поверхонь є використання профілографів-профілометрів, які відрізняються конструкцією та методом відображення параметрів, що вимірюються.

В загальному випадку, частіше всього, використовується два способи реєстрації мікросорсткості:

- 1) цифрове відображення інформації на електронному табло у вигляді величини параметру, що вимірюється, наприклад, R_a ;
- 2) шляхом запису профілограми у прямокутній системі координат, R_z .

На практиці широко використовується профілограф-профілометр типу А1 моделі 252, котрий є високочутливим приладом і призначений для виміру в лабораторних умовах шорсткості та хвилястості поверхонь твердих тіл, переріз яких в площині виміру є прямою лінією.

Профілограф-профілометр типу А1 моделі 252 можна використовувати для роботи в якості:

- а) профілографа;
- б) профілографа при запису профілю, що вимірюється, з використанням фільтрів відсікання кроку;
- в) профілометра.

Конструкція та робота приладу. Прилад складається з окремих блоків (рис. 2.2): стійки 1; мотопривода 2; датчика 3; гвинта 4; предметного столика 5 (з Т-подібними пазами), що дозволяє переміщувати деталі, що вимірюються, в двох взаємоперпендикулярних напрямках; 6 – зразок, що досліджується; блоку живлення 7 з кнопкою, що включає прилад; вимірювального блоку 9; рахунково-вирішувального блоку 8; приладу, що записує 10.

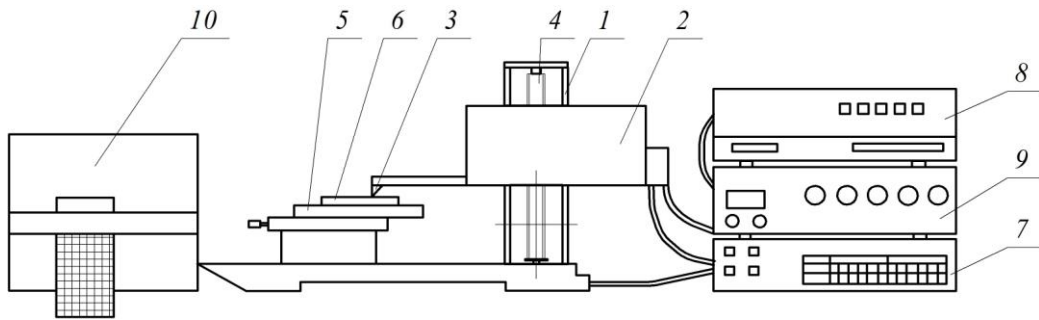


Рисунок 2.2 – Профілограф-профілометр типу А1 моделі 252

Для встановлення датчика на поверхню, що вимірюється, мотопривод за допомогою ходового гвинта, переміщується по напрямним стійкам.

Підсилення і перетворення електричного сигналу з датчика, а також управління роботою приладу відбувається за допомогою блоку живлення та блоку вимірювання, які пов'язані з мотоприводом та рахунково-вирішувальним блоком з'єднувальними кабелями.

Рахунково-вирішувальний блок призначений для обробки електричних сигналів і видачі результатів вимірювання на цифровий відліковий пристрій та прилад, що записує. Прилад, що записує, призначений для запису на діаграмну стрічку результатів вимірювання шорсткості поверхні, що досліджується.

Робота профілографа-профілометра типу А1 моделі 252 заснована на принципі ошупування нерівностей поверхні, що досліджується, алмазним щупом датчика і перетворення коливань щупа, що при цьому виникають, в зміну напруги, яка пропорційна виникаючим коливанням (рис. 2.3). Магнітна система датчика складається з зведеного Ш-подібного осердя 3 з двома котушками 2 і якоря 5, який гойдається на опорі 6. Котушки датчика утворюють міст, який живиться від генератора 4, який має частоту 10 кГц. При русі датчика, алмазна голка 1 ошупує нерівності поверхні та призводить до коливань якоря 5. Коливання якоря змінює повітряні зазори між якорем та сердечником, що веде до зміни індуктивності котушок датчика, котрі в свою чергу змінюють напругу на виході моста. Зміна напруги відбувається пропорційно величинам мікрошорсткості поверхні, що досліджується.

Переміщення датчика по поверхні, що досліджується, відбувається за допомогою мотоприводу 7, який з'єднується з блоком живлення 9. Сигнал з датчика потрапляє на вхідний підсилювач вимірювального блоку і обробляється в рахунково-вирішувальному блоці 8.

При роботі приладу в якості профілографа, перемикач роду роботи встановлюється в положення „ЗП”. Перемикач вертикального збільшення можна встановлювати в одне з 9 положень від 200 до 100000 *крат*. Кнопка „Пуск” вмикає електродвигун переміщення датчика і починається вимірювання.

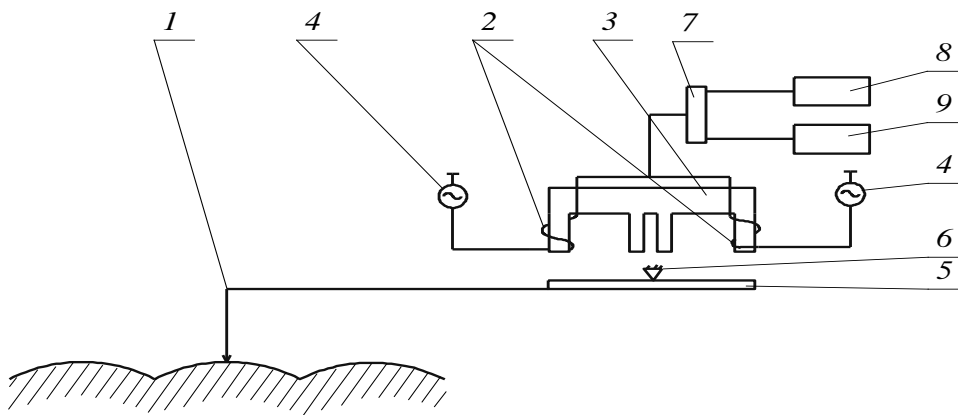


Рисунок 2.3 – Принципова схема профілографа-профілометра типу А1 моделі 252

Сигнал з датчика надходить на вхідний підсилювач до виходу якого підключено дільник, що визначає вертикальне збільшення.

2.2 Дослідження якості очищення поверхонь

Якість очищення поверхонь має велике значення при нанесенні покриттів на поверхні конструкцій.

Практичне використання різних методів визначення якості очищення поверхонь показало, що для отримання достовірних, повноцінних результатів необхідно застосувати в експерименті декілька методів (тобто три, чотири і т.д.) для вирішення поставленої задачі.

Для визначення якості очищення поверхонь необхідно використовувати комплекс критеріїв, наприклад:

- здатність поверхні матеріалу після очищення до змочування дистильованою водою, методом розриву водної плівки, де визначається час розриву водної плівки t_p [10];
- здатність поверхні матеріалу після очищення до змочування дистильованою водою, яке визначається по крайовому куту змочування θ_w , методом лежачої краплі [11];
- зміна ваги зразків, забруднених контрольованим складом, до та після очищення (ΔM);
- візуальний огляд контрольованої поверхні неозброєним оком та за допомогою мікроскопа (наприклад, МБС-9) при збільшенні $\times 16$, $\times 100$;
- зміна мікросорсткості (для виявлення залишкового забруднення на контрольованій поверхні та можливого її розтравлення хімічними розчинами).

При виборі оптимального варіанту очищення перед початком досліджень проводять забруднення контрольованим складом попередньо очищених зразків.

Оцінка здатності поверхні матеріалу після очищення до змочування дистильованою водою за методом розриву водної плівки проводиться шляхом визначення часу t_p через який відбудеться руйнування водної плівки на

поверхні зразка після його занурення у дистильовану воду (добре очищення, коли водна плівка не руйнується на протязі 60 с та більше після витягнення зразка з води).

Визначення здатності поверхні матеріалу після очищення до змочування дистильованою водою, може визначатися і по крайовому куту змочування $\theta_{ш}$ методом лежачої краплі.

Розрізняють істинний θ та статичний $\theta_{ш}$ краєві кути змочування (рис. 2.4).

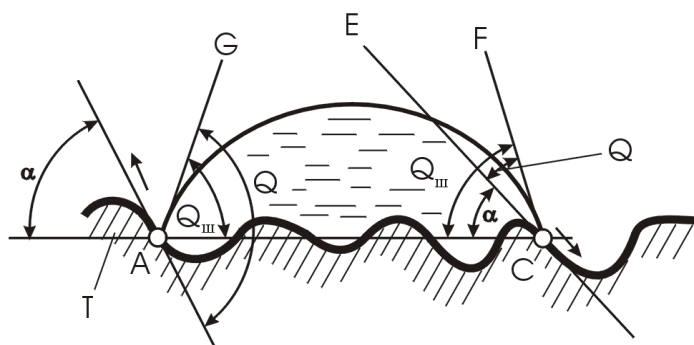


Рисунок 2.4 – Крапля на шорсткій твердій поверхні

Істинний θ крайовий кут змочування (кут ECF) – кут нахилу поверхні рідини до поверхні твердого тіла в точці на лінії змочування. Звичайні методи не дозволяють його виміряти. Фактично вимірюють кут нахилу поверхні рідини до площини, на котру проєціюють профіль твердої поверхні (кут GAC) – статичний $\theta_{ш}$ крайовий кут змочування, який ще називають макроскопічним крайовим кутом або макрокрайовим кутом. Локальну мікроскорсткість поверхні твердого тіла характеризують крутизною мікрорельєфу (кут α , рис. 2.4) – кут нахилу різних ділянок твердої поверхні до горизонтальної площини.

Макроскопічний крайовий кут змочування $\theta_{ш}$ (у подальшому просто крайовий кут) завжди відраховується від дотичної AG (рис. 2.4) в бік рідини. Вершина крайового кута знаходиться в точці A.

Розрізняють рівноважні та нерівноважні кути змочування. Для кожної системи при даних зовнішніх умовах рівноважний кут змочування має одне визначене значення (стан термодинамічної рівноваги кута). Для досягнення стану термодинамічної рівноваги кута після нанесення краплі на тверду поверхню потрібен деякий час.

В залежності від значень рівноважного крайового кута можуть бути три основних випадки:

а) незмочування (погане змочування) – крайовий кут тупий ($180^\circ > \theta_{ш} > 90^\circ$, наприклад вода на парафіні);

б) змочування (обмежене змочування) – крайовий кут становить $90^\circ > \theta_{ш} > 0^\circ$ (наприклад, вода на металі, що покритий шаром оксиду), у загальному випадку, чим краще очищена поверхня металу, при інших рівних умовах, тим краще змочування і менший крайовий кут змочування;

в) повне змочування – крайовий кут не встановлюється, тобто вода розтікається по поверхні, в тонку плівку (ртуть на поверхні свинцю, яка очищена від шару оксиду).

При визначенні зміни ваги зразків до та після очищення вимір ваги можна проводити на рівноплечих вагах (наприклад, моделі ВЛР-200), які мають ціну поділки шкали 1 мг, ціну поділки ділильного приладу – 0.05 мг, погрішність виміру маси по шкалі – не більш 0.15 мг.

Ефективність очисної дії миючого засобу оцінюється параметром ΔM :

$$\Delta M = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \cdot 100\% , \quad (2.4)$$

де m_1 , m_2 , m_3 – відповідно маси зразків до забруднення, після забруднення та після очищення, г.

Величина $a_1 = m_2 - m_1$ відповідає вазі нанесеного забруднення, а величина $a_2 = m_2 - m_3$ відповідає вазі змитого забруднення. В загальному випадку повне очищення зразка відбувається при умові $a_1 = a_2$. Співвідношення $a_1 > a_2$ свідчить про наявність на поверхні забруднень, а $a_2 > a_1$ про зменшення попередньої ваги зразка, що може бути результатом розтравлювання його поверхні.

Зміну мікросорсткості можна визначати за допомогою профілограф-профілометра (наприклад, типу А1 моделі 252). Для кожного зразка повинен проводитися вхідний контроль після механічної обробки та попередньої очистки на визначення параметру R_a поверхні, що досліджується.

Визначається зміна мікросорсткості поверхні, що контролюється, після хімічного очищення – ΔR_a :

$$\Delta R_a = \frac{R_{a_2} - R_{a_1}}{R_{a_1}} \cdot 100\% , \quad (2.5)$$

де R_{a_1} і R_{a_2} – середнє арифметичне відхилення профілю поверхні, відповідно, до забруднення та після очищення.

При аналізі отриманих результатів треба мати на увазі, що при $R_{a_2} < R_{a_1}$ може свідчити про витравлювання мікроступів поверхні зразка.

Про якісне очищення поверхні зразків можуть свідчити наступні результати:

- $\Delta M \geq 100\%$;
- $t_p \geq 60$ с;
- $\Delta R_a \rightarrow 0$ (повне очищення без витравлювання);
- $\theta_u \rightarrow 0$;
- відсутність мікрочастинок забруднень на поверхні, що контролюється, в полі зору окуляра мікроскопа (x100).

2.3 Дослідження фізико-хімічних властивостей поверхні та приповерхневих шарів

Знання фізико-хімічного складу та окислювально-відновних властивостей поверхонь, на які наносять покриття, дозволяє спрогнозувати імовірність утворення якісного щеплення покриття з основою.

Властивості поверхні та приповерхневих шарів можна поділити на дві групи:

- 1) властивості, що вже закладені в природі речовин;
- 2) властивості, які здобула речовина під час попередньої обробки (різання, шліфування, полірування, хімічне очищення тощо).

Механічна обробка металевих поверхонь, як правило, веде до їх наклепу. Очищення поверхонь тіл може привести до їх розтравлення і, як наслідок, до зміни мікрошорсткості, фізико-хімічного складу і окислювально-відновних властивостей (наприклад, для скла і ситалів їх приповерхневий шар, який складається з оксиду кремнію, в результаті впровадження іонів алюмінію набуває кислотних властивостей, оксид кремнію стає більш кислим).

Зміна механічних властивостей, хімічного складу поверхні та приповерхневих шарів може привести до погіршення якості схоплення покриттів з основою.

Взагалі всі методи дослідження поверхні та приповерхневого шару можна поділити на групи:

- 1) якісні методи;
- 2) якісно-кількісні методи;
- 3) кількісні методи.

На практиці найбільше використання знайшли якісно-кількісні методи визначення властивостей поверхні та твердого тіла в цілому.

До фізичних методів дослідження поверхні тіл відносять:

- емісійні методи аналізу;
- зондування поверхні швидкими електронами;
- зондування поверхні повільними електронами;
- зондування поверхні електромагнітним випромінюванням;
- зондування поверхні іонними та молекулярними пучками тощо.

Для попереднього дослідження властивостей поверхні твердих тіл можна використовувати метод крайового кута змочування. Крайовий кут змочування поверхні твердого тіла залежить від багатьох факторів: природи матеріалу, на який нанесено краплю, попередньої хімічної обробки поверхні, мікрошорсткості поверхні, ступеня забрудненості поверхні, ступеня кислотності (основності) поверхні, величини краплі, часу вимірювання крайового кута змочування після нанесення краплі на поверхню тощо. Так, використання крайового кута змочування дозволяє оцінити ступінь кислотності (основності) поверхні твердого тіла, шляхом нанесення кислих (основних) рідин на поверхню твердого тіла – це якісний метод дослідження.

Розглянемо методи, що можуть використовуватися для дослідження поверхонь та приповерхневих шарів.

2.3.1 Емісійні методи аналізу

На практиці використовуються наступні емісійні методи аналізу поверхні:

- термоелектронний;
- термоелектронна емісійна мікроскопія;
- метод контактної різниці потенціалів;
- метод поверхневої іонізації;
- метод термічної десорбції;
- метод екзоелектронної емісії;
- метод автоелектронної емісії.

Розглянемо сутність деяких з цих методів. Загальна особливість цих методів полягає в тому, що досліджуються частинки (електрони, іони), які вийшли з поверхні тіла, що досліджується, під впливом збудження поверхні, наприклад, нагрівом в вакуумі.

Термоелектронний метод. В основі термоелектронного методу (ТЕМ) лежить явище термоелектронної емісії (ефект Річардсона), тобто випускання електронів твердими тілами в результаті теплового збудження. Для виходу за межі тіла (емітера) в вакуум електрони повинні подолати потенційний бар'єр на поверхні цього тіла – виконати певну роботу виходу Φ (eV). Робота виходу Φ є найважливішою характеристикою поверхні твердого тіла, яка знаходиться в залежності від термоемісії та вторинної емісії. Робота виходу Φ визначається мінімальною енергією, яка необхідна для виходу електрона з твердого тіла до вакууму, де електричне поле практично дорівнює нулю і залежить від:

- атомної та електронної структури твердого тіла в об'ємі і на поверхні;
- структурного та фізико-хімічного стану поверхні твердого тіла;
- дефектів структури поверхні;
- природи та кількості адсорбованих домішок (наприклад, кисень, галогени, метали з Φ більшою, ніж Φ основи, збільшують роботу виходу);
- атомного радіусу;
- атомного номеру;
- першого потенціалу іонізації атома;
- коефіцієнта стиснення;
- енергії кристалічної решітки;
- електронегативності;
- теплоти адсорбції;
- енергії міжатомної взаємодії;
- енергії високотемпературного окислення [7].

Є багато методів для вимірювання роботи виходу, які поділяють на:

- методи, які дозволяють визначити абсолютну роботу виходу;
- методи, які дозволяють виміряти тільки різницю $\Delta\varphi$ відносно

еталонного стану поверхні.

Одна з головних характеристик твердого тіла по відношенню до термоелектронної емісії є густина термоелектронного струму насичення при заданій температурі. По методу термоелектронного струму робота виходу визначається по густині струму j , температурі та за допомогою формул і номограм визначається робота виходу.

Будова термоелектронних приладів (ТЕП). До складу ТЕП входять:

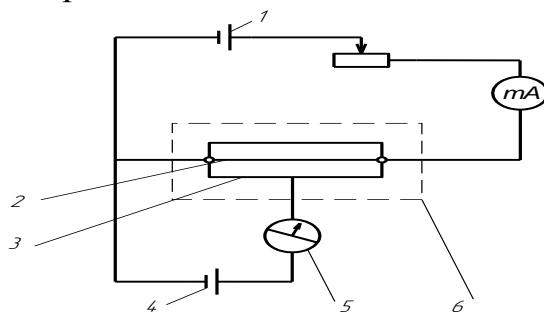
- вакуумний пост;
- робоча камера з експериментальним зразком;
- блок нагріву зразка;
- системи реєстрації струму та температури.

Різні ТЕП мають у більшості однаковий принцип вимірювання струму, однак відрізняються:

- способами нагріву;
- способами вимірювання температури;
- формою та розмірами зразків;
- конструктивними особливостями катодного та анодного блоків.

Принципова електрична схема простішого ТЕП зображена на рисунку 2.5. У вакуумній камері 6 катод 2 оточено колектором електронів (анодом 3). Катод нагрівають до потрібної температури струмом нагріву від джерела 1. Між катодом та анодом створюється невелике електричне поле за допомогою джерела напруги 4.

Потік електронів (термоелектронний струм) з катода до аноду вимірюється гальванометром 5. Струм насичення визначають по графіку залежності струму емісії від різниці потенціалів між катодом та анодом.



- 1 – джерело розжарювання катода; 2 – катод (полікристалічний зразок у вигляді дротика); 3 – анод-колектор; 4 – джерело напруги;
5 – гальванометр; 6 – вакуумна камера

Рисунок 2.5 – Принципова електрична схема приладу для вимірювання термоелектронного струму

Метод термоелектронної мікроскопії. Метод термоелектронної мікроскопії (ТЕЕМ) має багато спільного з електронною мікроскопією, але відрізняється тим, що:

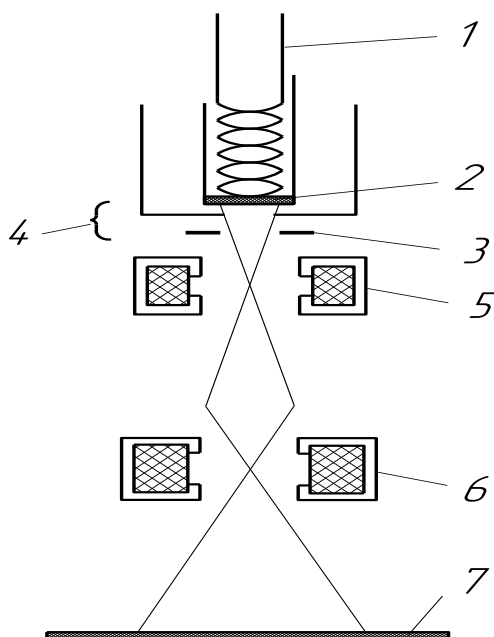
– при ТЕЕМ зразок служить джерелом електронів, які формують зображення його поверхні, а в електронній мікроскопії зразок, що досліджується, бомбардується зовнішніми (первинними) електронами;

– при ТЕЕМ, як правило, контраст зображення не залежить від стану рельєфу поверхні, що досліджується (контраст зображення залежить від кількості електронів, які емітуються окремими ділянками поверхні і, які мають різні кристалофізичні властивості).

ТЕЕМ використовують для структурних досліджень (вивчення рекристалізації, росту зерен, рухливості границь кристалів тощо).

Принципова схема ТЕЕМ зображена на рисунку 2.6.

Зразок, що досліджується, нагрівають до температур, достатніх для отримання з нього термоелектронної емісії. Катодна лінза 4, об'єктивна лінза 5 та проєкційна лінза 6 складають електронно-оптичну систему, яка фокусує в середовищі вакууму промінь електронів. Об'єктивна лінза 5 формує перше збільшення, котре потім збільшується за допомогою проєкційної лінзи 6. Можуть використовуватися електромагнітні та електростатичні лінзи.



- 1 – нагрівач; 2 – зразок (катод); 3 – анод; 4 – катодна лінза (поз. 2 і поз. 3); 5 – об'єктивна лінза; 6 – проєкційна лінза;
7 – люмінесцентний екран

Рисунок 2.6 – Принципова схема термоелектронного емісійного мікроскопа

Нагрів зразків можна проводити:

- непрямим нагрівом;
- безпосереднім пропусканням струму;
- електронним бомбардуванням.

До складу ТЕЕМ входить катодна лінза, у якої катодом є сам зразок. Електрони прискорюються і монохроматизуються за допомогою електричного поля, яке створюється між катодом і анодом. Катодна лінза колимує, фокусує промінь електронів та є об'єктивом мікроскопу й визначає його основні оптичні параметри. Оптичне розділення ТЕЕМ становить 50 – 100 нм (збільшення ділянки поверхні, що досліджується). Удосконалення оптичної системи дозволить наблизитися до роздільної здатності 10 – 15 нм (теоретичне значення).

ТЕЕМ дозволяють отримати і кількісну інформацію. Для цього у мікроскопі вимірюють локальні та інтегральні струми у площині зображення. При цьому φ окремих мікроділянок поверхні зразків, що досліджуються, визначають методом повного струму або методом прямих Річардсона.

Телевізійний спосіб побудови зображення дозволяє легко змінювати в широких межах збільшення у полі зору. При дослідженнях спочатку спостерігають всю поверхню, а потім проводять детальне вивчення вибраної ділянки зі збільшеним зображенням.

Метод контактної різниці потенціалів. Якщо два твердих провідника контактують, то між ними відбувається обмін електронами. Кількість електронів, що будуть виходити з кожного з провідників буде залежати від відповідного значення φ – від провідника з меншим значенням φ до провідника з більшим значенням φ переходить більше електронів. Цей процес буде відбуватися, поки між провідниками, що контактують, не встановиться контактна різниця потенціалів (КРП), котра буде перешкоджати подальшому переходу електронів. Провідник з меншим значенням φ отримує позитивний потенціал, а другий провідник – негативний. По зміні струму пучка електронів визначають зміну φ зразка.

Величиною термодинамічної рівноваги системи, що розглядається, буде рівність електрохімічних потенціалів (рівність рівней Фермі).

Значення КРП дорівнює різниці значень φ і для металів складає декілька вольт. По КРП метали розміщуються в так званий ряд Вольта: *Al, Zn, Sn, Cd, Pb, Sb, Bi, Hg, Fe, Cu, Ag, Au, Pt, Pd*.

Кожен метал цього ряду при контакті з металом, що стоїть попереду, отримує позитивний потенціал.

На КРП впливає:

- температура;
- поверхневі рівні енергій;
- прошарки різних речовин на поверхні;
- адсорбовані гази;

- зміна рівней Фермі в результаті введення домішок.

Маючи на увазі фактори, які впливають на КРП метод, що розглядається, можна використовувати для:

- дослідження природи адсорбції різних речовин на поверхні твердого тіла;
- дослідження механізму окислення;
- корозійних процесів;
- каталітичної здатності різних за своєю природою поверхонь;
- визначення антифрикційних властивостей конструкційних матеріалів;
- визначення мастильних та адгезійних властивостей різних речовин;
- визначення властивостей мастил в процесі їх експлуатації.

Вимірювання КРП проводиться різними методами:

- за допомогою динамічного конденсатора (метод Кельвіна);
- за допомогою статичного конденсатора;
- за допомогою електронного пучка (метод Андерсона);
- за допомогою діода з обмеженим просторовим зарядом тощо.

По зміні струму пучка електронів визначають зміну φ зразка.

В основі **метода поверхневої іонізації** (ПІ) лежить явище виникнення термічної десорбції негативних та позитивних іонів з потоку атомів або молекул, які направлені на поверхню розпеченого металу.

Значення φ визначають по різному, наприклад, шляхом вимірювання температурної залежності струму позитивних іонів елементів, що важко іонізуються.

Метод ПІ використовують для:

- визначення потенціалу іонізації U_i ;
- визначення спорідненості атомів до електрону;
- емісійної однорідності термоемітерів;
- дифузії вуглецю в металах;
- дослідження: характеристик десорбції частинок з поверхні твердого тіла; енергії зв'язку адсорбованих частинок – теплоти випаровування атомів та іонів; залежності теплоти випаровування від ступеня покриття та від напруженості електричного поля; процесів міграції адсорбованих атомів; відбиття частинок від поверхні емітера; хемосорбції; реакцій в хемосорбованих прошарках.

Для виміру іонних потоків по методу ПІ використовують мас-спектрометри, які забезпечують можливість проконтролювати склад та величину власної термоіонної емісії зразків.

В основі **метода термічної десорбції** (ТД), який ще має назву метода "спалаху", лежить явище випаровування у вакуум з поверхні металів адсорбованих газів. У простішому випадку цього методу інформацію про

процеси ТД отримують із аналізу залежностей тиску в замкнутому об'ємі від температури зразка.

Метод ТД дозволяє визначити:

- енергію зв'язку адсорбованих молекул та атомів (або енергію активації адсорбції);
- абсолютну величину покриття поверхні адсорбованими речовинами;
- порядок кінетики процесу адсорбції.

Чутливість методу при реєстрації продуктів десорбції досягає 10^{-5} моношарового покриття адсорбенту, який десорбує у вигляді газу, та 10^{-3} моношарового покриття адсорбенту, який десорбує у вигляді конденсованої речовини при площі поверхні адсорбенту близької до 0.1 см^2 . Найбільш ефективними галузями використання ТД є адсорбція, окислення та каталіз.

Метод екзоелектронної емісії (ЕЕЕ) – ефект Крамера, як фізичний процес представляє собою нестационарну низькотемпературну емісію, яка виникає з поверхні твердих тіл внаслідок її збудження. Поверхня може бути збуджена одним із факторів:

- фізико-хімічними процесами (адсорбція, окислення, корозія, каталіз, фазові перетворення);
- зовнішні збудження (механічна обробка, активна пружно-пластична деформація, опромінювання різними видами радіації).

В порівнянні з термоемісією ЕЕЕ має малу величину струму емісії $10^{-16} - 10^{-19} \text{ А}$, тому для посилення ефекту ЕЕЕ використовують додатково постійне світлове або теплове збудження емітера, яке змінюється у часі лінійно (стимулюючі фактори).

Затухання процесу ЕЕЕ залежить від:

- матеріалу зразка, що досліджується;
- способу попередньої обробки поверхні або об'єму зразка;
- температури зразка.

Найбільш перспективні галузі застосування методу ЕЕЕ є:

- тертя;
- спрацювання;
- пластична деформація;
- адсорбція;
- десорбція;
- втомне руйнування;
- окислення;
- корозія;
- гетерогенно-католітичні реакції;
- радіаційні порушення;
- структурні та фазові перетворення.

Методи автоелектронної емісії. Автоелектронна емісія (АЕЕ) виникає, коли емітер знаходиться у зовнішньому електричному полі високої

напруженості $10^7 - 10^8 \text{ В} \cdot \text{см}^{-1}$. Емісія електронів у даному випадку є результатом тунельного проходження електронів твердого тіла крізь потенційний бар'єр на границі поверхня – вакуум і відбувається без енергетичних втрат на збудження електронів, які мають місце при інших видах емісії.

Під впливом зовнішнього поля знижується висота потенційного бар'єра, а значить зменшується робота виходу електрона (ефект Шоткі), а також змінюється форма бар'єру – підвищується його прозорість.

Найбільше використання знайшли наступні методи діагностики поверхні металів та напівпровідників:

- АЕРВ – метод автоелектронної роботи виходу;
- АЕМ – автоелектронна мікроскопія;
- АЕС – автоелектронна спектроскопія.

Метод автоелектронної роботи виходу. По методу автоелектронної роботи виходу ϕ визначається за струмом, який виникає при створенні на поверхні емітера сильного електричного поля, що прискорює.

Автоелектронна мікроскопія дозволяє отримувати якісну картину розподілу ϕ на різних гранях чистого монокристалічного емітера і вивчати змінення її значення в результаті нагріву, наплення сторонніх атомів чи десорбції газів.

Автоелектронна спектроскопія (АЕС) використовується при вивченні, головним чином, електронних процесів, які проходять при взаємодії з поверхнею металів сторонніх атомів чи молекул, наприклад при адсорбції.

Іскрова мас-спектроскопія. В основі методу іскрової мас-спектроскопії (ІМС) лежить явище розпилення та іонізації речовини у вакуумі в результаті дії електричного іскрового розряду. Якщо поміж двома електродами у вакуумі прикласти високу напругу (25 – 100 кВ), то на мікронерівностях катоду виникають локальні поля великої напруженості (наприклад, $5 \cdot 10^6 \text{ В} \cdot \text{см}^{-1}$). В залежності від чистоти та якості поверхні катоду ефективно локальне поле на ньому може збільшитися на два порядки. В результаті з центру сильних локальних полів виникає автоелектронна емісія з густиною струму до $1 \cdot 10^9 \text{ А} \cdot \text{см}^{-2}$. Сильний електронний струм призводить до розігріву окремих ділянок катоду до температури випаровування матеріалу електродів, та виділенню адсорбованих і розчинених в металі газів у вигляді пару в результаті гідродинамічного викиду з локальних ділянок.

По спектру ліній (для кожного елемента він свій) визначають вид елемента та його кількість, що знаходилася у матеріалі електроду, з якого відбулося випаровування. Абсолютна чутливість визначення елементів при ІМС досягає $10^{-11} - 10^{-12} \text{ г}$. Одночасно на фотопластинку можна зафіксувати до 70 елементів. Тому ІМС частіше використовують для визначення слідів елементів.

2.3.2 Зондування поверхні швидкими електронами та позитронами

Використовуються наступні методи:

- растрова електронна мікроскопія поверхні;
- дифракції швидких електронів;
- електронно-зондова мас-спектроскопія;
- електронно-позитронної анігіляції та інші.

Найбільше використання для дослідження поверхні знайшов метод растрової електронної мікроскопії поверхні.

Растрова електронна мікроскопія поверхні. При взаємодії швидких електронів (енергія первинних частинок $E_n > 10 \text{ кеВ}$) з твердим тілом відбуваються різні вторинні явища: ВЕЕ, гальмівне рентгенівське випромінювання, характеристичне рентгенівське випромінювання, катодолномінісценція, проходження та поглинання електронів, наведений струм тощо. Ці явища несуть інформацію про властивості поверхні матеріалу, що досліджується. Енергія та глибина виходу вторинних частинок визначається їх природою, властивостями матеріалу та енергією первинних електронів. Найменшу енергію (біля 50 еВ) і глибину виходу мають вторинні електрони, тобто електрони речовини, які отримали від первинних електронів частину їх енергії, якої достатньо для виходу зі зразка.

В растровій електронній мікроскопії поверхні (РЕМП) зображення поверхні у вторинних частинках створюється завдяки розгортці сфокусованого пучка електронів (*зонду*) на поверхні зразка, що досліджується. Пучок потрібного діаметру переміщується по зразку та розгортається в *растр*, який представляє собою сукупність близько розміщених паралельних ліній, вздовж яких пучок оббігає за період розгортки вибрану ділянку поверхні зразка. В результаті взаємодії з пучком електронів у кожній точці поверхні у відповідності з вторинними явищами виникають вторинні частинки різної природи. Ці частинки фіксуються колекторами. Сигнали, що виникають, після підсилення використовуються для моделювання локальної яскравості екрану електронно-променевої трубки (ЕПТ). При локальному вимірюванні характеристики (склад чи топографія), що досліджується, пропорційно змінюється інтенсивність сигналу, який надходить на ЕПТ, і на її екрані виникає визначений контраст. Збільшення зображення при цьому дорівнює співвідношенню розміру кадру на екрані ЕПТ і відповідних розмірів ділянки поверхні зразка, що сканується. Отримане зображення фотографується безпосередньо з екрану ЕПТ.

Основною позитивною якістю РЕМП є висока інформативність. За допомогою РЕМП можна:

- розглядати поверхню зразка з роздільною здатністю до 3 нм ($1 \text{ нм} = 10^{-7} \text{ см}$);
- отримувати зображення у вторинних частинках з корисним збільшенням до 250000;

- вивчати структуру і топографію поверхні при пошаровому стравленні;
- визначати хімічний склад на локальних ділянках при пошаровому аналізі і в процесі хімічної реакції;
- спостерігати за кінетикою росту мікрокристалів, пластичної та крихкої деформаціями, сублімацією та іншими фізичними та хімічними процесами, які відбуваються на поверхні;
- вимірювати величину магнітних полів та поверхневих потенціалів, активності центрів люмінесценції, основні характеристики напівпровідників (час життя не основних носіїв струму, глибину залягання *p-n* переходів тощо);
- отримувати електроннограмми та спектри характеристичних втрат енергії електронів тощо.

Прилади для растрової електронної мікроскопії (РЕМ). Прилади для РЕМ включають декілька самостійних вузлів:

- електронно-зондову систему;
- високовакуумну автоматизовану систему;
- відеоконтрольний прилад реєстрації;
- формування і відображення інформації, яка надходить зі зразка;
- прилад точної механіки (шлюзи, столик для зразків, пристрій для механічного чи іншого збудження зразків);
- спеціалізований аналізатор чи прилад зв'язку з ЕОМ для автоматизованого аналізу зображення чи обробки іншої інформації, яка надходить по одному чи декількох каналах зв'язку з РЕМ.

На практиці використовуються наступні види РЕМ:

- РЕМ для дослідження мікроструктури;
- РЕМ для реєстрації поверхневих потенціалів та магнітних полів;
- растровий електронний мікроскоп-мікроаналізатор;
- РЕМ з кольоровим контрастом;
- дзеркальний та низьковольтний растрові електронні мікроскопи;
- РЕМ, що просвічують;
- РЕМ з електронно-обчислювальною машиною.

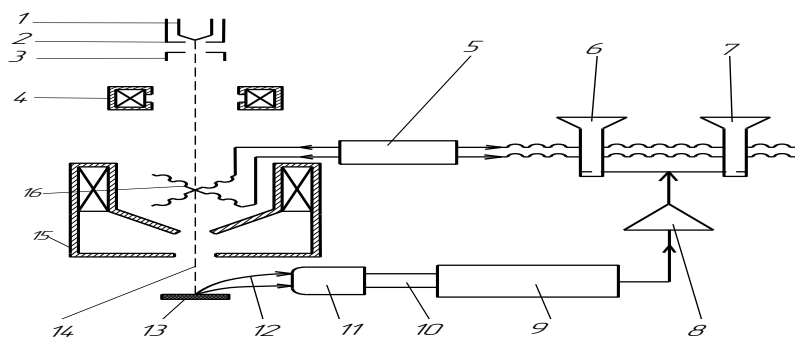
РЕМ для дослідження мікроструктури. Для створення зображення структури поверхні в РЕМ частіше реєструються пружнорозсіяні первинні електрони чи вторинні електрони.

Електронно-оптична система РЕМ (рис. 2.7) включає в себе електронну гармату, електромагнітні лінзи та котушки системи, що відхиляє. Електронна гармата являє собою трьохелектродну електростатичну лінзу, яка складається з аноду 3, електроду 2, що фокусує, та термодіємисійного катода 1, який працює при високій температурі. Катод (емітер електронів) зроблено у вигляді тонкої V-подібної вольфрамової нитки діаметром 100 мкм. Анод заземлено. Катод і електрод 2, що фокусує, який має негативний потенціал відносно катода, з'єднані з джерелом високої негативної напруги (декілька десятків кіловольт). Електрони, що імітуються катодом, прискорюються та формуються в пучок, який проходить через отвір у центрі аноду та через конденсорну 4 (може бути

дві) та об'єктивну лінзу 15, які фокусують його на поверхні зразка. Діаметр сфокусованого пучка лежить в межах від 50 мкм до 10 нм. В середині об'єктивної лінзи розміщені дві пари відхиляючих котушок 16, які з'єднані з генератором пилоподібних сигналів, які забезпечують синхронну розгортку в квадратний растр пучка електронів і променя ЕПТ.

Розгортка відбувається одночасно в двох взаємоперпендикулярних напрямках, як і у телевізійних системах, але з меншими швидкостями. Для високоякісного зображення кількість строк в кадрі повинно бути 500 – 1000, час сканування – від секунд (візуальне спостереження) до хвилин (фотографування).

Розрізняють роботу РЕМ у режимі розсіяних та в режимі вторинних електронів.



- 1 – термоемісійний катод; 2 – фотофокусуючий електрод; 3 – анод;
 4 – конденсорна лінза; 5 – регулятор збільшення; 6 – електронно-променева трубка для спостереження; 7 – електронно-променева трубка для фотографування; 8 – підсилювач; 9 – фотонно-електронний помножувач;
 10 – світловод; 11 – сцинтилятор; 12 – сигнал; 13 – зразок;
 14 – електронний пучок (зонд); 15 – об'єктивна лінза;
 16 – відхиляючі котушки

Рисунок 2.7 – Принципова схема РЕМ

2.3.3 Зондування поверхні повільними електронами, електромагнітним випромінюванням та іонами

Зондування поверхні твердих речовин повільними електронами ($E_n = 10 - 10000 \text{ eV}$) супроводжується поглинанням первинних електронів та вторинними явищами: вторинною електронною емісією, електромагнітним, у тому числі і рентгенівським випромінюванням. ВЕЕ обумовлена взаємодією та накладанням різноманітних елементарних процесів. До складу вторинних електронів крім власних вторинних електронів, тобто електронів речовини, входять не пружно та пружно розсіяні первинні електрони.

Для діагностики поверхні розроблені наступні методи зондування повільними електронами:

- дифракції повільних електронів (ДПЕ);
- електронна оже-спектроскопія (ЕОС);
- спектроскопія характеристичних втрат енергії (СХВЕ);
- інтегральні методи ВЕЕ;
- спектроскопія потенціалів, що мають поріг;
- методи, які засновані на вимірюванні коефіцієнта вторинної електронної емісії;
- метод електронно-стимулюючої десорбції;
- метод статичного скін-ефекту тощо.

На даному етапі розвитку наукових досліджень широке використання знайшов метод електронної оже-спектроскопії.

Електронна оже-спектроскопія. В основі ЕОС лежить вимірювання енергії та кількості оже-електронів, які виникають при бомбардуванні поверхні твердого тіла пучком електронів з енергією в декілька keV , які характеризують елементний склад (крім водню та гелію) перших моношарів.

Вихід оже-електронів є наслідком іонізації внутрішніх атомних оболонок (вибивання електронів з цих оболонок). При бомбардуванні поверхні матеріалу електронами з енергією, яка достатня для іонізації однієї з внутрішніх оболонок атома, виникає первинна вакансія 1 (рис. 2.8), котра миттєво (за $10^{-14} - 10^{-16} c$) заповнюється електроном, який перейшов з зовнішньої оболонки атома 2. Виникає вторинна вакансія та надлишкова енергія, яка може піти на випромінювання кванта характеристичного рентгенівського випромінювання (радіаційний перехід) чи передається електрону 3 зовнішньої оболонки атома у валентній зоні (безвипромінювальний чи оже-перехід). Цей електрон емітується у вакуум і реєструється як оже-електрон. Енергія оже-електрона E_a приблизно визначається формулою (2.6):

$$E_a = \mathcal{E}_{L_{III}} - \mathcal{E}_k - \mathcal{E}_v, \quad (2.6)$$

де $\mathcal{E}_{L_{III}} - \mathcal{E}_k$ – енергія, що звільнилася при заповненні вакансії K -оболонки електроном з L_{III} – оболонки;

\mathcal{E}_v – енергія зв'язку електрона в валентній зоні L_{III} .

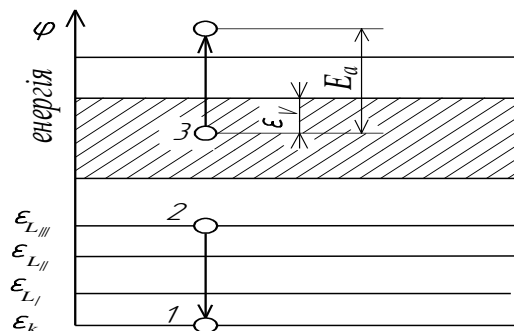


Рисунок 2.8 – Діаграма енергетичних рівнів в металі і оже-переходи

Оже-електрони на кривій енергорозподілення вторинних електронів проявляються у вигляді невеликих оже-піків при фіксованих значеннях енергії. В більшості випадків ці піки достатньо малі для надійного вимірювання, тому у всіх оже-спектрометрах, оже-піки реєструють та вимірюють не по кривим енергорозподілення, а за допомогою диференціальних кривих енергорозподілення, на котрих оже-електрони виявляються більш чітко. Енергетичне положення оже-піка визначають по положенню його мінімуму на диференційованій кривій енергорозподілення.

Спектри оже-електронів зареєстровані для усіх елементів періодичної системи Д.І.Менделєєва, за винятком водню та гелію, які не дають оже-електронів.

Щоб відрізнити оже-піки від інших, необхідно змінити енергію первинних електронів. При цьому положення оже-піків не змінюється, а інші піки переміщуються по енергетичній шкалі разом з піком, котрий відповідає пружно розсіяним електронам.

Абсолютна чутливість методу $3 \cdot 10^{-3}$ моношару 10^{-14} з, інформаційна глибина $5 - 30 \text{ \AA}$ ($1 \text{ \AA} = 10^{-8} \text{ см}$).

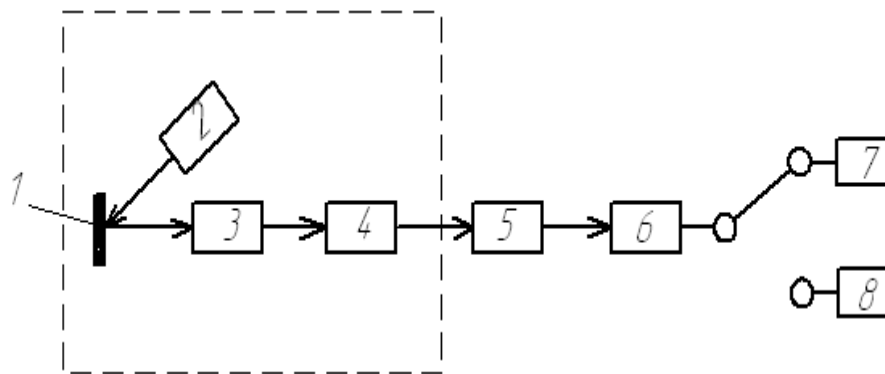
Можливо проведення пошарового аналізу при розпиленні поверхні іонами інертного газу, хімічного та кількісного аналізу з еталонуванням.

Емісія оже-електронів можлива також при збудженні поверхні іонами та рентгенівськими променями.

Сканування електронним зондом є основою методу растрової спектроскопії, який дає зображення поверхні в оже-електронах і дозволяє вивчати розподіл елементів по поверхні з високим просторовим розділенням і локальністю (до 0.1 мкм).

Оже-спектрометри. Простіший оже-спектрометр (рис. 2.9) складається з надвисоковакуумної камери, у якій розміщена електронна гармата 2, зразок 1, енергоаналізатор 3 та система реєстрації. Так як вихід оже-електронів чутливий до стану поверхні, в робочій камері оже-спектрометра повинен бути вакуум не менше $1.33 \cdot 10^{-8} \text{ Па}$. Сучасні прилади мають маніпулятори для закріплення та юстування зразка, системи для іонного бомбардування та термічного очищення поверхні зразка, прилади для шлюзування та пристрої для розламування чи розколення зразка у вакуумі.

Растровий оже-спектрометр. У таких приладах використовується електронний пучок, що сканує поверхню зразка синхронно з променем електронно-променевої трубки. Прилад працює у двох растрових режимах. Перший дозволяє візуально спостерігати топографію поверхні в поглинених електронах (для металів) чи за рахунок струму наведеної провідності (для напівпровідників). Другий режим роботи приладу дозволяє вивчати розподілення якого-небудь елемента по поверхні зразка за допомогою вторинних електронів. У серійних растрових оже-спектрометрах діаметр пучка електронів $0.01 - 300 \text{ мкм}$, корисне збільшення до декілька тисяч разів.



1 – зразок; 2 – електронна гармата; 3 – енергоаналізатор;
 4 – вторинно-електронний помножувач; 5 – передпідсилювач;
 6 – синхронний детектор; 7 – осцилограф; 8 – самописець

Рисунок 2.9 – Функціональна блок-схема оже-спектрометра

Зондування поверхні, що досліджується, може ще здійснюватися електромагнітним випромінюванням і іонними та молекулярними пучками, але ці методи знайшли менше використання.

З методів, що використовують зондування поверхні, що досліджується, електромагнітним випромінюванням слід виділити лазерну мас-спектроскопію.

Лазерна мас-спектрометрія. При використанні лазерної мас-спектроскопії поверхня зразка зондується сфокусованим променем лазера. При достатній енергії випромінювання відбувається локальний розігрів речовини, її випаровування та виникнення плазми. При мас-спектрометрії визначається склад, кількість і заряд іонів плазми, що дозволяє визначити локальний хімічний склад речовини.

В лазерній мас-спектроскопії характер взаємодії випромінювання з речовиною залежить від густини потоку та тривалості імпульсу випромінювання, які визначаються режимом роботи лазера. Випромінювання від лазера практично повністю поглинається в шарі поверхні товщиною 10^{-6} – 10^{-5} см та його енергія іде на збудження валентних електронів. За рахунок обміну енергією між електронами та кристалічною решіткою відбувається нагрів речовини зі швидкістю близько 10^{10} $K \cdot c^{-1}$. Локальний розігрів металу до температур у декілька тисяч градусів кельвіна призводить до його розплавлення та випаровування. Після виникнення достатньо глибокого кратеру та накопичення в середині його пари матеріалу великої густини формується потужний струмінь, котрий вимиває рідкий метал зі стінок кратеру. Тиск в середині кратера досягає 10^7 – 10^8 Па, тому вихід струменя пару відбувається з понад звуковою швидкістю. Кратер має форму конусу діаметром від десятків до сотень мікрометрів, а глибину від сотень мікрометрів до декількох міліметрів в залежності від енергії випромінювання та тривалості імпульсу. Ступінь іонізації (відношення кількості іонізованих атомів до

загальної кількості випарених атомів), не перевищує 1 %. Іони утворюються в основному в результаті термостійкості.

Чутливість виявлення атомів домішок складає $10^{-3} - 10^{-7} \%$ і залежить від природи матеріалу, що досліджується, та типу мас-спектрометра. Точність аналізу досягає 12 %. Розділення по глибині при пошаровому аналізі лежить в межах 0.05 – 0.5 мкм.

З методів, що використовують зондування поверхні, що досліджується, іонними та молекулярними пучками слід виділити методи: мас-спектрометрію вторинних іонів, резенфордівського зворотного розсіювання, мас-спектрометрія тліючого розряду.

Бомбардування поверхні твердого тіла пучком первинних іонів веде до емісії вторинних частинок та електромагнітного випромінювання. Вимірюючи кількість емітованих частинок, їх енергорозподілення, масу, кутове розподілення, характеристики випромінювання, вивчають склад, атомну та електронну структуру поверхні матеріалів.

Мас-спектрометрія вторинних іонів. Метод мас-спектрометрії вторинних іонів засновано на мас-спектрометричному, енергетичному та кутовому аналізі позитивних та негативних вторинних іонів, які виникають при розпиленні поверхні іонним пучком з енергією 1 – 20 кеВ.

Первинний позитивний чи негативний іон при взаємодії з поверхнею твердого тіла може зазнати пружне, непружне розсіювання, перезарядитися, адсорбуватися чи проникнути у глибину твердого тіла. В останньому випадку в результаті багатократних співударів з атомами твердого тіла іон втрачає свою енергію, нейтралізується і може чи імплантуватися до решітки, або в результаті розсіювання вилетіти до вакууму. При цьому частина атомів, що знаходилися поблизу поверхні, отримують енергію достатню для розриву міжатомних зв'язків у кристалічній решітці та покинути поверхню. Відбувається емісія нейтральних атомів (катодне розпилення) та вторинних позитивних та негативних іонів. Емісія вторинних позитивних та негативних іонів виникає лише у тому випадку, коли значення енергії первинних іонів перевищує деякий поріг.

Метод мас-спектрометрії вторинних іонів дає інформацію про елементний, ізотопний склад поверхні твердого тіла з найвищою чутливістю ($10^{-6} \text{ ат. } \%$, 10^{-14} г , 10^{-6} моношару). Можливо аналізувати будь-які елементи. По появі в мас-спектрі молекулярних та кластерних іонів можна судити про фізико-хімічний стан поверхні. Великий вплив матричних ефектів ускладнює прямий кількісний аналіз. Інформаційна глибина 5 – 15 Å. Можна проводити пошаровий аналіз.

Метод резенфордівського зворотного розсіювання. Метод резенфордівського зворотного розсіювання (РЗР) засновано на явищі зворотного розсіювання пучка первинних іонів з енергією в межах 0.1 – 5 МеВ при взаємодії його з твердим тілом. Зробивши вимірювання енергорозподілення цих розсіяних іонів можна отримати їх енергетичний спектр.

В енергетичному спектрі іонів, які зворотно розсіяні атомами матеріалу, що досліджується, міститься інформація про масу атома, з яким виникло зіткнення. Залежність енергії зворотно розсіяних іонів від маси атома лежить в основі хімічного аналізу поверхневих шарів за допомогою методу РЗР.

Метод РЗР також дозволяє визначити товщину тонких плівок. Іони, що розсіяні на зовнішній товщині плівки мають максимальну енергію E_{max} (рис. 2.10), а іони, що розсіяні від основи (матеріал зразка) мають мінімальну енергію E_{min} . При достатньо великій енергії первинних електронів E_n РЗР відбувається в результаті однократного кулонівського відштовхування ядер.

При використанні методу РЗР по енергетичним спектрам можна визначити поверхневі домішки з достатньо високою чутливістю $10^{13} - 10^{14} \text{ ат} \cdot \text{см}^{-2}$. Для визначення вмісту кисню, вуглецю та азоту чутливість знаходиться на рівні $10^{13} \text{ ат} \cdot \text{м}^{-2}$. Для визначення вмісту легких елементів чутливість знаходиться на рівні $10^{16} - 10^{17} \text{ ат} \cdot \text{см}^{-2}$.

За методом РЗР можна визначити глибину розташування домішки (до декількох десятків нм).

Для проведення аналізу використовуються відповідні спектрометри резенфордівського зворотно розсіювання.

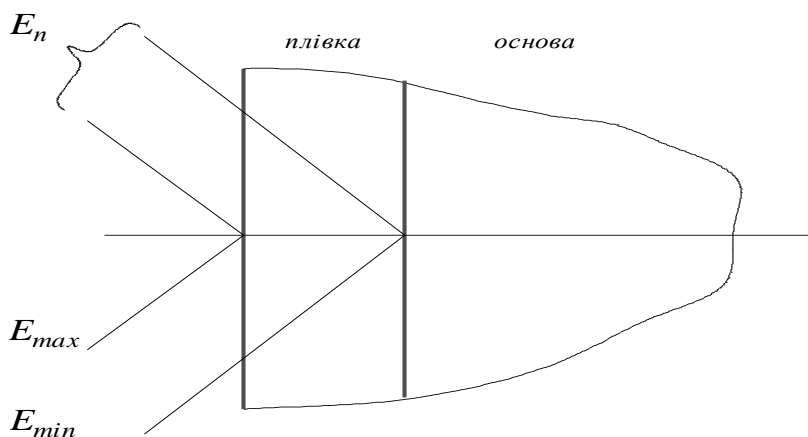
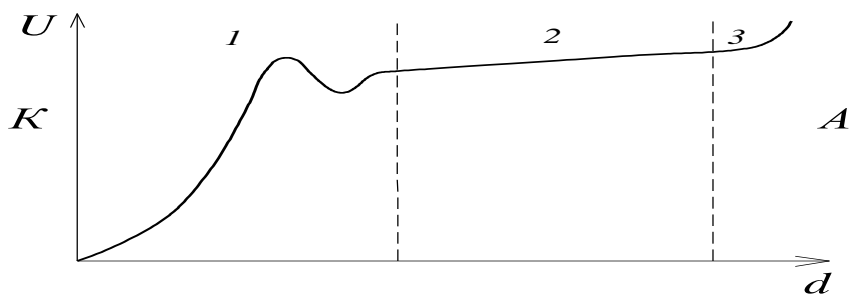


Рисунок 2. 10 – Схема розсіювання швидких іонів на зовнішній та внутрішній поверхні плівки

Мас-спектрометрія тліючого розряду. Джерелом іонів при катодному розпиленні є плазма, що утворюється при тліючому розряді у середовищі інертного газу. Тліючий розряд утворюється у вакуумі (тиск декілька Па) між катодом та анодом (напруга декілька сотень вольт). Основна частина напруги падає в області темного катодного простору (рис. 2.11). При досягненні критичної напруги між електродами відбувається пробій газового простору і утворюється потік автоелектронів. Енергія автоелектронів при їх русі до аноду збільшується і на границі з темним катодним простором стає достатньою для іонізації молекул газу і утворенню тліючого розряду, який веде до стабільного дифузного руху електронів та іонів між катодом та анодом. Іони, які проходять темний катодний простір, швидко прискорюються та зіштовхуються з катодом,

що веде до іонно-електронної емісії та катодного розпилення – емісії атомів матеріалу катоду.



1 – область катодного падіння; 2 – позитивний стовп;
3 – область анодного падіння

Рисунок 2.11 – Схема розподілення напруги, яка прикладена в просторі між електродами при тліючому розряді

Мас-спектрометрію тліючого розряду використовують для пошарового аналізу тонких металевих, напівпровідникових та окисних плівок товщиною біля 100 нм. Чутливість аналізу складає приблизно 0.04 %. Пошарове розділення знаходиться у межах 2 – 7 % товщини плівки, що аналізується. Чутливість по конкретному елементу мало залежить від фізико-хімічного стану чи концентрації елемента у зразку. Швидкість розпилення при пошаровому аналізі регулюється в межах $0.1 - 1000 \text{ нм}\cdot\text{хв}^{-1}$.

2.3.4 Особливості підготовки поверхні, що досліджується, у вакуумі

При вивченні властивостей поверхні необхідно забезпечити незмінність її складу та структури (чистоту) на протязі досліджень під впливом зовнішніх факторів (головний фактор це адсорбція частинок з навколишнього газового середовища). Для забезпечення цієї умови використовують вакуум (понад високий вакуум). Для одержання якісних результатів досліджень, вимірювання проводять у контрольованому середовищі, тобто з урахуванням вакуумних умов (кількість атомів та молекул газу на одиницю об'єму та як ця кількість підтримувалася на протязі усього часу досліджень).

Чистого чи атомно-чистого стану поверхні у вакуумі можна досягти шляхом видалення атомів з об'єму чи поверхні зразка за рахунок:

- високотемпературної обробки;
- хімічної реакції;
- іонної обробки;
- десорбції електричним полем;
- механічним діянням (руйнуванням зразка в вакуумі);

– отриманням зразка у вигляді тонкої плівки на основі шляхом випаровування, катодного розпилення, хімічного осадження.

Вибір конкретного методу підготовки поверхні зразка визначається задачею експерименту, ціллю аналізу та можливістю контролю хімічного та структурного стану поверхні об'єкту, що досліджується.

Високотемпературна обробка поверхні зразка, що досліджується. При високотемпературній обробці поверхні зразка, що досліджується, останній нагрівається до температур менших температури плавлення, але достатніх для десорбції у вакуум атомів домішок з поверхні чи об'єму. Температура нагріву та час витримки зразка при цій температурі залежить від властивостей матеріалу, що досліджується, та природи домішок, що потрібно видалити. В загальному випадку ця температура підбирається дослідним шляхом.

Максимальна температура, яка необхідна для дегазації металу визначається:

$$T_{\max} \approx 4.77 \cdot 10^{-3} \cdot \Delta H, \quad (2.7)$$

де ΔH – енергія зв'язку атомів адсорбованого газу, Дж·моль⁻¹.

Для металів $T_{\max} < T_{\text{пл}}$ (де $T_{\text{пл}}$ – температура плавлення). Однак, для багатьох систем метал-газ (наприклад, метал-кисень), $T_{\max} \geq T_{\text{пл}}$ тому в таких умовах цей метод використовувати не можна.

Як метод остаточного очищення, метод високотемпературної обробки можна застосовувати для обмеженого кола матеріалів: монокристалів тугоплавких металів (*W, Mo, Re, Ta*), а також інші надчисті речовини (*Ge, Si, графіт, алмаз*). Є декілька особливостей застосування методу високотемпературної обробки, але виникають різного роду ефекти, які порушують структуру поверхні і виникає потреба застосування інших засобів очищення.

Метод хімічних реакцій. За методом хімічних реакцій зразки прогрівають у контрольованому газовому середовищі до відповідної температури, яка стимулює протікання хімічних реакції між домішками і газовим середовищем. Продукти хімічних реакцій десорбують з поверхні під впливом нагріву. Газове середовище вибирається відповідно до властивостей домішок (це необхідно знати). Частіше вибирають активні гази, які взаємодіють з домішками по типу реакцій окислення-відновлення. Окислювальна обробка проводиться у середовищі кисню, а відновлювальна – у атмосфері водню. Інколи використовують окис вуглецю, пари йоду. Для очищення поверхні, яку неможливо нагрівати, окислювальні реакції інтенсифікують за допомогою ультрафіолетового випромінювання.

Метод іонного бомбардування поверхні. При методі іонного бомбардування поверхню зразка обробляють іонами (з енергією від декількох сотень до декілька тисяч eV) інертних або активних газів. В основі такого очищення лежить катодне розпилення поверхні зразка, що дозволяє ефективно

віддаляти з усієї поверхні різноманітні домішки: атоми елементів, жири, адсорбовані воду та гази, оксиди, карбіди, нітриди тощо, а також частину атомів поверхні самого зразка. Однак, при використанні цього методу очищення, потрібно мати на увазі, що може статися порушення кристалічної структури поверхні зразка та впровадження чужорідних іонів у кристалічну решітку. Для уникнення цих ефектів після іонного очищення роблять відпал зразка у вакуумі.

Для іонного бомбардування використовують:

- тліючий розряд;
- пучок іонів при напуску робочого газу у камеру зі зразком;
- пучок іонів з самостійною системою напуску робочого газу в іонне джерело.

Метод випаровування електричним полем. За методом випаровування електричним полем використовується напруженість електричного поля приблизно $5 \cdot 10^8 \text{ В} \cdot \text{см}^{-1}$. Використання методу обмежено, так як поверхню до атомно-чистого стану можна очистити тільки на площі порядку $1.5 \cdot 10^{-10} \text{ см}^2$ і його використовують в автоіонній мікроскопії.

Методи механічного діяння. Одним з методів механічного діяння є метод сколу у вакуумі і використовуються для крихких монокристалічних матеріалів (наприклад, напівпровідники).

Різновидом методу сколу є руйнування шляхом злому у вакуумі зразків з пластичних металів.

Використовуються і інші методи механічних діянь для очищення металевих поверхонь у вакуумі: шліфування, фрезерування, зшкрябування жалом з нержавіючої сталі чи алмазом та інші.

Отримання тонких плівок. Використовується метод підготовки зразків для досліджень шляхом фізичного чи хімічного процесу напилення їх у вакуумі на інертну основу. Речовина, яку потрібно напилити, випаровується нагрівом або переводиться у газову фазу за допомогою катодного розпилення та наноситься шляхом хімічного осадження.

3 Методи дослідження об'єму

3.1 Загальні зауваження

Для дослідження об'єму матеріалів (складу, структури) використовується широке коло методів, у тому числі і багато з тих, що вже були розглянуті для дослідження поверхні.

В загальному випадку частіше всього використовуються наступні методи дослідження складу та структури матеріалів:

- а) рентгеноструктурний аналіз;
- б) електронна растрова мікроскопія і та, що просвічує;
- в) рентгеноспектральний і мікрорентгеноспектральний аналізи;
- д) металографічний аналіз.

3.2 Використання рентгеноструктурних методів для визначення складу та структури матеріалів

3.2.1 Методи фазового аналізу

Визначення фазового складу рентгеноструктурними методами засновано на тому, що кожна фаза має свою специфічну кристалічну решітку і незалежно від інших фаз дає на рентгенограмі свою систему ліній. Якщо в матеріалі є декілька фаз, то на рентгенограмі, що отримується, присутні лінії усіх фаз. Для кожної фази лінії знаходять окремо. Проводячи розрахунок та індиціювання ліній рентгенограми отримують дані про якісний та кількісний склад фаз.

Чим більша концентрація фази, тим більша інтенсивність її ліній, що належать їй. Відповідно зменшується інтенсивність ліній зі зменшенням концентрації фази і при деякому мінімальному її значенні лінії повністю зникають на рентгенограмі. Мінімальна кількість фази, яка може бути виявлена рентгеноструктурними методами називається чутливістю рентгеноструктурного аналізу (у загальному випадку від частки відсотка до декілька вагових відсотків).

Чутливість рентгеноструктурного аналізу збільшується:

- зі збільшенням здатності до відбиття атомних площин фази, що визначається;
- зі зменшенням фону на рентгенограмі;
- зі збільшенням коефіцієнту поглинання фази;
- при зменшенні залишкових напружень (напруження другого роду);
- коли фаза, яку визначають, являє собою рівноважний твердий розчин;
- коли розміри кристалітів, що досліджується, більше 10^{-6} см.

Визначення фазового складу речовини проводять наступним чином.

На основі даних про хімічний склад зразків, що досліджуються та діаграм стану задаються припущенням про те, які фази можуть бути присутні у зоні, що

досліджується. Для кожної з цих фаз по літературним джерелам знаходять дані про міжплощинні відстані (d_{hkl}) та відносній інтенсивності відповідних ліній. Проводять рентгенівську зйомку зразка, що досліджується, та по експериментальній рентгенограмі розраховують міжплощинні відстані для усіх ліній від K_{α} - випромінювання. Отримані значення d_{hkl} та відносної інтенсивності порівнюються з теоретичними (літературними) даними. Коли при порівнянні буде спостерігатися співпадання в межах похибки досліду, то це вказує на присутність в зразку фази, що шукають. В протилежному випадку фаза відсутня. При цьому треба мати на увазі, що відносна інтенсивність ліній буде співпадати, якщо рентгенограма була отримана при тих самих умовах, при яких були отримані літературні дані. Коли цієї умови не було дотримано, то відносні інтенсивності не будуть співпадати із-за різниці в значеннях деяких множників інтенсивності.

Рентгеноструктурний аналіз дає можливість визначення і кількісного співвідношення фаз у зразку, так як кількість фази пропорційна інтенсивності ліній цієї фази.

Вибираючи спосіб зйомки (спосіб реєстрації дифрагованого випромінювання), слід пам'ятати, що при правильно обраному режимі зйомки та проявленні плівки чутливість фотографічного методу вище, ніж дифрактометричного з безперервним записом. Це пояснюється тим, що при фотографічному способі реєстрації дифракційна картина фіксується та формується одночасно в межах усього інтервалу кутів, а при дифрактометричному засобі в обмеженому інтервалі кутів Вульфа-Брегга та для обмежених орієнтувань кристалу. Так як надійність ідентифікації збільшується, коли кількість відбитків зростає, то зйомку слід проводити від стовпчика в камері Дебая з обертанням зразка.

Для кількісного визначення фази використовують наступні методи:

- метод підмішування;
- метод гомологічних пар;
- метод незалежного еталону;
- метод накладання;
- метод зйомки без еталону тощо.

Рентгеноструктурний аналіз проводиться на спеціальному обладнанні – рентгенівських дифрактометрах, наприклад: УРС-50И; апарати ДРОН-0.5; ДРОН-1; ДРОН-2, ДРОН-3, ДРОН-3М, ДРОН-7, ДРОН-8, „Радіан” ДР-01, „Радіан” ДР-02, X PERT PROC, XRD-6000, XRD-7000 тощо.

3.2.2 Приготування зразків для рентгеноструктурного аналізу

Для рентгеноструктурного аналізу в залежності від задач, що поставлені, використовуються наступні способи виготовлення шліфів:

- шліфи з масивних матеріалів;
- плоскі зразки з порошків;

– зразки циліндричної форми (типу „стовпчик”).

Зразки у формі шліфів виготовляють з матеріалу, що досліджується, звичайними механічними способами та перед зйомкою піддають хімічному або електролітичному поліруванню на глибину не менше 0.15 – 0.2 мм для зняття наклепу. Звичайно роблять зразки розміром 10×10×4 мм.

Зразки типу „стовпчик” мають діаметр 0.2 – 1.0 мм. Порошком, що досліджується, набивають тонкий капіляр з целулоїду, чи наносять шар порошку на скляну нить діаметром 0.2 – 0.3 мм шляхом занурювання обмазані цапон-лаком ниті у порошок. З метою уникнути паразитного розсіювання рентгенівських променів кількість речовини, що клеїть, повинна бути мінімальною.

Зразок у формі стовпчика закріплюється на пластині з м’якого заліза, яке притягується до постійного магніту.

На практиці використовуються наступні методи зйомки зразків:

- прямий;
- зворотній;
- асиметричний.

Плівка (30×176 мм) розташовується відносно зразка симетричним (пряма і зворотна зйомка) чи асиметричним способами.

При прямій зйомці лінії розташовуються у порядку збільшення кутів θ від середини плівки до її країв (рис. 3.1, а). Кути відбиття θ визначають шляхом виміру відстаней між парою симетричних ліній $2L$ за допомогою співвідношення (3.1):

$$\theta = 2L \cdot \frac{57.3}{2D}, \quad (3.1)$$

де D – номінальний діаметр камери ($D = 57.3$ мм).

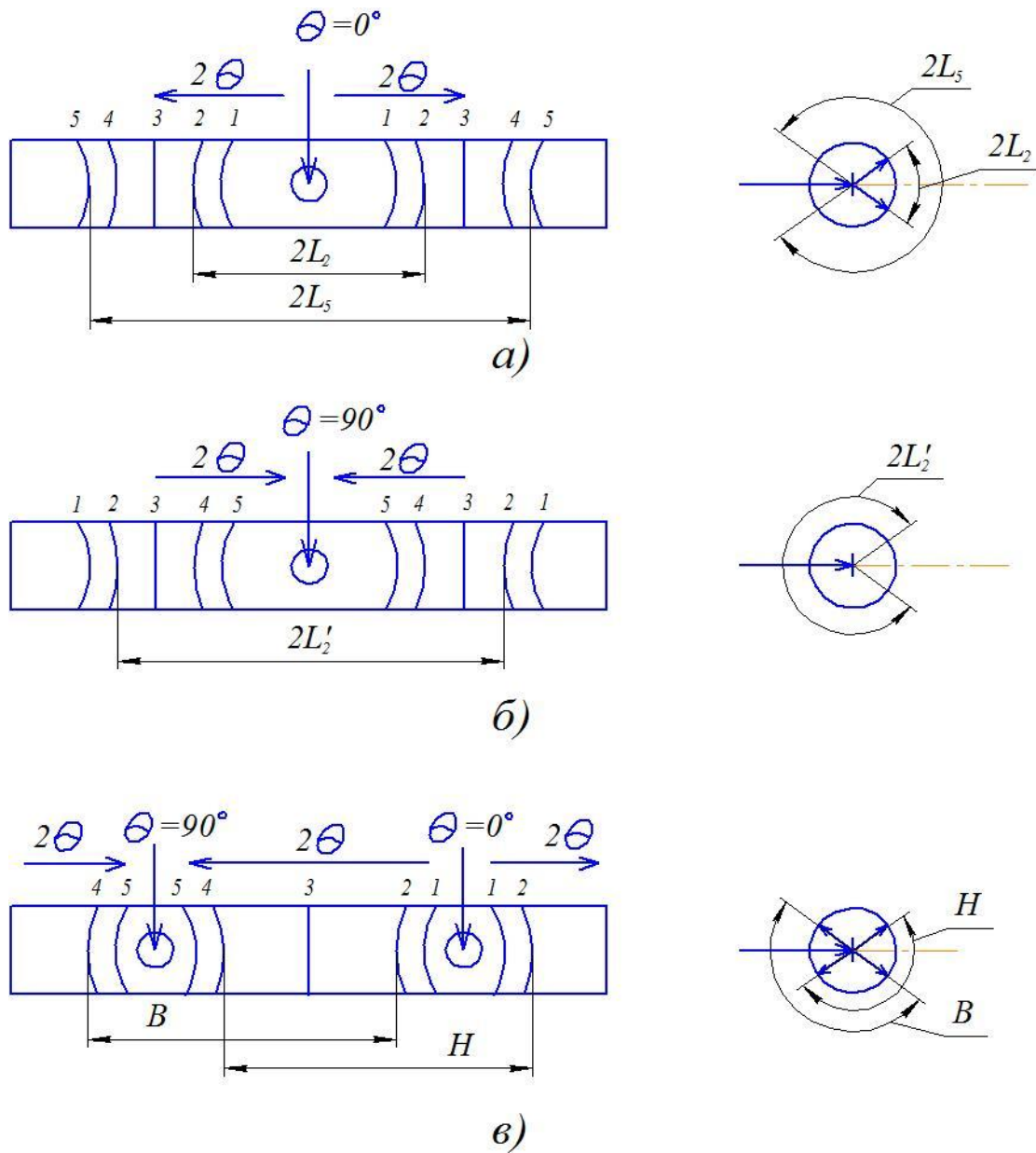
При зворотній зйомці лінії розташовуються у порядку збільшення кутів θ від країв плівки до її середини (рис. 3.1, б). Кути розраховуються за формулою (3.2):

$$\theta = (\pi D - 2L) \frac{57.3}{2D}. \quad (3.2)$$

Використання асиметричного розташування плівки дозволяє враховувати зміни розмірів плівки при її фотографічній обробці та визначити з рентгенограми ефективний діаметр камери (3.3):

Для визначення D_{ef} вибирають будь-які дві пари ліній, з яких одна розташована симетрично вхідному отвору, а друга симетрично вихідному (рис. 3.1, в).

$$D_{ef} = \frac{H + B}{\pi} . \quad (3.3)$$



- 1, 2, 3, 4, 5 – номери ліній;
 а) – пряма зйомка;
 б) – зворотна зйомка;
 в) – асиметрична зйомка

Рисунок 3.1 – Схема зйомки стовпчика у циліндричній камері Дебая

Визначивши D_{ef} його підставляють замість D в формулі (3.1), (3.2) та визначають кути θ .

3.3 Використання електронної мікроскопії для визначення складу матеріалів

3.3.1 Обладнання для електронної мікроскопії матеріалів

Електронна мікроскопія широко використовується для тонких досліджень у матеріалознавстві, хімії, кристалографії тощо.

Часто для дослідження використовується електронні мікроскопи, що просвічують, це ЕМБ-100А, TESLA BS-630, TESLA BS-540, TESLA BS-500, УЕМВ-100К, ЕМ-5, ЕМ-7, ЕМ-9, ЕМ-14, ЕМВ-100М та інші. По роздільній здатності (d_{min}) електронні мікроскопи діляться на три класи:

1) $d_{min} < 10 \overset{\circ}{\text{Å}}$, до цього класу відносяться мікроскопи: TESLA BS-630, ЕМВ-100М та інші;

2) $d_{min} = 10 - 25 \overset{\circ}{\text{Å}}$, до цього класу відносяться мікроскопи: TESLA BS-540, TESLA BS-500, ЕМ-7, ЕМ-14 та інші;

3) $d_{min} > 25 \overset{\circ}{\text{Å}}$, до цього класу відносяться мікроскопи: ЕМ-5, ЕМ-9 та інші.

Додатково про галузі використання досліджень, види, принцип електронної мікроскопії дивись пункти: 2.3.2 та 5.3.

3.3.2 Особливості використання електронної мікроскопії та приготування зразків для дослідження матеріалів

В електронній мікроскопії, що просвічує, використовуються методи: прямий, непрямий та напівпрямий. При прямому методі в пучку електронів, що проходить, досліджують безпосередньо зразок у вигляді тонкої металічної фольги, а при непрямому – тонкий зліпок (репліка) з поверхні зразка. Кращі репліки дозволяють отримувати розділення $20 \overset{\circ}{\text{Å}}$ та передати будову рельєфу поверхні, а по методу дослідження фольг розділення досягає $3 - 10 \overset{\circ}{\text{Å}}$, і можна дослідити внутрішню структуру металу.

При дослідженні звичайних металографічних зразків за допомогою електронних мікроскопів, що просвічують, особливо широко використовується метод реплік – тонких плівок (напівпрямий), який дозволяє відтворити рельєф поверхні шліфа. Товщина таких плівок повинна бути порядку 0.01 мкм .

При використанні методу реплік розділення деталей структури (корисне збільшення) визначається якістю відтворювання структури об'єкта реплікою. Крім того, оскільки репліка відтворює тільки рельєф поверхні, що досліджується, ускладнюється тлумачення зображення та ідентифікація елементів структури об'єкта.

Так як будь-яка стадія препарування може внести значні спотворення в зображення структури, необхідно приділяти більшу увагу вибору методики приготування реплік. Процес приготування реплік складається з таких операцій:

- а) підготовка поверхні шліфа поліруванням;
- б) виявлення структури сплаву травленням;
- в) приготування репліки.

Найкращім методом підготовки поверхні шліфа являється електролітичне або хімічне полірування. При цьому відокремлюється поверхневий наклепаний шар, який виникає у процесі механічної обробки шліфа (різка на камені, шліфування, механічне полірування).

Травлення шліфа один із найважливіших етапів його виготовлення. Виявлення структури шляхом травлення засновано на різниці в хімічній чи електрохімічній взаємодії розчину, що травить, з різними елементами структури сплаву. Вибір хімічного складу розчину, що травить, глибина та селективна здатність травлення визначають, які елементи структури створюють рельєф на поверхні шліфа, що досліджується, отже, яка буде спостерігатись структура у мікроскопі.

Для досліджень в електронному мікроскопі використовують лакові, кварцові, оксидні, титанові, вуглецеві та інші репліки. У цих випадках важлива „безструктурність” плівки та здатність точно відтворювати контури рельєфу. Достовірність зображення, що отримується, підтверджується зіставленням картин, що спостерігаються в оптичному та електронному мікроскопах при збільшеннях, що порівнюються, та бажано на одній і тій самій ділянці шліфа (прицільним методом).

Велике розповсюдження мають вуглецеві репліки, так як вони: аморфні; міцні та стабільні під електронним променем; хімічно інертні; мають велику прозорість для електронів.

Використовуються два основних методи виготовлення вуглецевих реплік: двоступеневий та одноступеневий. При двоступеневому методі спочатку створюється негативний відбиток поверхні шліфа, що протравлена, на пластмасі або металі, шляхом напилення у вакуумі. Потім у вакуумі на знятий з поверхні негативний відбиток наносять шар вуглецю. Цей шар в подальшому відокремлюється від проміжного відбитка шляхом розчинення.

Для отримання вуглецевої репліки на поверхню зразка, що досліджується, напилюють шар вуглецю товщиною 5.0 – 20 нм. Напилення вуглецю проводять двома способами:

- 1) розкладанням деяких вуглеводнів у газовому розряді;
- 2) термічним випаровуванням вуглецю у вакуумі при проходженні електричного струму скрізь вуглецеві електроди, що торкаються.

Перед напиленням вуглецю поверхня зразка підготовлюється певним чином в залежності від характеру об'єкту, що досліджується та цілей досліджень – знежирення чи протравлювання.

Напилена вуглецева плівка відокремлюється від поверхні, що досліджується, механічним, електролітичним чи хімічними шляхами.

Механічне відокремлення вугільних реплік відбувається за допомогою 25 % водного розчину желатину. Репліка, що отримується, відображає тільки рельєф поверхні (рис. 3.2).

Електролітичне та хімічне відокремлення вугільних плівок використовується для отримання відбитку рельєфу, а також реплік з вилученням дисперсних частинок, що були у сплаві, який досліджується. Репліки з вилученням використовують для електронної мікродифракції (рис. 3.3).

Тонкі вугільні репліки володіють дуже низьким контрастом, котрий можна підвищити за рахунок збільшення товщини плівки, але при цьому зменшується роздільна здатність відбитка. Тому зручніше застосовувати відтінення вуглецевих відбитків.

Звичайно вугільні репліки відтіняють косим напиленням важких металів. При цьому розмір кристалітів металу, що напилюється, не повинен бути більш 2.0 – 3.0 нм, щоб не зменшувалась роздільна здатність відбитків. Кращими матеріалами, що відтіняють, є платина та золото (розмір кристалітів 0.8 – 2.5 нм).

Можна використовувати і інші метали та сплави: хром, паладій, ванадій, титан, золото-паладій, платина-паладій, платина-вуглець, та деякі оксиди (наприклад, V_3O_8 , WO_3).

Матеріали, що відтіняють, повинні володіти високою здатністю до розсіювання та, в той же час, більш чи менш випаровуватися. Відтінення виконується на тому ж самому обладнанні, що і напилення вуглецю, тільки з використанням необхідних пристроїв.

Найбільш ефективним засобом виготовлення відбитків при дослідженні структури алюмінієвих та нікелевих сплавів є метод оксидних плівок. Оксидні плівки вирощують на поверхні шліфа шляхом анодування в спеціальних електролітах, при цьому оксидна плівка росте практично з однаковою швидкістю на різних ділянках поверхні травленого шліфа і тому після відокремлення від металу представляє собою однорідний по товщині зліпок рельєфу.

Контрастність зображення визначається різницею кута нахилу окремих ділянок цієї плівки по відношенню до падаючого пучка електронів. Крім того, на поверхні шліфа можуть знаходитися частинки іншої фази, які володіють іншою швидкістю окислення, ніж твердий розчин, в результаті чого можливе відокремлення цих частинок від шліфа чи виникнення пор на їх місці.

Метод досліджень за допомогою оксидних реплік є напівпрямим, так як ці плівки є дуже тонким зліпком поверхні шліфа, а частинки фаз в них розташовуються у тих же місцях, в котрих вони знаходилися у сплаві. Оксидні репліки мають достатню густину, міцні, стійкі під електронним променем та не

потребують додаткового відтінення. Метод дозволяє отримати розділення деталей поверхні шліфа у електронному мікроскопі не менше 100 \AA .

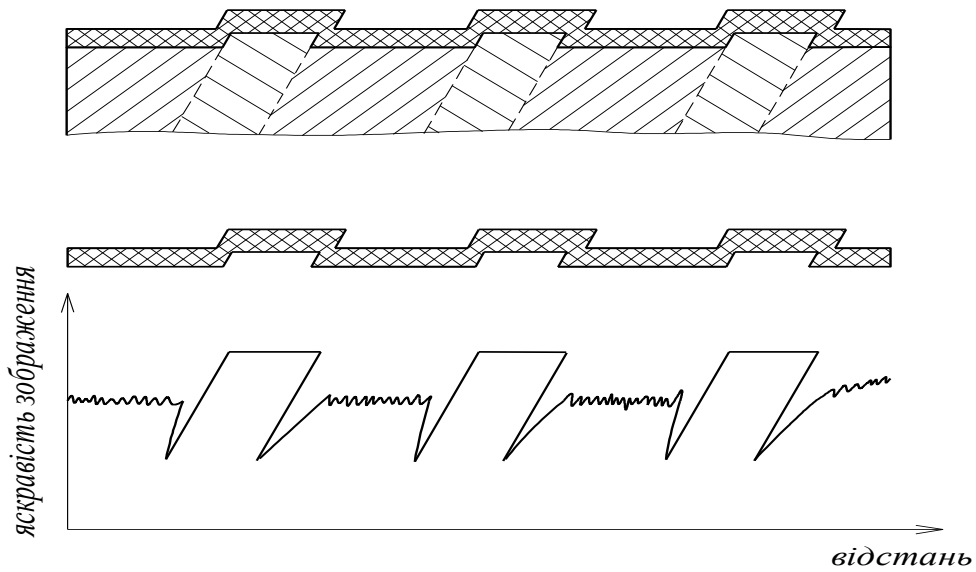
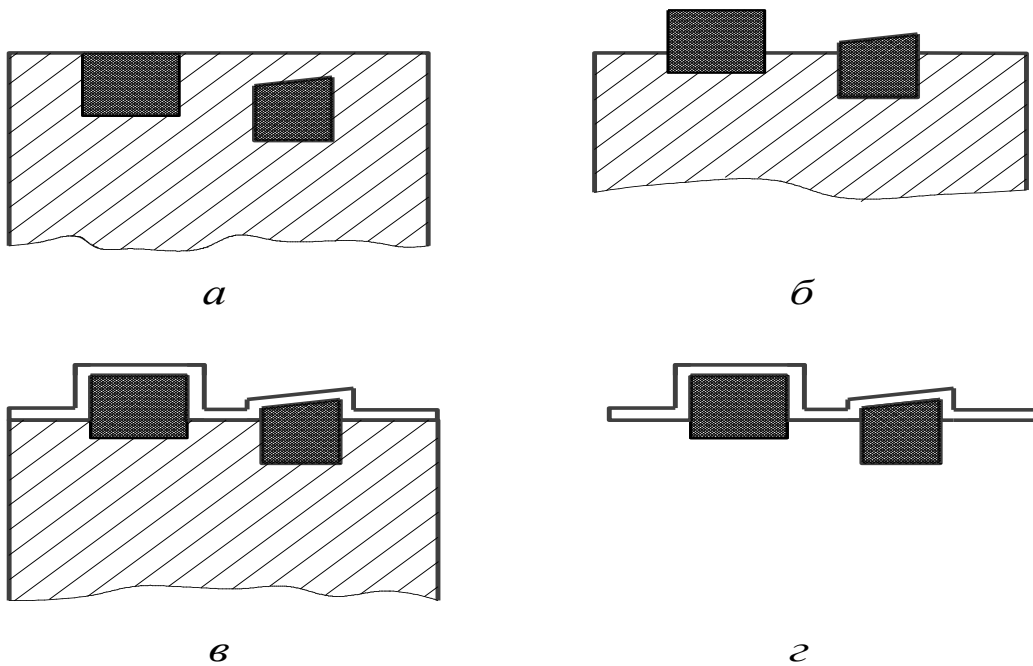


Рисунок 3.2 – Репліка рельєфної структури



a – поверхня шліфа до травлення; *б* – поверхня шліфа після травлення;
в – нанесення плівки на шліф;
г – репліка з фіксованими частинками після відокремлення

Рисунок 3.3 – Схема фіксування частинок реплікою

З великої кількості відомих засобів виготовлення реплік достатньо широке використання знайшов засіб лакових реплік. Виготовляють їх нанесенням, наприклад, розчину колодія в амілацетату на поверхню зразка. Розчин колодія чи іншого лаку розтікається по поверхні зразка, заповнює заглиблення у рельєфі. Після висушування плівки, її хімічним або механічним шляхом відокремлюють від поверхні шліфа та досліджують в електронному мікроскопі, що просвічує.

Лакові репліки дозволяють виявити деталі рельєфу розміром більше 200 – 500 Å . Низька роздільна здатність цих реплік пояснюється:

- 1) недосконалим змочуванням розчином лаку поверхні шліфа;
- 2) слабкою контрастністю зображення.

В процесі перегляду лакових реплік у електронному мікроскопі часто можна помітити значне підсилення контрасту зображення, якщо порівнювати зображення, яке спостерігається одразу після розміщення об'єкту в мікроскопі, з зображенням тієї ж ділянки об'єкту через декілька хвилин після його опромінювання електронами. Це пояснюється тим, що під дією електронного пучка відбувається розігрів об'єкту та випаровування (возгонка) випадкових забруднень на поверхні плівки, котрі потім осаджуються на елементах рельєфу плівки, що виступають. Для підсилення контрасту зазвичай спеціально отіняють рельєф лакової репліки косим напиленням важкого металу у вакуумі. Корисною особливістю незатінених лакових реплік є однозначність суджень про характер рельєфу. Деталям структури шліфа, що виступають над поверхнею, відповідає найменша товщина репліки і відповідно найбільша яскравість зображення.

3.4 Використання мікрорентгеноспектрального аналізу

Мікрорентгеноспектральний аналіз (МРСА) являє собою метод вивчення структури та складу речовини по первинним рентгенівським спектрам.

В спеціальних приладах суміщається електронна мікроскопія та рентгеноспектральний аналіз тонких об'єктів. Використання методу МРСА для аналізу тонких об'єктів засновано на прямій залежності інтенсивності спектральної лінії від числа атомів визначеного елемента. Рентгенівські спектри збуджуються на малих ділянках тонкого зразка 0.1 – 2 $\mu\text{м}$, які співрозмірні по величині з неоднорідностями та включеннями, що дає можливість порівнювати склади різних ділянок одного зразка.

Вузький пучок електронів фокусується блоком електромагнітних лінз електронного мікроскопа та падає на об'єкт, що досліджується. Пучок іонізує внутрішні електронні оболонки атомів об'єкта. Електрони переходять з одного енергетичного стану в інший. При цьому виникає рентгенівське випромінювання, яке має лінійний спектр та має назву характеристичного випромінювання. Кожному виду атомів відповідає визначена енергія іонізації.

По енергії кванту випромінювання E , що виходить з об'єкту, при зворотному переході можна встановити, якому атому цей квант належить.

Випромінювання зразка має складний склад: декілька спектральних серій, в кожній серії по декілька ліній, фон. Для відокремлювання потрібного випромінювання використовується кристал-аналізатор, який являє собою дифракційну решітку (природну чи штучну) з міжплощинною відстанню d .

Якщо пучок монохроматичних рентгенівських променів з довжиною хвилі λ падає на першу атомну площину кристал-аналізатора під кутом θ , то частина пучка відбивається під тим же кутом, а решта пройде в глибину до наступних атомних площин. Для визначення результуючого відбиття необхідно скласти парціальні відбиття від багатьох площин. Якщо ці відбиття складаються в однаковій фазі, то в результаті виникає сильне відбиття. Довжина хвилі випромінювання λ , кут θ , під яким дане випромінювання падає на кристал-аналізатор, пов'язані рівнянням Вульфа-Брегга (3.4):

$$n\lambda = 2d \cdot \sin\theta, \quad (3.4)$$

де n – ціле число.

Рівняння Вульфа-Брегга означає, що із усього спектру випромінювання, яке впало під кутом θ на кристал-аналізатор з міжплощинною відстанню d , відбиватиметься від нього під тим же кутом випромінювання будуть тільки хвилі цілком визначеної довжини ($\lambda, 2\lambda, 3\lambda \dots$), які відповідають даним d та θ . Чим більше значення n , тим менша інтенсивність випромінювання та більший фон (рис. 3.4 та рис. 3.5).

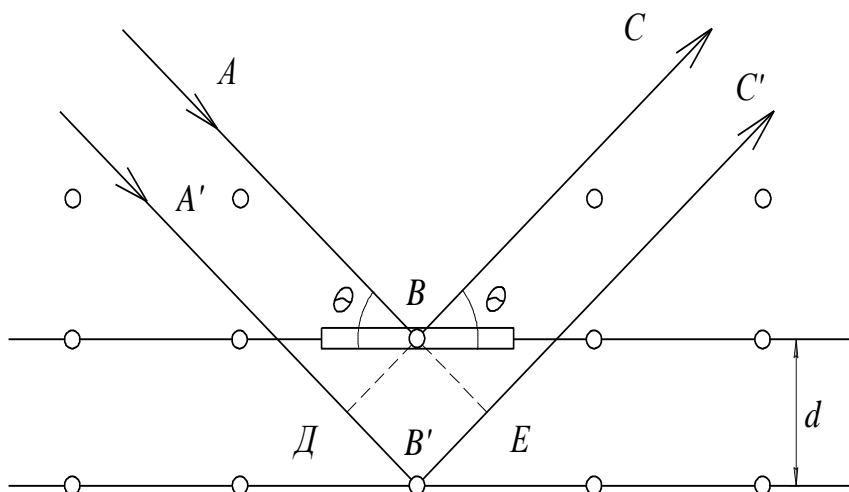
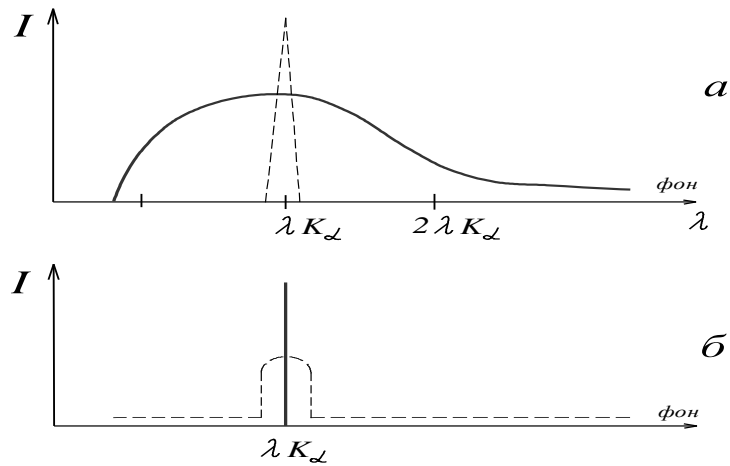


Рисунок 3.4 – Хід рентгенівських променів в кристал-аналізаторі



a – до кристал-аналізатора;
б – після кристал-аналізатора

Рисунок 3.3 – Спектральний склад випромінювання до та після кристал-аналізатора

Відбите кристал-аналізатором випромінювання реєструється у спектрометрі, підсилюється передпідсилювачем та розшифровується електронно-розрахунковим пристроєм, який записує величину кута θ та інтенсивність випромінювання. Величина кута θ характеризує елемент, що аналізується, а інтенсивність випромінювання – вміст даного елемента на ділянці, що досліджується.

Об'єктами для МРСА служать тонкі фольги металів та напівпровідників товщиною 0.1 – 0.2 мкм, біологічні середовища та репліки з екстракцією.

Кількісний мікроаналіз вмісту речовини в електронно-мікроскопічних об'єктах заснований на вимірюванні інтенсивності однієї з аналітичних ліній характеристичного рентгеновського спектру цього елемента I_0 та фону безперервного спектру I_H . Концентрація елемента визначається за допомогою аналітичного виразу (3.5):

$$C_A = K (I_0 - I_H) = K I_A, \quad (3.5)$$

де C_A – концентрація елемента A в об'єкті, що аналізується;

K – коефіцієнт пропорційності, який залежить від умов аналізу та визначається експериментально;

I_0 – інтенсивність ліній, що виміряна спектрометром;

I_H – інтенсивність фону.

Недоліком методу абсолютного вимірювання C_A є невизначеність коефіцієнту K .

Методика розрахунку концентрації при використанні у якості еталона чистих хімічних елементів забезпечує точність 2 – 10 % (відносно кількості матеріалу, що досліджується). Це дозволяє у більшості випадків при кількісному аналізі багатокomпонентних систем уникнути трудомісткого та тривалого процесу виготовлення спеціальних еталонів.

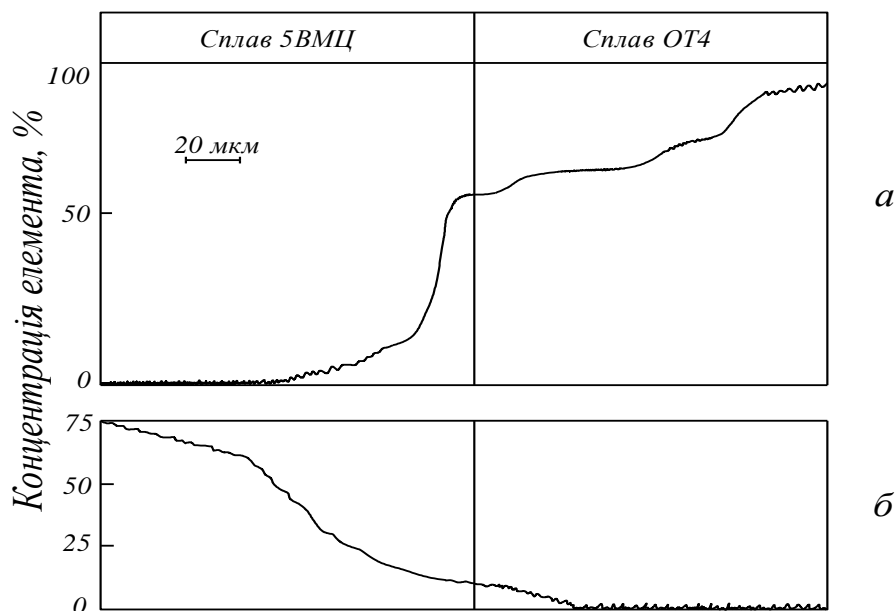
Локальна чутливість МРСА $1 \cdot 10^{-12} - 1 \cdot 10^{-16}$ г при низькій відносній чутливості $1 \cdot 10^{-2} - 5 \cdot 10^{-2}$ %.

Для тонких зразків з неконтрольованою товщиною (фольги, біологічні середовища, репліки з екстракцією) розроблені більш складні методики перерахунку з використанням ЕОМ.

Мікрорентгеноспектральне зондування поверхні електронним пучком 0.1 – 3 мкм (електронним зондом) достатньо широко використовується для вивчення характеру дифузійних процесів в матеріалах та між ними.

Рентгенівські мікроаналізатори мають систему для сканування електронного пучка по поверхні, що досліджується та отримання на телеекрані зображення розподілу на деякій відстані хімічного елемента, що аналізується. В деяких мікроаналізаторах передбачене автоматичне настроювання спектрометра на лінію хімічного елемента, що визначається, реєстрації її інтенсивності та розрахунку концентрації хімічного елемента за допомогою ЕОМ по заданій програмі [22, 23].

На рисунку 3.6 показано дифузію титану та ніобію скрізь границю контакту двох сплавів, які містять вказані елементи.



а – титану; б – ніобію

Рисунок 3.6 – Визначення дифузії основних компонентів сплавів крізь стик для двох сплавів, що контактують

3.5 Використання металографічного аналізу для визначення складу матеріалів

В основі металографічного аналізу лежить зразок (мікрошліф), що досліджується, визначених розмірів та оброблений у відповідності до виду досліджень за стандартними методиками.

3.5.1 Приготування мікрошліфів

Під мікроаналізом розуміють вивчення металів або сплавів за допомогою мікроскопа на зразках зі спеціально підготовленими поверхнями – мікрошліфах. Приготування мікрошліфів складається із шліфування і полірування поверхонь. Якість підготовки мікрошліфа багато в чому визначає результати мікроструктурного дослідження. Неправильне шліфування і полірування може спотворити структуру матеріалу, яку можна побачити під мікроскопом, тому виготовлення мікрошліфів вимагає певних знань і навичок. Розглянута поверхня мікрошліфа повинна бути плоскою і блискучою.

Найбільш зручним мікрошліфом (рис. 3.8) є циліндр діаметром 10 – 20 мм і висотою 10 – 15 мм або паралелепіпед зі сторонами основи 10 – 20 мм при тій же висоті. Часто форма і розміри мікрошліфів визначаються розмірами деталей, що досліджуються, або напівфабрикатів і можуть бути значно менше, а іноді і більше рекомендованих (наприклад, листи, дрід, дрібний різальний інструмент, шматки зламаних деталей). У цьому випадку розмір мікрошліфів визначиться товщиною листа, діаметром дроту тощо.

Якщо зразок, що досліджується, являє собою тонку пластинку або лист 1 (рис. 3.9), то для зручності шліфування і полірування його затискають у струбцину 2 або в металевій муфті 1 (рис. 3.10), заливають розплавленою сіркою 2, бакелітом, легкоплавким сплавом або епоксидним клеєм.

Місце і спосіб вирізання зразка. Зразок вирізають з тієї частини виробу або заготовки, що представляє в даному дослідженні найбільший інтерес. Наприклад, якщо метою дослідження є встановлення причин руйнування, вирізають зразок у безпосередній близькості від зламу. Із заготовок або виробів, підданих пластичній деформації, вибирають два зразка: один уздовж, другий поперек волокон.

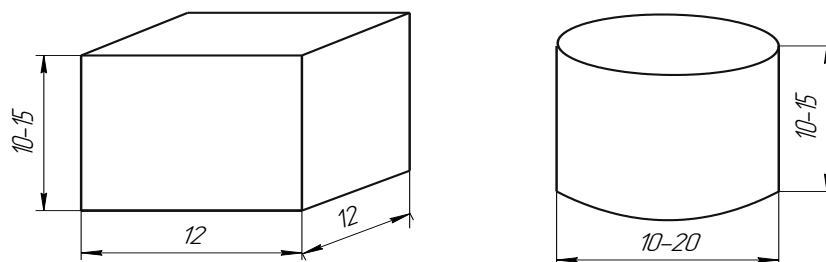


Рисунок 3.8 – Нормальні розміри мікрошліфів

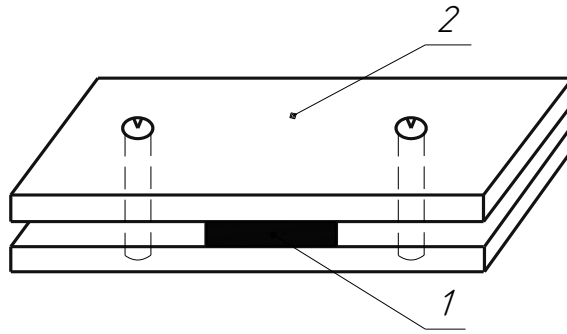


Рисунок 3.9 – Шліф затиснутий у струбцину

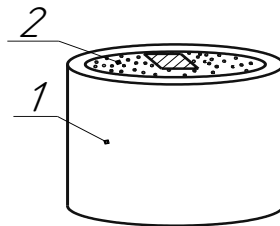
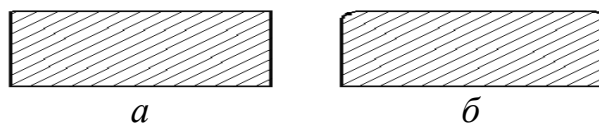


Рисунок 3.10 – Шліф залитий у епоксидний клей

Вирізання зразка мікрошліфа виконується ножівкою або на фрезерному, стругальному, токарному верстатах. Якщо матеріал крихкий (наприклад, білий чавун), то шматочок для виготовлення шліфа можна відбити молотком. Якщо матеріал твердий, зразок відрізають тонким шліфувальним кругом.

Вирізання необхідно, вести з охолодженням зразка водою, інакше він буде нагріватися і структура сплаву може змінитися.

Вирівнювання граней зразка. Вирівнювання граней поверхні, яка призначена для мікроаналізу, виконують на абразивних кругах, якщо матеріал твердий. Для м'яких або дуже крихких металів і сплавів цю роботу роблять напилком або грубим шліфувальним папером. Операцію закінчують після повного вирівнювання всієї поверхні зрізу – досягнення площинності поверхні (рис. 3.11). При обробці на абразивних кругах варто застосовувати інтенсивне охолодження водою.



a – правильне; *б* – неправильне (завал крайок)

Рисунок 3.11 – Приготування мікрошліфів

Шліфування. Після вирівнювання грані зразок очищають від частинок металу, наждаку й шліфують на шліфувальному папері різної зернистості на спеціальних шліфувальних верстатах або вручну.

При шліфуванні вручну шліфувальний папір кладуть на товсте скло для створення твердої, рівної підкладки й зразок переміщують по цьому паперу, злегка притискаючи. Шліфують зразок доти, поки не зникнуть сліди попередньої обробки. При переході на дрібнозернистий папір зразок очищають від наждакового пилу, повертають під кутом 90° і шліфують також доти, поки не зникнуть сліди попередньої обробки (риски, подряпини).

Після тонкого шліфування зразок промивають струменем води для видалення часток металу, абразиву й піддають поліруванню.

Полірування. Шліфи при механічному поліруванні полірують на плоскому колі, що обертається (рис. 3.12), насадженому на вал електродвигуна 3. Коло покрите сукном, що змочується водою зі дрібним порошком, наприклад, окису алюмінію або хрому. Полірувальна рідина подається на коло по трубці 4. Ступінь змочування кола регулюють краником 5. При поліруванні зразок 2 притискають до поверхні кола всією площиною. Під час полірування зразок потрібно повертати. Полірування чавуну й сталі повинне тривати не більше 5 – 15 хв. і повинне припинятися як тільки будуть виведені останні риски, що залишилися на шліфі після шліфування. Більш тривале полірування викликає викришування складових структури. Полірування закінчують після того, як мікрошліф здобуває дзеркальну поверхню й при розгляданні під лупою зі збільшенням в 5 – 10 разів не розпізнають на шліфі дефектів у вигляді подряпин, рисок та т.і.

Потім шліф промивають водою, спиртом і сушать прикладанням (не витиранням) до фільтрувального паперу.

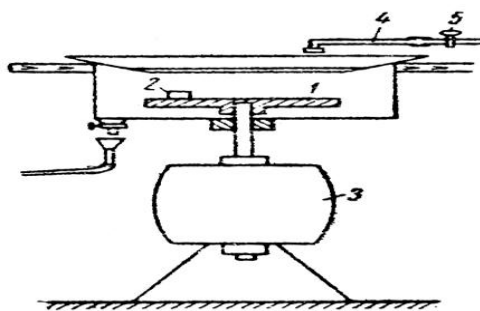


Рисунок 3.12 – Схема полірувального верстата

Також застосовують електролітичне полірування шліфів. Цей метод має ряд переваг перед звичайним (механічним) методом полірування. Наприклад, тут виключається можливість зміни структури в поверхневому шарі внаслідок наклепу, що може утворитися при механічному поліруванні.

Спосіб електролітичного полірування полягає в тому, що шліф розміщують як анод у ванну з електролітом. Катодом служить звичайно пластинка з нержавіючої сталі. Через електроліт пропускають постійний струм, у результаті чого відбувається анодне розчинення нерівностей (виступів) на поверхні зразка, що шліфується, і поверхня шліфа стає гладкою й дзеркальною.

У деяких лабораторіях для шліфування й полірування чорних металів застосовують пасту ДОІ (Державного оптичного інституту) або хромоалюмінієву пасту. Паста ДОІ випускається трьох сортів по зернистості: груба, середня й тонка, і складається з оксиду хрому, стеарину, олеїнової кислоти, соди й гасу.

Пастою ДОІ шліфи обробляють у такий спосіб. Добре зачищена напилком або абразивним колом поверхня шліфа обробляється протягом 6 – 7 хв. грубою пастою, нанесеною на відшліфовану поверхню плити, злегка зволожену гасом.

Після віддалення рисок, що залишилися від зачищення напилком, зразок обробляють середньою, а потім тонкою пастою.

Дзеркальна поверхня виходить після полірування шліфа протягом 3 – 5 хв. на колі, що обертається, з натягнутим сукном або фетром, змоченим гасом і покритим пастою.

Шліфи зберігають в ексикаторі. Ексикатор (рис. 3.13) являє собою скляну посудину 1 із щільно притертою кришкою 2. У посудині перебуває прожарений (зневоднений) хлористий кальцій 3, що, поглинаючи вологу, захищає шліф 4 від окислення.

При поліруванні сплавів з відносно великою різницею у твердості фаз або структурних складових, останні добре виявляються без додаткового травлення.

Рельєф, що утворився на поверхні мікрошліфа, обумовлений тим, що м'які складові сплаву стираються при шліфуванні й поліруванні швидше, ніж тверді.

Цей спосіб можна застосовувати для білих чавунів, заевтектоїдних сталей й інших подібних сплавів.

Полірований шліф металу в не травленому вигляді під мікроскопом має вигляд світлого кола. Якщо в металі є неметалічні включення (оксиди, сульфідні, фосфідні, нітриди й т.д.), то останні спостерігаються без травлення.

На зразках після полірування проводять металографічний аналіз графіту, неметалічних включень і мікроскопічних дефектів тощо.

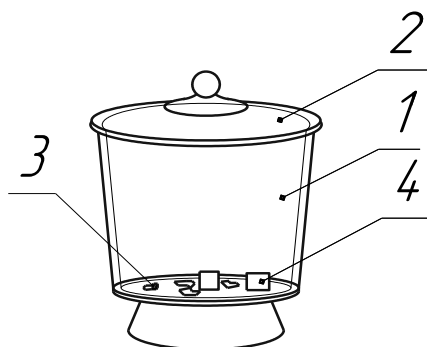


Рисунок 3.13 – Ексикатор

Для виявлення структури металу шліф потрібно піддати травленню.

3.5.2 Методи виявлення мікроструктури

Мікроструктура металів та сплавів характеризується величиною зерен та їх розташуванням, формою, розміром, кількістю різноманітних фаз. Все це визначає фізико-механічні властивості сплавів.

Для виявлення мікроструктури сплавів після полірування використовують наступні методи:

- хімічне травлення (травлення поверхні зразка відбувається під дією хімічних реактивів);
- електролітичне травлення (в електроліті відбувається розчинення визначених фаз сплаву поверхні зразка (шліфа) – анода);
- магнітний метод – використовується для визначення феромагнітної фази у немагнітній основі (на шліф наносять суспензію з магнітним порошком, який осаджується на ділянках феромагнітної фази та відображає її обрис);
- теплове травлення (при нагріві шліфа під впливом кисню відбувається його окислення і в першу чергу по границям різноманітних фаз та зерен);
- травлення в розплавах солей (засновано на утворенні окисних плівок різного кольору на поверхні шліфа під впливом розплаву гарячих солей);
- катодне розпилення – виявлення мікроструктури відбувається за рахунок розпилення поверхні шліфа (катода) у двохелектродній газорозрядній трубці, яка заповнена нейтральними газами;
- підсилення рельєфу мікроструктури після об'ємних перетворень – має застосування у випадках коли в сплаві відбулися фазові перетворення зі змінами об'єму, що спостерігається на поверхні добре виготовленого шліфа у вигляді рельєфу, що відповідає фазі, яка виникла.

Особливості, рекомендації та техніка виявлення мікроструктури за вище переліченими методами наведено в [24].

У результаті травлення на поверхні шліфа утворюються виступи й западини, що характеризують мікроструктуру сплаву. Для травлення мікрошліфів застосовують багато реактивів.

У результаті травлення на поверхні шліфа утворюються виступи й западини, що характеризують мікроструктуру сплаву. Для травлення мікрошліфів застосовують багато реактивів. Нижче наведено кілька прикладів.

Для сталей і чавунів:

- 5 %-вий розчин HNO_3 в етиловому спирті;
- 4 %-вий розчин пікринової кислоти в спирті;
- пікрат натрію (пікринова кислота і їдкий натр) – стандартний реактив застосовується для того, щоб відрізнити цементит від фериту;
- реактив для травлення жароміцних сплавів: 20 см^3 концентрованої HCl , 5 г $CuSO_4$, 20 см^3 H_2O ;
- реактив для травлення нержавіючих сталей: 3 частини HCl й 1 частина HNO_3 ; реактивом користуються через 24 години після приготування.

Для алюмінієвих сплавів:

- 0.5 %-вий розчин фтористої кислоти у воді;
- суміш кислот: 1 % HF , 2,5 % HNO_3 , 1,5 % HCl , 95 % H_2O .

Для мідних сплавів:

- 6 %-вий аміачний розчин $CuCl_2$;
- 3 %-вий розчин $FeCl_3$ в 10 %-вому розчині HCl .

Для бабітів і магнієвих сплавів:

- 2 – 4 %-вий розчин HNO_3 у спирті;
- оцтовий гліколь складу: 20 % оцтової кислоти, 60 % етиленгліколю, 1% концентрованої азотної кислоти й 19 % води (застосовується для магнієвих сплавів).

Травильний розчин наноситься на поверхню мікрошліфа й через 5 – 30 с стирається ваткою; шліф промивається в гарячій воді й висушується.

Зазначені реактиви наливають у невелику порцелянову скляну чашку. Перед травленням поліровану поверхню шліфа для знежирення промивають спиртом, а потім шліф занурюють на кілька секунд у реактив. Час травлення є різним для різних сплавів і структур. Після травлення шліф промивають водою, а потім спиртом і сушать прикладанням до фільтрувального паперу.

Розглядаючи протравлений шліф під мікроскопом, визначають, чи досить виявлена структура. Якщо структура виявлена нечітко, шліф травлять додатково.

Ціль травлення полягає в тому, щоб штучно викликати в сплаві неоднакове відбиття світла різними структурними складовими або одержати чіткі границі, що відокремлюють одне зерно від іншого.

Схема на рисунку 3.14 наочно пояснює видимість границь зерен фериту, мікроструктура якого показана на рисунку 3.15.

У результаті травлення шліфа 4 %-вим розчином HNO_3 у спирті границі зерен фериту витравлюються сильніше й дають поглиблення. Ці поглиблення, що відповідають границям зерен, внаслідок розсіювання світла здаються під мікроскопом темними лініями.

Різне забарвлення зерен фериту пояснюється їхньою анізотропією. У перерізі шліфа зерна фериту перерізані по різних кристалографічних площинах, а, оскільки, властивості зерен у різних перерізах неоднакові, то й розчинення кожного зерна під дією реактиву відбувається по-різному. Те зерно, що протравилося сильніше, здається темнішим при спостереженні під мікроскопом, тому що після відбиття від нього світла воно дає більше розсіювання променів.

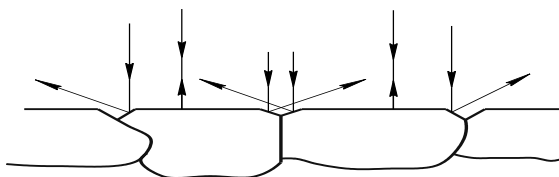


Рисунок 3.14 – Схема, що пояснює видимість границь зерен фериту під мікроскопом

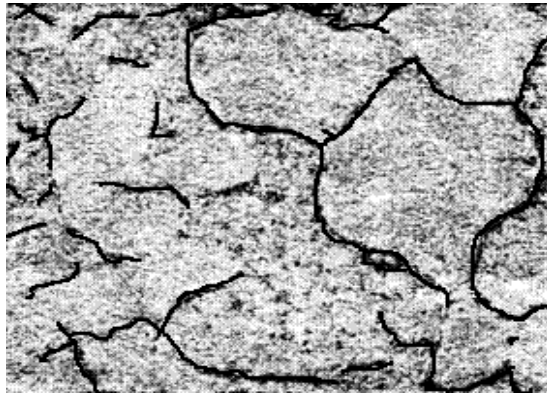


Рисунок 3.15 – Технічне залізо, зерна фериту після травлення 4 %-вим розчином HNO_3 у спирті, $\times 200$

У результаті під мікроскопом спостерігають зерна різних відтінків: від яскраво-світлих до зовсім темних.



Рисунок 3.16 – Структура чистого не травленого свинцю, відлитого на скло, $\times 400$

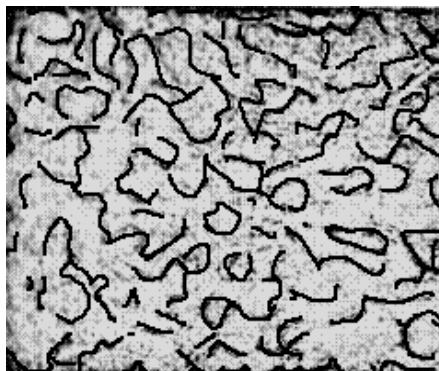


Рисунок 3.17 – Чиста мідь після прокатки, відпалу і травлення 3 %-вим розчином $FeCl_3$ в 10 %-вим HCl , $\times 100$

Неметалеві матеріали (Скло, ситали та напівпровідники). Різку вказаних матеріалів розглянемо на прикладі різки скляних стержнів. Різка скляних

зразків на шайби проводиться дисками с зовнішньою ріжучою кромкою, відрізними алмазними кругами діаметрами 200 мм або 100 мм.

Спосіб різки, що буде розглядатися, є найбільш простий. Одночасна участь в різанні великої кількості алмазних зерен забезпечує високу продуктивність обробки. Необхідний крок різання забезпечується повздовжньою подачею.

При різанні по даній схемі треба враховувати, що під дією сил різання диск може згинатися в поперечному напрямі, а також вібрації диску в процесі різання (коливання в осьовому напрямку) за рахунок невисокої жорсткості інструменту. Все це негативно впливає на якість різання (поява на поверхні, що оброблена, відколів, тріщин, рисок).

Для збільшення жорсткості інструмента використовуються притискні фланці діаметром D_ϕ :

$$D_\phi = \frac{D_\phi}{1.5}, \quad (3.7)$$

де D_ϕ – діаметр фланця, мм;

D_ϕ – діаметр відрізного диску, мм.

Крім цього, для підвищення жорсткості інструмента використовується підвищення швидкості різання (6000 – 8000 об·хв⁻¹). При збільшенні швидкості різання відцентрова сила, яка направлена по радіусу диска, надає йому додаткову жорсткість. Крім цього, збільшення швидкості різання зменшує сили різання (зменшується середня величина шару скла, що знімається кожним алмазним зерном), що сприятливо впливає на підвищення зносостійкості інструмента і якості різання.

Згідно рекомендаціям при швидкостях різання більш 10000 об·хв⁻¹ починається сильна вібрація.

З двох видів дисків (100 мм і 200 мм) перевага віддається кругу діаметром 100 мм, оскільки останній має більш кращу якість різання.

Для фіксації закріплення скляних зразків в пристосуванні застосовується армування. Крім того, армування дозволяє підвищити вібростійкість компонентів системи і забезпечити об'ємний контакт деталі з пристосуванням.

В якості засобів, що армують, використовуються самотвердіючі оборотні речовини, які при кімнатній температурі переходять з рідкого стану в твердий, утворюючи адгезійно-когезійний зв'язок, і що дозволяють досить легко видаляти їх з матеріалу, що оброблювався, та дають можливість неодноразового їх використання.

При використанні механічного різання скляних зразків на шайби використовується сплав Вуда або ключа речовина, яка складається з бджолиного воску і каніфолі (піцеїн).

Характеристика армуючих матеріалів. Сплав Вуда – легкоплавка, гранульована речовина сірого кольору на основі вісмуту (Bi – 50 %; Pb – 25 %; Sn – 12,5 %; Cd – 12,5 %). Механічні характеристики сплаву: $\sigma_p = 4,2 \text{ кг}\cdot\text{мм}^{-2}$; $HB = 9,2 \text{ кгс}\cdot\text{мм}^{-2}$; $\delta = 25 \%$; $\rho = 9,4 \text{ г}\cdot\text{см}^{-3}$; $T_{\text{пл}} = 341 \text{ К}$.

Розплавляння і віддалення армованого шару проводять зануренням деталі в гарячу воду при температурі 338 – 343 K. Сплав придатний для 3 – 5 кратного армування, після чого рецептура його втрачає адгезійно-когезійні властивості. Бджолиний віск – пластична речовина кристалічної будови від золотистого до жовто-коричневого кольору. Густина при температурі 288 K складає 0,956 – 0,970 г·см⁻³. Віск являє собою: з'єднання складних ефірів, жирних кислот, ефірних масел і води; водонепроникний і стійкий до кислот; частково розчиняється в бензині, повністю в трихлоретилені. При температурі 334 – 356 K переходить в рідкий стан. Віск має медовий запах і нешкідливий в роботі.

Каніфоль – прозора крихка речовина від світло-жовтого (вищий сорт) до темно-коричневого кольору, що є продуктом відгону летких частин живиці деревини хвойних порід. Температура розм'якшення 328 – 356 K, густина 1,07 г·см⁻³, коефіцієнт усадки 3,9 %. Розчиняється в спирті, ацетоні або бензині.

Виготовлення піцеїну (25 % каніфоль, 75 % бджолиний віск) виробляється змішуванням вихідних компонентів і подальшим варінням. Час варіння впливає на властивості піцеїну і повинен підбиратися дослідним шляхом.

Особливості приготування піцеїну. Спочатку віск зважується і розплавляється в лотку. Для віддалення осаду віск треба проціджувати скрізь марлю. До розплавленого воску додається розтерта каніфоль та постійно перемішується. Суміш нагрівається до температури 423 – 573 K протягом 10 – 15 хвилин, після чого отриману клейку речовину заливають у форми і охолоджують.

Для різання скла кращі результати показало армування скла піцеїном, ніж сплавом Вуда.

Різання шайб товщиною 1,2 – 2,0 мм здійснюється зі швидкістю різання 6300 об·хв⁻¹. Швидкість подачі 16 ± 2 мм·хв⁻¹.

Оскільки при різанні виділяється велика кількість теплоти, то охолодження зони різання здійснюється водою. Крім того, наявність рідини, що охолоджує, сприяє віддаленню відходів матеріалу, що розрізається, із зони різання. Це підвищує якість різання.

Послідовність технологічних операцій різання зразків на шайби:

1. Приготування клейкої речовини – піцеїну (температура 369 – 371 K).
2. Приклеювання зразків до скляної пластини (температура 363 – 283 K).
3. Приклеювання скляної пластини зі зразками до пристосування (температура 363 – 283 K).
4. Різання скляних зразків.
5. Очищення і сушка.
6. Контроль якості різання.

Очищення скляних деталей після механічного різання. Операція очищення після механічного різання скляних зразків на шайби проводиться у декілька етапів.

На першому етапі скляні шайби завантажуються у ванну з розчином їдкою натрію. Розчин готується з розрахунку 25 г на 1 літр дистильованої води. Очищення в розчині луку проводиться при температурі 371 – 373 K протягом 20 – 30 хв (періодично перемішуючи).

На другому і третьому етапах виконується промивання в гарячій та холодній дистильованій воді відповідно.

На наступному етапі миття скло обробляється в концентрованій азотній кислоті (густина 1,4) при кімнатній температурі протягом 5 – 10 хв з подальшим промиванням у дистильованій воді (до 3 хв) і сушкою при температурі 386 – 396 K протягом 20 – 30 хв.

Після операції очищення скляні шайби піддаються контролю зовнішнім оглядом і мікрометром.

Вимоги до скляних зразків після механічного різання. Розмір шайб повинен відповідати кресленню. На шайбах не допускається наявність чужорідних включень, раковин, сколов, деформацій поверхні.

Вимоги до поверхні скляних деталей. До поверхні скляних деталей, що будуть використовуватися для металографічного аналізу, висуваються наступні вимоги:

- чистота поверхні;
- чистота обробки поверхні ($R_a \leq 0,02$ мкм);
- відсутність мікротріщин у приповерхневому шарі;
- площинність поверхні;
- гострота граней.

Шліфування скляних деталей. Шліфування проводиться водною суспензією карбиду кремнію на металевому диску, а полірування водною суспензією оксидів заліза на смоляному полірувальнику. Це дає поліровану поверхню високого класу чистоти, площинності та гостроти граней. В якості устаткування при обробці скла використовується шліфувально-полірувальний верстат.

Металевий притир 1 (Сталь 45) з нанесеною на нього суспензією обертається з швидкістю 60 – 120 об·хв⁻¹ (рис. 3.18). Рівномірний розподіл суспензії по поверхні притиру відбувається під впливом шайби 2, виготовленою з того ж матеріалу що і притир. Закріпленні на металевій пластині 3 скляні деталі притискаються вагою 4 (550 г). Шайбі 2 через ролики 6 важелем 5 передається коливальний рух внаслідок чого вона разом з вагою, металевою пластиною і деталями довільно обертається в тому ж напрямі що і притир 1. Притир кріпиться до валу гвинтом 7, що дозволяє при зміні операції виконати його заміну. Частота коливань важеля знаходиться в залежності від обертів притиру і відноситься як $1:3 = n_{важеля} : n_{притира}$. Диски можуть використовуватися з двох сторін (рис. 3.19).

Закріплення деталей на металеву пластину (рис. 3.20) робиться за допомогою піцеїна (75 – 80 % каніфолі, 20-25 % воску). Шар, що склеює, має бути мінімальним з метою зведення дефекту установки (клиновидності) до мінімуму.

Шліфування скляних зразків проводиться водною суспензією карбідів кремнію в 3 стадії.

Перша стадія:

діаметр частинок.....40 мкм
 час шліфування 3 – 10 хв
 (в залежності від точності встановлення деталей)
 інтенсивність шліфування..... $28,9 \text{ мм}^3 \cdot (\text{хв} \cdot \text{кгс})^{-1}$

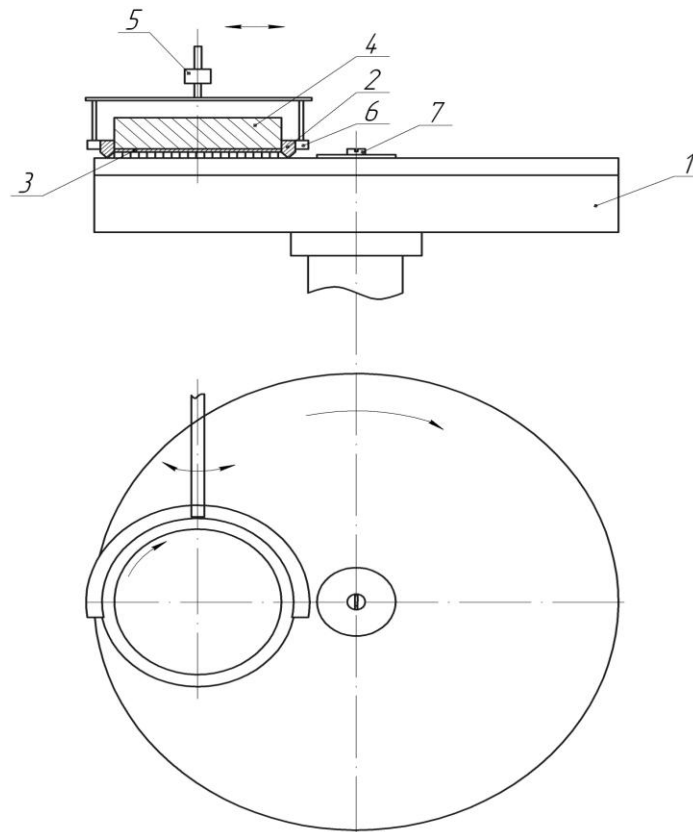
Друга стадія:

діаметр частинок.....28 мкм
 час шліфування..... 3 – 7 хв
 інтенсивність шліфування..... $11,4 \text{ мм}^3 \cdot (\text{хв} \cdot \text{кгс})^{-1}$

Третя стадія:

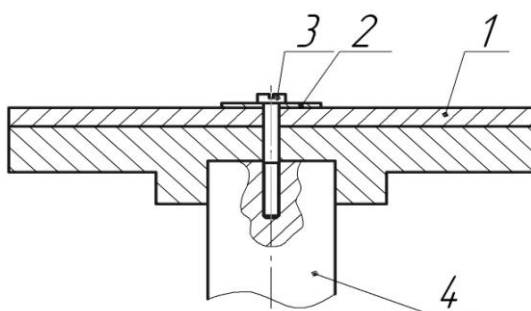
діаметр частинок.....10 мкм
 час шліфування..... 2 – 5 хв
 інтенсивність шліфування..... $9,2 \text{ мм}^3 \cdot (\text{хв} \cdot \text{кгс})^{-1}$

Після шліфування вільним абразивом (водною суспензією карбиду кремнію) скло має рівномірну матову поверхню без сколів по краях, або з незначною кількістю сколів, що відповідає вимогам гостроти граней і площинності.



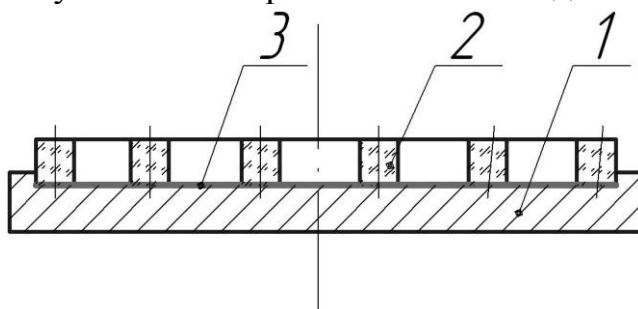
1 – притир; 2 – шайба; 3 – пластина;
 4 – вага; 5 – важіль; 6 – ролики; 7 – гвинт

Рисунок 3.18 – Шліфувально-полірувальний верстат



1 – змінний диск; 2 – шайба; 3 – гвинт; 4 – вал

Рисунок 3.19 – Кріплення змінних дисків



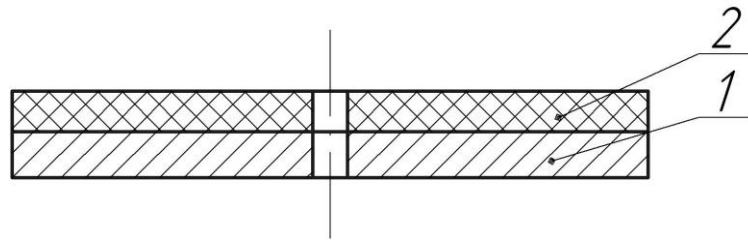
1 – металева пластина; 2 – скляні деталі;
3 – піщїн

Рисунок 3.20 – Кріплення скляних зразків на пластині

Технологія полірування скляних деталей. Полірування скляних деталей здійснюється водною суспензією оксидів заліза на смоляному полірувальнику. Процес полірування ґрунтується на хіміко-механічній взаємодії оксидів заліза із склом. В результаті цього процесу порушений шліфовкою шар мікротріщин поступово знімається. Таким чином, порушена структура скла залишається мінімальною. Замість оксидів заліза також можливо використовувати м'які поліруючі порошки на основі окислу церію, цирконію або торію.

Нанесення суспензії здійснюється вручну: пензликом або поливанням з поліетиленового еластичного балона на вільну частину полірувальника. В якості устаткування використовується шліфувально-полірувальний верстат на якому замість притиру встановлюється смоляний полірувальник.

Смоляний полірувальник (рис. 3.21) є металевим диском 1 з отвором для кріплення на який нанесена пеко-каніфолійова смола 2 в співвідношенні 20 – 25 % пека і 75 – 80 % каніфолі.



1 – металічна пластина;
2 – пеко-каніфолійова смола

Рисунок 3.21 – Смоляний полірувальник

Полірувальник затискається на шліфувально-полірувальному верстаті гвинтом так само, як і притири.

При виготовленні полірувальника приготована пеко-каніфолійова смола в розплавленому вигляді виливається на підігрітий металевий диск, по краях якого приклеюється паперова стрічка. Після охолодження полірувальник встановлюється на полірувальному верстаті і підрізається ножом до потрібної площинності. Для створення на полірувальнику поверхні потрібної площинності, а також для створення поліруючого шару, полірувальник, зі встановленою на ньому шайбою 2 (рис. 3.19) приробляється протягом 30 хв. При приробленні полірувальника його поверхня змочується тією ж суспензією що і при поліровці скла.

Перед проведенням операції полірування шліфовані скляні деталі піддаються ретельному промиванню в проточній воді.

Поліровка скляних деталей проводиться на наступних режимах:
частота обертів полірувальника.....60 – 80 об·хв⁻¹;
час полірування.....30 – 40 хв;
вага притиску.....500 г.

В якості абразиву використовується порошок оксиду заліза (поліроль).

Консистенція водної суспензії оксидів заліза підбирається дослідним шляхом. Спочатку, протягом 10 – 20 хв, використовується густа фракція. Надалі застосовується рідша і остаточно ведеться процес використовуючи майже воду.

Проведення операції полірування на смоляному полірувальнику водною суспензією оксидів заліза дає поліровану поверхню скла, що відповідає високим вимогам чистоти обробки ($R_a \leq 0,02$ мкм), площинності та гостроти граней.

Очищення скляних деталей після шліфовки та поліровки. Після шліфовки на поверхні деталей залишається велика кількість забруднень: залишки матеріалів, що армують, рідкої фази діамантових суспензій і паст, жирових та інших (органічні забруднення); частки абразиву і відходів обробки, пил, волокна полірувальника (механічне забруднення); сліди від пальців (неорганічні забруднення).

Технологічний процес очищення скла здійснюється по тій же методиці, що і після механічного різання.

При значному забрудненні скляних деталей перед обробкою в розчині їдкого натрію здійснюється витримка протягом 5 – 10 хвилин у ванні з ацетоном і сушкою на повітрі при температурі 291 – 293 К. У виробничих умовах доцільніше для цього використовувати фреони, тетрахлоретилен або трихлоретилен.

В процесі шліфування поверхні деталей адсорбують метали що беруть участь в процесі механічній обробці і які надалі можуть вступити в хімічну взаємодію та стати джерелом зниження якості зварного з'єднання. Віддалення цих металів передбачається обробкою в концентрованій азотній кислоті.

Для зменшення розтравлювання поверхні скла процес промивання в азотній кислоті повинен здійснюватися при мінімальній витримці.

3.5.3 Методи визначення фазового складу

Оптична мікроскопія дозволяє проводити, як якісний, так і кількісний структурно-фазовий аналіз матеріалів.

При використанні металографічного аналізу поверхні та об'єму збільшення складає до 1000 *крат*, а при використанні ультрафіолетових променів абл імерсії до 1800 – 2000 *крат*.

В теоретичному плані металографічного аналізу лежить *перше основне стереометричне співвідношення*, згідно якого доля фази в об'ємі сплаву ΣV_{α} , на площі шліфа ΣF_{α} , на січній лінії Σh_{α} і доля випадкових точок Z_{α} , які потрапили на фазу, дорівнюють одне одному (3.8):

$$\Sigma V_{\alpha} = \Sigma F_{\alpha} = \Sigma h_{\alpha} = \Sigma Z_{\alpha} . \quad (3.8)$$

Співвідношення (3.8) виведено математично строго. Воно показує, що вимірювання відносного об'єму фази (або структурної складової) у сплаві можна замінити вимірюванням та підсумовуванням площ на одиниці площі шліфа, довжин відрізків на одиниці довжини січної лінії або підрахунком числа випадкових точок на шліфі. Визначення об'ємної долі фаз сплаву можна робити по одному з цих трьох варіантів, незалежно від загального числа фаз або структурних складових сплаву.

На основі цього співвідношення були розроблені наступні методи кількісного фазового складу об'єкта:

- лінійний;
- точковий;
- планіметричний.

З вказаних трьох методів:

- лінійний – найпродуктивніший, але менш точний;
- точковий більш трудомісткий ніж лінійний, але більш точний і є найбільш використовуваним;
- планіметричний найбільш точний, але найбільш трудомісткий.

За лінійним методом на поле зору мікроскопа (те, що бачить дослідник в окуляр) накладається лінійна шкала, за точковим квадратна сітка (рис. 3.22), за планіметричним методом вимірюється сумарна площа перерізу мікрочастинок даної структурної складової на визначеній площі металографічного шліфа.

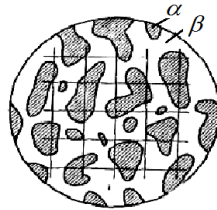


Рисунок 3.22 – Схема визначення об’ємних часток α та β точковим методом шляхом накладення квадратної сітки з 25 вузловими точками

За точковим методом (рис. 3.32) підраховується кількість точок сітки, що лягли на фазу, кількість якої визначається. Таких сіток накладається декілька на різні (послідовні) поля зору і визначається відносна кількість цих точок до загальної кількості всіх точок в накладених сітках. В такому випадку кількість фази визначається:

$$\Sigma V_{\alpha} = \frac{n}{Z} 100\% , \quad (3.9)$$

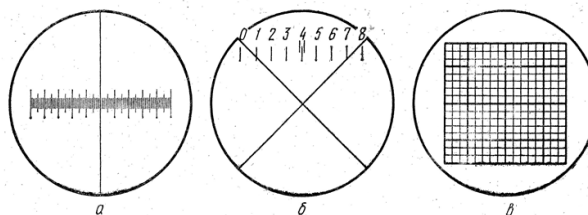
де ΣV_{α} – об’ємна частка фази, що визначається, в матеріалі, %;

n – кількість точок сіток, що лягли на фазу, кількість якої визначається;

Z – загальна кількість всіх точок в накладених сітках.

На практиці знайшло використання дослідження поверхні злому після механічного руйнування зразків – **фрактографія**. Основна ціль досліджень зломів деталей, це встановлення причин руйнування металу, а зломів зразків – виявлення особливостей будови металу.

Проведення кількісних досліджень. При проведенні кількісних досліджень (визначення величини зерна, структурної складової, товщини шару та т. і.) використовують окулярні вкладиші (рис. 3.23). Це скляні пластинки, на які нанесена шкала (звичайно на 100 поділок), квадратна сітка, перехрестя та т.і. Ці пластинки вставляють в окуляр між лінзами.



а – з шкалою; б – з перехрестям; в – з сіткою

Рисунок 3.23 – Окулярні вкладиші

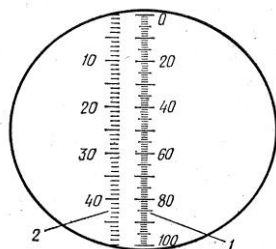
Окуляр з вимірювальним вкладишем має назву окуляр-мікрометр. Відстань між поділками шкали звичайно дорівнює 0,1 мм. Так як окуляри використовують в комбінації з різними об'єктивами, то для кожного збільшення мікроскопа ціна поділки окуляр-мікрометра визначається окремо за допомогою об'єкт-мікрометра.

Об'єкт-мікрометр. Об'єкт-мікрометр використовується для визначення збільшення мікроскопа, ціни поділки лінійних шкал окулярних вкладишів і виконання абсолютних вимірювань з окулярами.

Об'єкт-мікрометр являє собою пластинку зі шкалою. На шкалі нанесено 100 поділок, відстань між двома окремими поділками 0,01 мм, а загальна довжина шкали 1 мм. Ціну поділки окуляр-мікрометра при заданому збільшенні визначають наступним чином. На предметному столику розміщують об'єкт-мікрометр шкалою до низу. В тубус мікроскопа встановлюють окуляр-мікрометр і, шляхом переміщення окулярної лінзи в тубусі, отримують різке зображення шкали окуляра. За допомогою грубої та мікрометричної подач отримують різке зображення шкали об'єкт-мікрометра. Ретельно сфокусувавши, роблять суміщення зображення шкал об'єкт-мікрометра і окуляр-мікрометра. Повертаючи окуляр обидві шкали встановлюють паралельно (рис. 3.24). Вибирають цілу кількість поділок шкали об'єкт-мікрометра m . По шкалі окуляр-мікрометра визначають скільки поділок n шкали окуляра займуть зображення вибраної кількості поділок шкали об'єкт-мікрометра. Ціну поділки окуляр-мікрометра визначається по формулі (3.10):

$$d_{ок} = D_{об} \frac{m}{n}, \quad (3.10)$$

- де $d_{ок}$ – ціна поділки окуляр-мікрометра, мм;
 $D_{об}$ – ціна поділки шкали об'єкт-мікрометра, мм;
 m – кількість поділок шкали об'єкт-мікрометра;
 n – кількість поділок шкали окуляр-мікрометра.



1 – шкала об'єкт-мікрометра; 2 – шкала окуляр-мікрометра

Рисунок 3.24 – Суміщення шкали об'єкт-мікрометра зі шкалою окуляр-мікрометра при визначенні ціни поділки шкали окуляр-мікрометра

Наприклад, при даному збільшенні 40 поділок шкали об'єкт-мікрометра займають 20 поділок шкали окуляр-мікрометра. Ціна поділки об'єкт-мікрометра 0,01 мм. В такому разі ціна поділки окуляр-мікрометра при даному збільшенні буде:

$$d_{ок} = 0,01 \frac{40}{20} = 0,02 \text{ мм.}$$

Для визначення розміру об'єкта $h_{ок}$ по шкалі окуляр-мікрометра використовують формулу (3.11):

$$h_{ок} = n_{ок} \cdot d_{ок}, \quad (3.11)$$

Користування мікрометричним барабаном окуляр-мікрометра. При користуванні мікрометричним барабаном окуляр-мікрометра для визначення розмірів об'єкта h_{δ} , що спостерігається в окулярі і виходить за його межі, можна користуватися формулою (3.12):

$$h_{\delta} = n \cdot d_{\delta}, \quad (3.12)$$

де n – кількість поділок шкали мікрометричного барабану;
 d_{δ} – ціна поділки шкали барабана окуляр-мікрометра, мм.

Для визначення ціни поділки шкали барабана d_{δ} окуляр-мікрометра потрібно перемістити барабаном “позначку” у вигляді двох паралельних ліній (на рис. 3.23 вона знаходиться біля цифри 4) в нульове значення шкали окуляр-мікрометра. Перевірити, щоб шкала мікрометричного барабану знаходилася в нульовому положенні. Гвинтами переміщення столика мікроскопа поєднати нульове значення шкали об'єкт-мікрометра з нульовим значенням шкали окуляр-мікрометра. Обертаючи барабан окуляр-мікрометра встановити “позначку” напроти якої-небудь цифри (наприклад, 40) шкали об'єкт-мікрометра. По шкалі мікрометричного барабану визначити кількість поділок k . Ціна поділок шкали барабана окуляр-мікрометра визначається за формулою (3.13):

$$d_{\delta} = D_{об} \frac{m}{k}, \quad (3.13)$$

де $D_{об}$ – ціна поділки шкали об'єкт-мікрометра, мм;
 m – кількість поділок шкали об'єкт-мікрометра;
 k – кількість поділок на шкалі барабана окуляр-мікрометра.

4 Методи дослідження вмісту газів в матеріалах

Перед проведенням досліджень, які пов'язані з вмістом газів в матеріалах для конкретного випадку необхідно зібрати та проаналізувати наступну інформацію:

- 1) звідки можуть взятися гази в матеріалі;
- 2) в якому вигляді вони можуть бути присутні в матеріалі;
- 3) до яких наслідків може привести присутність газів в матеріалі.

В загальному випадку гази можуть надходити: з повітря; за рахунок дисоціації оксидів (кераміки, скло, ситали, якщо працюють при високих температурах); при експлуатації в активних газах тощо.

В матеріалі гази можуть бути присутні у вигляді:

- атомарному і входити до складу твердого розчину;
- молекулярному у вигляді пор та накопичуватися в мікротріщинах;
- входити до складу хімічних сполук, що утворилися при експлуатації

тощо.

Наявність газів в матеріалі значно погіршує його механічні і фізико-хімічні властивості. Розчинений у залізі кисень негативно впливає на властивості сталі. Цей вплив зводиться: окислюється залізо та легуючі елементи; знижуються механічні характеристики сталі; виникає синьо- та червоноламкість сталі; знижується стійкість проти корозії; підвищується омичний опір; знижується магнітна проникливість тощо.

Накопичення газів в порах, усадочних раковинах веде до збільшення тиску в вказаних об'ємах. Якщо цей тиск перевищить межу плинності і міцності, то в матеріалі з'являться спочатку мікротріщини, а потім почнеться його руйнування.

Враховуючи великий вплив присутності газів в матеріалі на його властивості, в цілому, на працездатність конструкції, дослідження вмісту газів в матеріалі є достатньо актуальним.

Для дослідження вмісту газів, що знаходиться у вигляді пор, достатньо ефективним є метод ультразвукової дефектоскопії.

Дослідити гази, які адсорбовані на поверхні металів, дозволяє один з емісійних методів аналізу твердих тіл – **метод термічної десорбції** (метод „спалаху”), шляхом їх випаровування у вакуум. У простішому випадку цього методу інформацію про процеси ТД отримують із аналізу залежностей тиску в замкнутому об'ємі від температури зразка. Чутливість методу при реєстрації продуктів десорбції досягає 10^{-5} моношарового покриття адсорбенту, який десорбує у вигляді газу, та 10^{-3} моношарового покриття адсорбенту, який десорбує у вигляді конденсованої речовини при відносній площі поверхні адсорбенту близької до 0.1.

Прилади з використанням мас-спектрометрів дозволяють вимірювати парціальні тиски суміші газів, які десорбували та встановити їх хімічну природу. Вони дозволяють також проводити кількісну оцінку продуктів

десорбції, як у стаціонарному режим (метод „спалаху”), так і у нестаціонарному режимі (метод постійного потоку).

Сліди присутності газів в твердому тілі можна визначити за допомогою **іскрової мас-спектроскопії**, яка теж є одним з емісійних методів.

Для дослідження газів в об’ємі твердого тіла можна використовувати і методи зондування поверхні зразка, що вирізано з об’єму, швидкими електронами. Так, за методом електронно-зондової мас-спектроскопії при випаровуванні газів, які знаходилися у твердому тілі, дифундують до поверхні та виходять у вакуумну камеру. Це веде до зниження вакууму до $(6 - 9) \cdot 10^{-2}$ Па. Виникає перепад тиску між мас-спектрометром та робочою камерою. Гази скрізь діафрагму починають перетікати до камери іонізації іонного джерела мас-спектрометра. Чутливість таких приладів по водню становить $1 \cdot 10^{-6} \%$, кисню $3 \cdot 10^{-5} \%$, точність аналізу до 8%.

Для дослідження вмісту газів в твердому тілі можна також використовувати :

- растрову електронну мікроскопію;
- зондування повільними електронами в частковості:
 - електронну оже-спектроскопію відповідно до якої спектри оже-електронів зареєстровані практично для усіх елементів періодичної системи Д.І.Менделєєва (водень і гелій не дає оже-спектрів);
 - метод електронно-стимулюючої десорбції.
 - зондування електромагнітним випромінюванням, наприклад лазерна мас-спектроскопія;
- зондування поверхні іонами, наприклад:
 - мас-спектроскопія вторинних іонів;
 - спектроскопія розсіяних повільних іонів;
 - методи іонно-електронної емісії.

5 Методи, методики для визначення властивостей покриттів та матеріалів з покриттями

5.1 Загальна класифікація методів та методик дослідження структури та властивостей покриттів та матеріалів з покриттями

Для забезпечення заданих властивостей поверхні конструкційних матеріалів (корозійна стійкість, зносостійкість, тонування тощо) на їх наносять відповідне покриття.

Перед проведенням досліджень властивостей покриттів необхідно знати:

- галузі використання покриттів (захист від агресивних середовищ та зовнішніх механічних діянь, тонування скла, декоративне покриття тощо);
- методи нанесення покриттів;
- властивості матеріалів, які використовуються для покриттів та на які вони наносяться;
- методи та методики оцінки властивостей самих покриттів та міцність їх з'єднання з основою.

Класифікація напрямків дослідження структури та фізико-хімічних властивостей покриттів та матеріалів з покриттями наводиться нижче [16, 17].

При випробуванні (дослідженні) покриттів визначаються:

- **механічні властивості покриття:**
 - а) модуль пружності;
 - б) твердість і мікротвердість;
 - в) пластичність;
 - г) когезійна міцність;
 - д) контроль зовнішнього вигляду;
 - ж) контроль товщини покриття;
 - з) контроль шорсткості;
- **фізичні властивості покриття:**
 - а) густина;
 - б) пористість;
 - в) газопроникливість;
 - г) електричність;
 - д) теплопровідність;
 - е) коефіцієнт тертя;
 - ж) температурний коефіцієнт лінійного розширення;
 - з) оптичні властивості;
- **захисні властивості:**
 - а) при високих температурах;
 - б) в корозійному середовищі;
- **випробування на зношування:**
 - а) гідроабразивне;
 - б) газоабразивне;

- в) в абразивній масі;
- г) ударно-абразивне;
- д) при фретінг-корозії;
- е) при терті ковзання;
- **структурні дослідження покриття:**
 - а) металографічний аналіз;
 - б) електронна мікроскопія, що просвічує;
 - в) растрова електронна мікроскопія;
 - г) рентгеноструктурний аналіз;
 - д) рентгеноспектральній та мікрорентгеноспектральній аналізи.

При випробуванні (дослідженні) матеріалів з покриттями визначаються:

- **залишкові напруження:**
 - а) механічними методами;
 - б) рентгеноструктурним аналізом;
- **статичні та динамічні випробування:**
 - а) на розтяг;
 - б) на твердість і мікротвердість;
 - в) на мікропластичність;
 - г) на високотемпературний розтяг;
 - д) оцінка внутрішнього тертя;
- **випробування на втому:**
 - а) багато циклові;
 - б) мало циклові;
 - в) контактні;
 - г) термічні;
- **випробування на тріщиностійкість:**
 - а) статичні;
 - б) динамічні;
 - в) циклічні;
- **дослідження міцності з'єднання покриття з основою:**
 - а) штифтовим методом;
 - б) випробування на зсув;
 - в) клеєвий метод;
 - г) метод склерометрії;
 - д) вдавлювання індентора;
 - е) ударні випробування;
 - ж) металографічний аналіз;
 - з) ультразвукова дефектоскопія;
 - и) розтяг, згин;
- **структурні дослідження з'єднання покриття з основою:**
 - а) металографічний аналіз;
 - б) електронна мікроскопія, що просвічує;
 - в) растрова електронна мікроскопія;
 - г) рентгеноструктурний аналіз;

д) рентгеноспектральній аналіз.

5.2 Особливості визначення властивостей покриттів та матеріалів з покриттями

Статичні випробування проводять на зразках стандартизованої форми та розмірів на спеціальних та універсальних машинах.

Межа міцності покриттів завжди нижче ніж межа міцності монолітного матеріалу з тієї ж речовини, так як міцнісні властивості покриттів обумовлені силами з'єднання між окремими частинками покриття – когезійними властивостями покриття. Для таких випробувань (міцність, відносне подовження, модуль пружності тощо) використовуються спеціальні машини – мікромашини та зразки і відповідні методи [16].

Для **вимірювання твердості** застосовують методи визначення твердості по Роквелу (найбільш розповсюджений), Віккерсу та Бринелю. При необхідності визначення твердості мікрооб'єму покриття, використовують метод мікротвердості, за яким досліджується твердість окремих частинок, структурних складових та анізотропія твердості на різних ділянках покриття.

Процеси в області мікродеформації, наприклад пластичного подовження від 0 до 10^{-3} , є структурно-чутливими. **Дослідження мікропластичності** дає інформацію про властивості, у тому числі про склад і дислокаційну структуру тонких приповерхневих шарів покриттів.

Контроль зовнішнього вигляду покриття проводять неозброєним оком та за допомогою оптичних методів (10-кратна лупа ЛІ-3, ЛІ-4 по ГОСТ 8309-75 при коефіцієнті природного освітлення на поверхні не менше 1.5, а штучного освітлення лампами розжарювання освітленість повинна бути не менше 150 лк і люмінесцентними лампами не менше 300 лк).

Контроль товщини проводиться в основному двома методами:

а) як різниця між поперечними розмірами зразків з покриттям та без нього за допомогою товщиновимірювачів різних класів;

б) за допомогою металографічних (оптичних) методів досліджень.

Для **визначення мікрошорсткості покриття** використовують профілограф-профілометри.

Для **виявлення пор** у покритті використовуються методи нанесення паст та змазування покриття реактивами, що дають з основою пофарбовані з'єднання [17].

Для **визначення міцності зчеплення покриття з основою** використовуються руйнівні та неруйнівні методи контролю.

З методів, що не руйнують з'єднання, найкраще підходить ультразвуковий метод [17], який дозволяє виявити пори, тріщини, місцеві відшарування та зробити якісну оцінку адгезійної міцності. На практиці використовуються три варіанти ультразвукової дефектоскопії:

- дзеркально - тінювий з відбиттям від границі розділу;
- дзеркально - тінювий з відбиттям від донної поверхні;

- наскрізне прозвучування.

З перерахованих трьох варіантів найкращим є третій варіант. Крім того для підвищення ефективності дослідження рекомендується сполучати ультразвукову техніку з голографією. Це дозволяє використовувати більш низькі частоти та забезпечує можливість розрізняти близько розташовані дефекти.

Для визначення міцності зчеплення покриття з основою використовуються і методи металографічного аналізу границі покриття-основа.

Для визначення якості зчеплення покриття з основою з використанням руйнівних методів, основними показниками якості є:

- міцність зчеплення (проводять випробування на відрив, зріз та згин);
- пористість (загальна, відкрита, закрита та наскрізна);
- стійкість до зношування;
- макро- та мікротвердість.

В окремих випадках може ставитися задача по визначенню стійкості покриття до окислення, корозії, термостійкості, теплопровідності, коефіцієнта термічного розширення тощо.

5.3 Структурні дослідження покриттів

Металографічний (мікроструктурний) аналіз дозволяє визначити мікроструктуру покриття, основи, перехідної зони, а також провести якісний та кількісний аналіз фазового складу. При використанні металографічного аналізу покриттів збільшення складає звичайно до 1000 *крат*, а при використанні ультрафіолетових променів чи імерсії збільшення до 2000 *крат*.

Вивчення структури границі та перехідної зони між покриттям та основою пов'язано з певними труднощами:

- необхідно використовувати роздільне травлення матеріалів покриття та основи, що ускладнює отримання якісного об'єкту дослідження;
- коли при напиленні утворюється перехідна зона, то її розміри зазвичай невеликі, і тому важко отримати достовірну інформацію про структуру приграничних шарів.

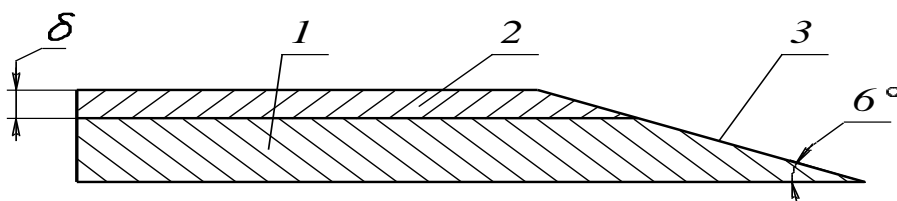
По характеру границі між покриттям та основою можна судити про рівень міцності їх з'єднання:

- а) коли границя достатньо чітка, то зв'язок основи і покриття здійснюється за рахунок механічної взаємодії;
- б) не суцільності на границі вказують на не якісне нанесення покриття;
- в) виникнення перехідної зони вказує на хімічну взаємодію між покриттям та основою (на це вказує розмитість зображення границі).

Процес виготовлення зразків для оптичної мікроскопії включає в себе вирізку зразка з покриттям, шліфування, полірування (рахується як задовільне, коли при збільшенні в 300 *крат* не спостерігаються риси), травлення (при необхідності). Звичайно вирізають поперечні зразки, площина дослідження у яких розташована перпендикулярно до покриття. У випадку тонких покриттів

для більш детального вивчення структури і підвищення точності вирізають косі шліфи (рис. 5.1), площина яких розташована під гострим кутом до поверхні покриття.

Площа робочої поверхні зразка звичайно становить $1 - 2 \text{ см}^2$, висота $2.0 - 2.5 \text{ см}$. При вирізанні зразків необхідно, щоб ріжучий інструмент (алмазні та карборундові круги) рухався від покриття до основи (для попередження відшарування покриття від основи) та попередити перегрів (штучне охолодження) зразків (може відбутися зміна структури основи).



1 – основа; 2 – покриття;
3 – плоский шліф; δ – товщина покриття

Рисунок 5.1 – Схема косої шліфки для дослідження структури і заміру мікротвердості покриття

Електронна мікроскопія, що працює на просвічування, дає широкі можливості при дослідженні покриттів:

- встановлювати взаємозв'язок структури матеріалу з комплексом фізико-механічних характеристик (встановлювати кореляцію границі основа-покриття з рівнем міцності з'єднання та інше);
- вивчати дислокаційні особливості будови покриття, основи та перехідної зони;
- отримати пряму інформацію про морфологію, природу, розміри і кількість структурних складових у покритті та основи, отримувати інформацію про структурні зміни в поверхневих шарах основи, які відбуваються при нанесенні покриття;
- вивчати злами деталей та зразків з покриттями з визначенням типу зламу, механізму руйнування та різноманітних міжкристалічних явищ;
- вивчати структуру поверхні покриттів при великих збільшеннях;
- на мікроскопах з додатковими приставками можна знімати електроннограми на просвіт з великої ділянки зразка та з мікроділянок;
- вивчати кінетику руйнування мікроразків при тепловому і механічному навантаженні, спостерігати розмноження та переміщення дислокацій.

Для вивчення зразків типу покриття-основа використовуються звичайно мікроскопи першого класу (п. 3.3.1).

Розрізняють три методи електронно-мікроскопічного дослідження:

- 1) непрямий;
- 2) напівпрямий;

3) прямиий.

У практиці дослідження покриттів отримав розповсюдження непрямий метод аналізу (методично більш простіший) за допомогою реплік, що знімаються з поверхні зразка. При цьому:

- визначається характер границі покриття з основою;
- розглядається тонка побудова різних видів покриттів;
- встановлюються фазові та структурні зміни в поверхневих шарах основи тощо.

Зняття реплік з металів з покриттями проводиться по відповідним стандартним методикам.

Напівпрямий метод сполучає у собі елементи непрямого (зняття реплік) та прямого мікродифракційного вивчення другої фази, частинки якої витягуються з матеріалу в репліку і може використовуватися для дослідження матеріалу основи.

Прямий метод найбільш інформативний та дозволяє безпосередньо вивчати тонкі плівки (фольги), але не знайшов широкого практичного використання із-за важкого виготовлення зразків, котрі повинні мати паралельні та відполіровані поверхні та бути достатньо тонкими.

Найбільш відомий метод виготовлення металевих зразків – електрополірування, не може бути використаним для вивчення покриття, так як:

- значна анізотропія і структурна неоднорідність покриття веде до вибіркового травлення;
- багато покриттів не проводять електричний струм;
- пори та мікротріщини розтравлюються, збільшуються в розмірах та спотворюють реальну структуру;
- покриття та основа мають різні хімічні властивості, тому витравлювання має вибіркового розвитку на одному з матеріалів або по границі розділу.

Ці труднощі затримали розповсюдження методу фольг при дослідженні зразків покриття-основа, і електронно-мікроскопічний аналіз в основному проводиться за непрямим методом.

Є дані про використання прямого методу в сукупності з іонним витравлюванням (препаруванням) для тонких матеріалів, як керамічні, тугоплавкі та пористі матеріали, що містять фази з різними фізико-хімічними властивостями. За цим методом витравлювання, іони з енергією 3 – 6 кеВ під кутом 60° – 85° бомбардують зразок, вибивають з нього один чи декілька атомів в розрахунок на один іон. Відбувається витончення зразка зі швидкістю $0.5 - 5 \text{ мкм}\cdot\text{год}^{-1}$. В якості робочого газу використовується аргон. Можна проводити одночасно бомбардування зразка з обох сторін (використовуються дві іонні пушки).

Для вивчення тонких покриттів використовуються декілька прийомів. Так, за одним з них, дві однакові заготовки склеюють епоксидною смолою так, щоб поверхні покриття були звернені один до одного. З з'єднання, що

отримали, виготовляють циліндр, який потім розрізають на диски, до складу яких входять основа, покриття та клей. Диски стоншують іонним травлюванням, потім проводять електронно-мікроскопічний аналіз для виявлення структури по всьому поперечному перерізу покриття і основи.

До недоліків іонного травлювання відносять малу швидкість витончення, нагрів зразків та пошкодження зразка іонами.

Растрова електронна мікроскопія, що сканує, достатньо широко використовується для дослідження матеріалів з покриттям. В основному це електронні мікроскопи зі збільшенням до 100000 *крат* та розділенням до 50 – 70 Å .

Дослідження матеріалів з покриттям за допомогою растрових електронних мікроскопів дозволяє:

- проводити морфологічний аналіз зламів зразків з покриттям;
- оцінювати структурну неоднорідність в поперечних та повздовжніх перетинах покриття;
- виявити мікроструктуру перехідної зони покриття-основа;
- визначити кількісні характеристики пористості покриття;
- вивчити структуру поверхні покриття та основи після попередньої підготовки (наприклад, піскоструминної обробки);
- аналізувати зміни рельєфу поверхні.

Особлива увага при виготовленні зразків звертається на попередження зміни рельєфу (відшарування та викришування покриття) при їх механічній обробці.

При вивченні не струмопровідних покриттів для стікання заряду, який виникає на поверхні при скануванні електронного пучка, на зразок наносять плівку, що проводить електричний струм з вуглецю або металу.

Розміри зразків повинні відповідати об'єктотримачу.

В порівнянні з електронним мікроскопом, що просвічує, використання растрових мікроскопів дає ряд переваг:

- відпадає необхідність у клопітливому та трудомісткому виготовленні реплік та фольг;
- більш повно та достовірно фіксується рельєф поверхні;
- дослідженню доступна значно більша поверхня зразка;
- растрова мікроскопія дозволяє проводити вивчення у безперервному та широкому інтервалі збільшень (20 – 100000 *крат*).

У цілому растрові електронні мікроскопи дозволяють отримати більше інформації та відрізняються оперативністю її отримання.

До недоліків растрових мікроскопів відносять більш низьку роздільну здатність, ніж мікроскопи, що працюють на просвічування.

Рентгеноструктурний аналіз зразків з покриттям дозволяє:

- аналізувати фазовий склад покриття та основи;
- визначити пружні деформації решітки;

- оцінювати рівень залишкових напружень в композиції покриття-основа;
- вивчати дислокаційну структуру та дефекти кристалічної побудови матеріалів;
- вирішувати деякі специфічні питання по відпрацюванню технологічних режимів нанесення покриттів;
- вибрати оптимальний склад порошкових матеріалів для наплавлення тощо.

Особливості проведення рентгеноструктурного аналізу покриттів та виготовлення зразків принципово не відрізняється від аналогічних методик для металів і сплавів.

Рентгеноспектральній та мікрорентгеноспектральній аналізи дивись п. 3.4.

6 Вимірювання температури

Температура є мірою інтенсивності теплового руху молекул. Її чисельна величина однозначно пов'язана з величиною середньої кінетичної енергії молекул речовини. Проте практично вимірювати кінетичну енергію безпосередньо неможливо, і прилад, конструкція якого логічно впливала б з визначення температури, у дійсності створити не можна. Тому для вимірювання температури використовують різноманітні непрямі методи. Всі ці методи використовують які-небудь властивості речовин, що змінюються з температурою, і по величині змін цих властивостей роблять висновки о величині температури.

Який би не був термометр, він показує завжди свою власну температуру. При вимірюванні температури рідини або газу термометр повинен бути встановлений так, щоб забезпечувалася повна рівність температур між термометром і рідиною (газом, твердим тілом).

На практиці використовують наступні види приладів для вимірювання температур:

- 1) газовий термометр постійного об'єму – промислового застосування не має, а використовується як еталон;
- 2) ртутні та спиртові термометри – для вимірювання температури рідин та газів в межах від -30 до 550 $^{\circ}\text{C}$ (на практиці до 200 $^{\circ}\text{C}$);
- 3) термопари (термоелектричні термометри) – найбільш широко використовуються для вимірювання температури в рідинах, газах та твердих тілах для вимірювання температури від 350 $^{\circ}\text{C}$ до 1300 $^{\circ}\text{C}$;
- 4) оптичні пірометри – для вимірювання температур тіл, які мають температуру не нижче початку випромінювання тіла, що нагрівається (діапазон температур, що вимірюються, в межах від 800 $^{\circ}\text{C}$ до 2000 $^{\circ}\text{C}$);
- 5) лазерні пірометри (-50 до 4000 $^{\circ}\text{C}$);
- 6) терморезистори (термометри опору) – для вимірювання температури використовується залежність опору провідника чи напівпровідника від температури;
- 7) на „око”.

6.1 Вимірювання температури термоелектричними термометрами

Термопара являє собою два різнорідних провідника (два різні за властивостями дроти), що складають загальний електричний ланцюг (рис. 6.1). Якщо температури місць з'єднань (спаїв) провідників t і t_0 неоднакові, то виникає термоелектрорушійна сила (термо-е.р.с.) і по ланцюгу протікає струм. Величина термо-е.р.с. тим більша, чим більша різниця температур.

При цьому температура в проміжних точках провідників не впливає на величину е.р.с., якщо кожний з провідників достатньо однорідний. По величині термо-е.р.с. визначають величину температур.



Рисунок 6.1 – Термоелектричний ланцюг, який складається з двох провідників

Основне правило роботи з термопарами (котре можна точно довести) полягає в наступному: якщо в ланцюг термопари включений якийсь третій провідник, кінці якого мають однакову температуру, це не впливає на величину термо-е.р.с., що виникає. Останнє дає можливість включати в ланцюг термопар прилад (гальванометр), що вимірює термо-е.р.с.

Розташування термопар при вимірюванні температур при дослідженні процесів залежить від форми та розмірів виробу та виду нагріву матеріалів, що досліджуються:

- розташовують безпосередньо біля виробу;
- закарбовують в столик під виробом;
- закарбовується у виріб (як що це можливо).

В якості матеріалів для термопар використовується дріт діаметром від 0,1 мм до 2 мм. Найбільш поширені такі пари металевих дротів:

1) платина і платинородій (90% *Pt* + 10% *Rh*). Ця термопара є еталонним приладом для виміру температури вище 630 °C і застосовується до 1300 °C (короткочасно до 1600 °C);

2) хромель (90% *Ni* + 10% *Cr*) і алюмель (95% *Ni* + 5% *Al*). Термопара застосовується до температур 900 – 1000 °C (короткочасно до 1250 °C). На кожні 100 °C термо-е.р.с. цієї термопари складає біля 4 мВ. Це найпоширеніша термопара для використання в промисловості та в лабораторних умовах;

3) хромель і копель (56% *Cu* + 44% *Ni*). Термопара застосовується до температур 600 °C (короткочасно до 800 °C) і цінується внаслідок великої величини термо-е.р.с. – на кожні 100 °C термопара дає біля 7 мВ;

4) мідь і константан (60% *Cu* + 40% *Ni*). Застосовується до температур 350 °C (короткочасно до 500 °C) і дуже поширена при вимірюванні невисоких температурах.

При вимірюванні температури один спай ланцюга термопари, так званий холодний спай, знаходиться при температурі 0 °C (у льоді, що тоне, судини Дьюара), а інший (гарячий спай) в середовищі, температуру якого потрібно вимірювати. Таблиці термо-е.р.с. різноманітних термопар складені саме для випадку, коли холодний спай знаходиться при температурі 0 °C. Якщо за якимись причинами не вдасться помістити холодний спай в середовище з температурою 0 °C і він знаходиться при кімнатній температурі (наприклад, при температурі 20 °C), то в цьому випадку термо-е.р.с., що виникає, відповідає різниці температур гарячого і холодного спаїв, і при визначенні температури потрібно ввести так звану поправку на холодний спай. Для цього необхідно величину термо-е.р.с., що виміряна скласти з термо-е.р.с., що відповідає

температурі холодного сну (20 °C), і по отриманій величині визначити температуру за допомогою таблиць.

6.2 Вимірювання температури з використанням пірометрів

Взагалі вимірювання температури з використанням оптичних методів поділяють:

- вимірювання на “око”;
- за допомогою пірометрів.

Для визначення температури тіла на “око”, що нагріто вище 500 °C, за таблицею 6.1 необхідно мати великий досвід, тому на практиці для цього використовують спеціальні прилади, наприклад, пірометри.

Таблиця 6.1 – Зміна кольору металу при нагріванні

№	Колір	Температура, °C
1	Темно-коричневий	530 – 580
2	Коричнево-червоний	580 – 650
3	Темно-червоний	650 – 730
4	Темно-вишневий	730 – 770
5	Вишнево-червоний	770 – 800
6	Світло-вишневий	800 – 830
7	Світло-червоний	830 – 900
8	Оранжевий	900 – 1050
9	Темно-жовтий	1050 – 1150
10	Світло-жовтий	1150 – 1250
11	Сліпучо-білий	1250 – 1300

Основною особливістю пірометрів є безконтактний метод вимірювання, який дозволяє проводити вимірювання в недоступних для контактних методів місцях.

Пірометри класифікуються за: принципом дії; температурним діапазоном, що вимірюється; мобільністю; способом отримання інформації (візуалізації параметру, що контролюється) тощо.

За принципом дії пірометри поділяються на:

оптичні – дозволяють візуально визначати, як правило, без використання спеціальних пристроїв температуру нагрітого тіла шляхом порівняння його кольору з кольором еталонної нитки;

радіаційні – оцінюють температуру за допомогою перерахованого показника потужності теплового випромінювання. Якщо пірометр вимірює в широкій смузі спектрального випромінювання, то такий пірометр називають пірометром повного випромінювання;

кольорові (інші назви: мультиспектральні, спектрального відношення) – дозволяють робити висновок про температуру об'єкта, ґрунтуючись на результатах порівняння його теплового випромінювання в різних спектрах.

За температурним діапазоном, що вимірюється, пірометри поділяються на:

низькотемпературні – мають здатність показувати температури об'єктів, що володіють навіть негативними значеннями цього параметра;

високотемпературні – оцінюють лише температуру сильно нагрітих тіл, коли визначення на “око” не є можливим.

За мобільністю пірометри поділяються на:

переносні – зручні в експлуатації в умовах, коли необхідна висока точність вимірювань, в сукупності з хорошими рухливими властивостями;

стаціонарні – призначені для більш точної оцінки температури об'єктів і використовуються в основному для безперервного контролю технологічного процесу при дослідженнях та на виробництві.

За способом отримання інформації пірометри поділяються на:

текстово-цифрові – температура, що вимірюється, виражається в градусах на цифровому дисплеї. Попутно можна бачити додаткову інформацію;

графічні – дозволяє бачити об'єкт, що спостерігається, в спектральному розкладанні областей низьких, середніх і високих температур, які виділяються різними кольорами.

Оптичний пірометр типу ОППР з вбудованим пристроєм, що показує, відноситься до пірометрів часткового випромінювання монохроматичного типу зі зникаючою ниттю, змінного розжарювання. Він дозволяє виміряти температуру тіл, що нагріті, вище температури початку свічення, що бачимо, по їх спектральній (монохроматичній) яскравості, тобто за яскравістю, що спостерігається в променях визначеного кольору (визначеного з достатньо вузького діапазону довжини хвиль), і оцінюється за значенням з еталонною регульованою яскравістю ниті електричної лампи розжарювання, що приводиться з нею в фотометричну рівновагу.

ОППР переносний прилад і має шкалу з двома межами вимірювання, наприклад, $800\text{ }^{\circ}\text{C} - 1400\text{ }^{\circ}\text{C}$ та $1200\text{ }^{\circ}\text{C} - 2000\text{ }^{\circ}\text{C}$. ОППР є приладом з наведенням і використовується тільки для періодичних вимірювань. Він показує достовірну температуру тільки тоді, коли умови випромінювання тіла, що розжарене і температура якого вимірюється, достатньо близькі до абсолютно чорного випромінювання. При інших умовах пірометр показує температуру меншу ніж дійсна, тобто так звану чорну монохроматичну температуру.

Принцип дії оптичного пірометра типу ОППР. Зі збільшенням температури розжареного тіла яскравість його свічення зростає, а колір змінюється. Тобто випромінювання розпеченого тіла змінюється в залежності від температури кількісно і якісно, а саме воно стає більше за абсолютною величиною та змінюється і за складом. Це вказує на те, що зі зміною температури змінюється відсоткове співвідношення променів різної довжини хвиль, які надходять від розпеченого тіла. Відповідна залежність між питомою потужністю випромінювання (тобто потужністю, що випромінюється одиницею поверхні тіла в одиницю часу), довжиною хвилі випромінювання (тобто кольором випромінювання) і температурою випромінювання описується

законом Планка. Якщо порівнювати різні питомі потужності завжди в тих самих монохроматичних (тобто однокольорових) променях, то ці потужності будуть залежати від температури розпечених тіл, що випромінюють.

Треба відмітити, закон Планка дійсний тільки для так званого чорного тіла – ідеального випромінювача, який дає найбільшу для даної температури потужність випромінювання. Потужність випромінювання реальних фізичних тіл відрізняється (воно менше за величиною) від ідеального. Тому, якщо користуватися законом Планка для визначення температури реального фізичного тіла за питомою потужністю його випромінювання в монохроматичних променях, то це призведе до помилкової (зменшеної) величини температури. Тобто за законом Планка замість дійсної температури ми визначаємо відносно меншу температуру, до якої треба нагріти абсолютно чорне тіло, щоб його монохроматична яскравість в променях вибраного кольору була рівна відповідній фактичній яскравості реального фізичного тіла.

Таким чином для реального фізичного тіла можна визначити деяку фіктивну температуру, яка менша дійсної і яка називається чорною монохроматичною (яскравою) температурою. Від неї переходять розрахунковим шляхом до дійсної температури, якщо відомо співвідношення монохроматичної яскравості даного реального фізичного тіла і абсолютно чорного тіла для вибраного кольору випромінювання та потрібного інтервалу температур, тобто, якщо відомо відповідний коефіцієнт монохроматичної випромінювальної здатності.

Так як, вимірювання абсолютного значення яскравості ускладнено, то в оптичному пірметрі розміщено еталон яскравості для якого вже встановлена (засобом порівняння з штучним абсолютним чорним тілом) залежність яскравості від температури. З яскравістю еталона порівнюють яскравість тіла для якого визначають температуру. В оптичному пірметрі зі зникаючою ниттю таким еталоном є яскравість ниті спеціальної електричної лампи розжарювання, яку звать фотометричною (або пірметричною) лампою. Оптична система пірметра дозволяє розглядати нить лампи на фоні зображення тіла, що світиться. Доводячи яскравість ниті шляхом зміни струму розжарювання до зближення з яскравістю фону (яскравістю тіла, що світиться) визначають температуру тіла, яка буде дорівнювати температурі еталона і яка завжди відома. Досягнення рівності яскравостей, яке зветься фотометричною рівновагою, сприймається спостерігачем як зникнення ниті лампи на фоні зображення тіла.

По досягненню фотометричної рівноваги виконують відлік температури, яка дорівнює чорній монохроматичній температурі об'єкту, що вимірюється. Цю температуру відраховують по шкалі приладу, яка має градуювання в градусах температури. В пірметрі ОППР прилад, що показує, виконано як вольтметр, який підключено паралельно до фотометричної лампи.

Для збереження тривалого строку роботи фотометричної лампи заборонено нагрівати її нить вище 1400°C . Тому при вимірюванні температури вище 1400°C потрібно ослабити яскравість випромінювання тіла, температура

якого вимірюється, в визначене число разів. Ослаблення яскравості об'єкта вимірювання до температури нижче 1400°C досягається введенням на шляху променів між тілом та лампою світлофільтрів, що ослаблюють. Найбільша температура тіла, яку допускається вимірювати за допомогою ОППР, не повинна перевищувати 2000°C .

Введення поправок до отриманих показань пірометра. При вимірюванні температури тіла, випромінювання якого близьке до абсолютного чорного тіла, температура, що вимірюється пірометром ОППР, при нормальному положенні пірометра у просторі (оптична вісь горизонтально, а шкала - вертикально) відрізняється від дійсної не більш ніж на $\pm 1\%$ від номінального значення шкали відповідної межі вимірювання.

Якщо має місце нахил пірометра на 45° в ліву чи праву сторону то може виникнути додаткова похибка від нерівноваженості, яка становить $\pm 10\%$.

Якщо випромінювання значно відрізняється від випромінювання абсолютно чорного тіла і необхідно знати не чорну монохроматичну температуру, що вимірює пірометр, а дійсну, то треба користуватися графіком або таблицею поправок (табл. 6.2).

Для використання графіків або таблиць необхідно знати величину відповідного коефіцієнта монохроматичної випромінювальної здатності ε_{λ} для променів тієї середньої довжини хвилі λ (яку звать ефективною), в яких працює пірометр і котра для приладу ОППР може бути прийнятою 0.65 мікрона. Відповідне значення ε_{λ} для кожного металу надається в таблицях. В червоних променях з довжиною хвилі $\lambda = 0.65$ мкм і поверхнею, що не окислена, для:

- заліза в твердому стані $\varepsilon_{\lambda} = 0.35$ (для рідкого стану 0.37);
- міді в твердому стані $\varepsilon_{\lambda} = 0.10$ (для рідкого стану 0.15).

Таблиця 6.2 – Дійсна температура, яка відповідає чорним яскравим температурам, що були виміряні оптичним пірометром при різних значеннях коефіцієнтів випромінювальної здатності (для $\lambda = 0.65$ мкм)

ε_{λ}	Температура, що була виміряна, $^{\circ}\text{C}$										
	700	800	900	1000	1100	1200	1300	1400	1600	1800	2000
залізо – 0.35	747	858	969	1082	1196	1311	1427	1545	1783	2027	2276
мідь – 0.10	810	935	1064	1195	1330	1468	1609	1754	2056	2373	2708

Слід пам'ятати, що здатність до випромінювання сильно залежить від стану та чистоти поверхні тіла. Незначний шар оксиду може значно змінити випромінювальну здатність поверхні.

Погрішність в показаннях оптичного пірометра також вносить різного роду поглинання променів середовищем, що знаходиться між тілом та пірометром.

Лазерні пірометри. Зараз все ширше знаходять використання лазерні прецизійні прилади, які використовують інфрачервоне випромінювання для вимірювання температури різних поверхонь та матеріалів. Вбудована сенсорна вимірювальна головка сприймає інфрачервоне випромінювання, яке надходить від кожного тіла і відмінне в залежності від матеріалу. Ступінь цього випромінювання визначається за коефіцієнтом випромінювання. У таких приладах, як правило, коефіцієнт випромінювання налаштований на 0,95, що підходить для багатьох матеріалів. Істотно на процес вимірювання може впливати присутність різних факторів між приладом і поверхнею для якої визначається температура (пил, газ, скло тощо). В даному випадку лазер використовується для прицілювання і наочного відображення місця в якому замірюється інфрачервоне випромінювання. В залежності від призначення такі лазери можуть мати різні технічні характеристики:

- оптичний дозвіл (зустрічаються моделі з дозволом від 2 до 600:1);
- діапазон температур, що вимірюються (від -50 до +4000 °С);
- вимірювальна роздільна здатність 0,1 – 1 °С;
- точність вимірювання (оптимальна до ± 2%);
- швидкодія (у сучасних дуже висока – менше 1 секунди);
- коефіцієнт випромінювання – змінний або фіксований;
- спосіб націлювання – лазерний приціл.

Оптичним дозволом (інша назва – показник візування) називають відношення діаметра світлової плями і відстані до об'єкта вимірювання. У технічній документації до пірометра зазвичай вказується конкретне значення показника візування або наводиться діаграма спрямованості.

Приклад діаграми спрямованості наведено на рисунку 6.2.

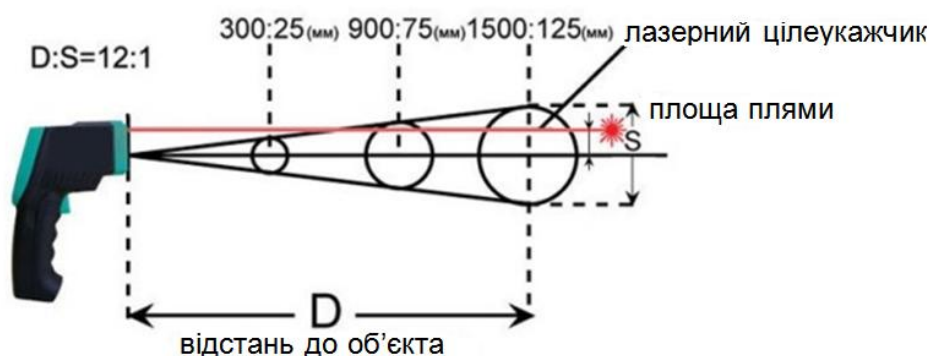
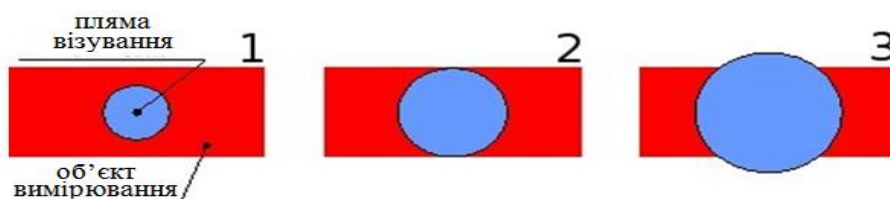


Рисунок 6.2 – Приклад діаграми спрямованості

Відповідно, діаметр плями, що вимірюється, визначається оптичним дозволом і залежить від відстані між пірометром і об'єктом вимірювання ($S = k \cdot D$, де k – показник візування, D – відстань до об'єкта). Мінімальний діаметр плями відповідає найменшому розміру об'єкта, який може бути визначений цим пірометром на заданій відстані. Чим більше величина оптичного дозволу S/D (іноді використовують зворотну величину D/S), тим краще пірометр може розрізняти дрібні предмети. Точність вимірювання не залежить від відстані до

об'єкта до тих пір, поки діаметр плями, що вимірюється, менше розміру об'єкта. Якщо ж діаметр плями стає більше, прилад починає приймати випромінювання від інших об'єктів, і це робить значний вплив на результати вимірювання. Різні варіанти положення плями візування наведено на рисунку 6.3.

При правильному положенні плями візування точність визначається виключно характеристиками приладу і не залежить від відстані. При критичному положенні плями візування діаметр плями дорівнює розміру поверхні об'єкта, тому можливе збільшення похибки вимірювання. При закритичних положеннях плями візування точність вимірювання значно зменшується і вимірювання проводити не рекомендується.



1 – правильний; 2 – критичний; 3 – закритичний

Рисунок 6.3 – Різні варіанти положення плями візування

Лазерні прицільні пристрої з одним променем дозволяють визначити точку лише поблизу центру плями, що вимірюється. Промінь у такого прицілу не збігається з оптичною віссю об'єктива пірметра, тому лазерний покажчик зміщений щодо центру зони чутливості приладу на фіксовану відстань, як правило, 1 – 2 см. В удосконалених моделях коаксіальних лазерних прицілах промінь виходить з центру об'єктива і завжди потрапляє точно в центр.

Подвійні лазерні приціли можуть показувати не тільки місце розташування зони вимірювання, але і її розмір (на близьких відстанях розмір визначається неточно і, як правило, завищений). Також існує модель подвійного лазера з пересічними променями, такий різновид прицілу називається крос-лазером і використовується в основному в короткофокусних пірметрах (її зручно застосовувати для визначення положення фокусної відстані об'єктива).

Кругові лазерні приціли з декількома променями, що утворюють гіперболоїд обертання, чітко позначають зону вимірювання пірметра і є найкращими прицілами. Приціли з такою конструкцією дозволяють точно позначити зону вимірювання на будь-яких відстанях і називаються вони точними круговими лазерами.

Зараз в різних державах випускається широкий асортимент лазерних пірметрів, як низько- так і високотемпературних: моделі серії Кельвін компакт (Росія), наприклад, Кельвін компакт 600 ($-20 - 600^{\circ}C$), Кельвін компакт 1500 ($200 - 1500^{\circ}C$), Кельвін компакт 2300 ($600 - 2300^{\circ}C$), Кельвін компакт Д2300 ($600 - 2300^{\circ}C$) – стаціонарний та інші; моделі серії AR (ЗША),

наприклад, AR 842 A (-50 – 550 °C), AR 892 A (200 – 1880 °C), AR 922 A (200 – 2200 °C) та інші.

Оптичні видошукачі в основному використовуються у високотемпературних пірометрах, так як лазерний промінь погано видно на надто яскравій або розпеченій поверхні.

При виборі пірометра потрібно дуже уважно вивчити технічні характеристики різних моделей. Як правило, дорожчі прилади мають і більш кращі характеристики: широкий температурний діапазон, можливість регулювання коефіцієнта випромінювання, високий оптичний дозвіл, швидкодію і т.п. Звичайно, витратитися на такий пірометр часто зовсім необов'язково.

6.3 Вимірювання температури терморезисторами

Для вимірювання температури за допомогою терморезисторів (ТР) використовується залежність температурного опору провідника або напівпровідника, які мають великий температурний коефіцієнт опору, від температури.

До матеріалів терморезисторів пред'являються наступні вимоги:

- як можна більше та постійне значення температурного коефіцієнта опору;
- хімічна стійкість до впливу навколишнього середовища;
- достатня тугоплавкість;
- достатня міцність;
- великий питомий електричний опір.

Провідникові терморезистори виготовляються з мідного, платинового та нікелевого дротів.

Електролітична мідь допускає нагрів до 200 °C (для запобігання окислення). Використовується для виміру температури в діапазоні -20 °C – 200 °C.

Платинові ТР можуть вимірювати температури від -180 °C та допускають нагрів до 1200 °C. Для них характерна нелінійна залежність опору від температури, що з великою вартістю є основними їх недоліками. В той же час вони мають високі:

- можливості відтворення залежності опору від температури;
- хімічну стійкість;
- пластичність (можна виготовляти дуже тонкі ниті – до 1 мкм).

Вказані переваги у ряді випадків роблять платинові ТР незамінними. Платину не можна використати у відновлюваному середовищі (вуглець, водень, пари кремнію, калію, натрію тощо). Погіршність від нестабільності платинових ТР складає декілька тисяч долей відсотка.

Нікелеві ТР використовуються до температур 250 – 300 °C, а особливо малу погіршність вони мають в інтервалі температур 0 – 100 °C.

На практиці знайшли використання терморезистори (термістори) з напівпровідникових матеріалів. Вони мають невеликі розміри (до декілька мм) та використовуються для реєстрації зміни температури в системах теплового контролю, у вимірювачах потужності, магнітометрах та інших.

Напівпровідникові ТР мають значно більший питомий електричний опір та температурний коефіцієнт опору в 8 – 10 разів більший, ніж у металів. Тому вони і мають малі розміри та високу швидкодію. Робочий інтервал вимірювання температур $-100 - 300^{\circ}\text{C}$. Для напівпровідникових ТР характерна погана здатність до відтворення характеристик та нелінійна залежність опору від температури.

Час встановлення температури ТР визначається його інерційністю (час входження ТР в клас точності при вимірюванні вхідного сигналу стрибком від 0 % до 100 %) – знаходиться в межах від декілька десятків секунд до декілька хвилин.

Терморезистори сумісно з вимірювальним пристроєм являють собою термометр опору.

Змістовний модуль 2. Експериментальні методи випробувань конструкційних матеріалів і конструкцій

7 Визначення тимчасових, залишкових напружень та деформацій в конструкціях

В будівельних спорудах часто використовуються зварні балки, ферми та інші зварні конструкції, наявність в яких зварювальних деформацій і напружень буде визначати працездатність всієї споруди. Ці ж методи (у більшості) також можуть використовуватися і для визначення в конструкції деформацій і напружень в процесі її експлуатації.

Напруження і деформації виникають в тілі під впливом зовнішніх та внутрішніх факторів. Напруження, які виникають у тілі без впливу зовнішніх факторів мають назву власних внутрішніх напружень. Напруження та деформації, які виникають в конструкції часто приводять до її непрацездатності, особливо при наявності пор, сторонніх включень, знакозмінних навантажень тощо. Виникаючі деформації приводять до зміни форми, зменшення міцності, жорсткості конструкції. Питання про вивчення термодеоформаційного стану повинно завжди мати місце при проектуванні конструкцій.

У середині тіла власні напруження можуть виникати у зв'язку з:

- 1) нерівномірною швидкістю нагріву та охолодження різних об'ємів тіла;
- 2) різницею температурних коефіцієнтів лінійного розширення тіл;
- 3) ливарною усадкою;
- 4) вторинними структурними перетвореннями.

Наприклад, при нерівномірному нагріванні об'єми, що нагріваються з більшими швидкостями, розширюються швидше. Розширюючись, ці об'єми зустрічають опір більш холодних об'ємів, у зв'язку з цим в них діють напруження стиску. При охолодженні буде проходити зворотній процес.

При ливарній усадці з невеликими об'ємами при охолодженні виникають напруження стиску у повздовжньому та поперечному напрямках.

Якщо виникаючі напруження перевищують границю текучості, то в конструкції будуть виникати пластичні деформації.

Дуже часто напруження, що виникають, перевищують межу міцності матеріалу (за рахунок високих температур, навантаження). Це приводить до руйнування конструкції.

Напруження поділяють на:

- 1) власні внутрішні;
- 2) тимчасові (перехідні) — виникають у конструкції в період з моменту нагріву до повного охолодження тіла або зняття навантаження;
- 3) залишкові напруження — діють у конструкції після її повного охолодження або зняття навантаження. Вказані напруження у більшості є напруженнями стику або розтягу.

Напруження в залежності від величини об'єму, в яких вони діють класифікуються на:

- 1) напруження першого роду – діють в макрооб'ємах;
- 2) напруження другого роду – діють в межах 1 – 2 зерен;
- 3) напруження третього роду – діють в межах декількох чарунок кристалічної решітки.

Власні напруження в залежності від напрямку дії поділяються на:

- 1) одновісні напруження – що діють вздовж однієї осі координат;
- 2) двовісні напруження – що діють в площині (для матеріалу середньої товщини);
- 3) тривісні напруження – що діють в напрямку трьох осей (при товщинах 40 – 60 мм та більше).

7.1 Експериментальні методи визначення напружень та деформацій

У загальному випадку виникнення деформацій і напружень залежить від багатьох факторів, головними з яких є:

- фізико-хімічні властивості матеріалів;
- форми і розміри конструкції;
- максимальні температури нагріву;
- швидкості нагріву та охолодження;
- навантаження, що будуть діяти на конструкцію при експлуатації тощо.

Деформації та напруження визначають на реальних об'єктах, спеціальних зразках та моделях. Широко використовується метод масштабного моделювання, за яким виготовляється модель конструкції значно менших розмірів з витримкою подібності: форми, розмірів, умов експлуатації, деформацій і переміщень.

7.1.1 Методи визначення тимчасових напружень

Використовується метод оптичного моделювання. Модель виготовляється з оптичнопрозорого матеріалу (полікарбонат, епоксидні смоли). Виконують навантаження або нагрів з витримкою подібності теплових полів. Поверхню моделі освітлюють монохроматичним світлом, на якій, у час виникнення тимчасових напружень, з'являються сірі та темні смуги. Ці смуги фіксуються і по ширині та характеру їх розподілення визначають тимчасові напруження.

7.1.2 Визначення тимчасових деформацій

Тимчасові деформації можна визначати за допомогою контактних та безконтактних методів.

Вимірювання з використанням контактних методів проводять за допомогою деформометрів. В якості пристрою, що робить замір, використовують:

- а) індикаторні головки годинникового типу (механічні деформометри);
- б) дротові або пневматичні тензодатчики;
- в) електроіндуктивні або ємнісні датчики.

Суть безконтактних методів полягає у тому, що перед навантаженням наносять спеціальні позначки. В процесі навантаження за допомогою фотографічної апаратури фіксується зміна положення цих позначок. Заміряючи відстань між початковими та кінцевими положеннями позначок визначають величину деформації.

Отримані заміри у загальному випадку є деформацією, що викликана від сумарної дії температури та внутрішніх сил:

$$\varepsilon_n = \varepsilon_T + \varepsilon_{np} + \varepsilon_{nl}, \quad (7.1)$$

де ε_T – температурні деформації;

$\varepsilon_{np} + \varepsilon_{nl} = \varepsilon_{vc}$ – деформація від дії внутрішніх сил.

$$\varepsilon_{vc} = \varepsilon_{np} + \varepsilon_{nl} = \varepsilon_n - \varepsilon_T. \quad (7.2)$$

Для визначення деформації від внутрішніх сил ε_{vc} заміряють ε_n . На тій же базі фіксують температурний цикл, який потім відтворюють в дилатометрі, де і визначають ε_T .

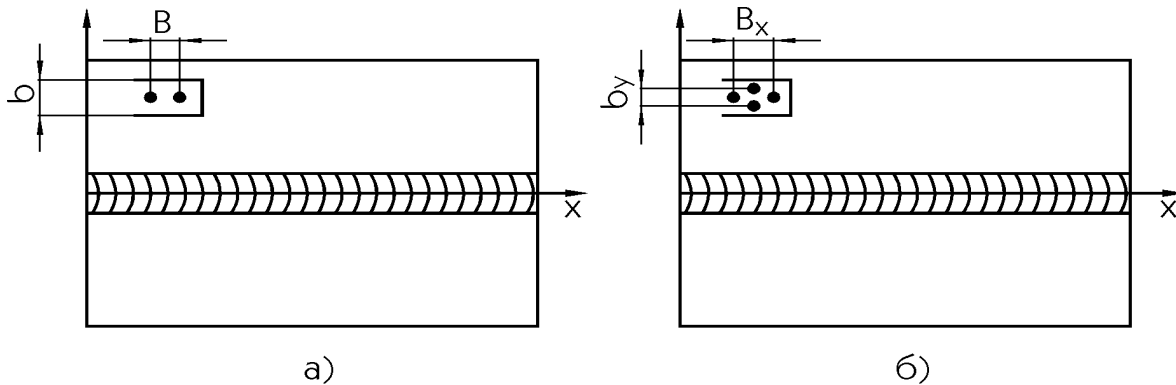
7.1.3 Методи визначення залишкових напружень та деформацій

Існують механічні та фізичні методи визначення залишкових напружень та деформацій.

Механічні методи. В основі механічних методів визначення залишкових напружень лежить принцип пружного розвантаження об'єму матеріалу від діючих в ньому залишкових напружень шляхом розрізання.

При розрізуванні виникає деформація, яку заміряють механічними деформометрами, та використовуючи апарат теорії пружності, розраховують залишкові напруження. Для вимірювання деформацій можна використовувати електричні тензометри (дротяні та фольгові датчики опору, які в залежності від діючих напружень наклеюються на конструкцію залежним чином) та фотопружні датчики з оптично активного матеріалу.

Для виміру одновісного напруженого стану датчики наклеюються як зображено на рисунку 7.1, а. Для двовісного напруженого стану тензодатчики наклеюються як зображено на рисунку 7.1, б. Бази вимірюють з обох сторін пластини.



а – для одновісного напруженого стану;
б – для двовісного напруженого стану

Рисунок 7.1 – Розташування датчиків на поверхні зварної конструкції

Для визначення залишкових симетричних трьохосних напружень в стержнях та товстостінних циліндрах використовується метод Закса, відповідно до якого визначається зміна діаметру при їх розточуванні. Для вимірювання напружень при трьохвісному напруженому стані в масивному тілі використовується метод глибоких свердлувань. Суть цього методу полягає в тому, що в невеликі за діаметром глибокі отвори вставляються стержні, на які попередньо наклеюються тензодатчики або розетки тензодатчиків, після чого отвори заливають епоксидним клеєм. Роблять заміри до розрізання конструкції та після нього. Розрізання виконують на токарних або фрезерних верстатах.

Фізичні методи. Фізичні методи менш трудомісткі, не потребують, у більшості випадків, руйнування конструкцій.

Суть цих методів полягає в тому, що всі вони засновані на вимірюванні якого-небудь фізичного параметру до навантаження та після нього. Величина цього параметру залежить від наявності та величини напружень у матеріалі. По різниці замірів (ΔP) визначають величину напружень.

$$\Delta P = P_1 - P_2, \quad (7.3)$$

де P_1 – значення параметру до навантаження;
 P_2 – значення параметру після навантаження.

Величина P_2 визначається як:

$$P_2 = P_2' + P_2'' \quad (7.4)$$

де P_2' – зміна параметру від нагріву або навантаження;

P_2'' – зміна параметру від структурних та фазових перетворень, які відбулися в металі.

У багатьох випадках важко визначити, що є вирішальним: P_2' чи P_2'' .

Основні фізичні методи:

1. Магнітопружний метод – визначає зміну магнітної проникності у матеріалі в результаті проведення процесу навантаження і нагріву. Цей метод використовується тільки для матеріалів, які мають магнітні властивості.

2. Ультразвуковий метод визначає зміну швидкості розповсюдження ультразвуку у матеріалі конструкції. Це наймобільніший метод.

3. Рентгенівський метод – заснований на вимірюванні параметрів кристалічної решітки (відстань між кристалографічними площинами) до і після нагріву, навантаження за допомогою кута відбиття рентгенівського променя. Використовується для тонких поверхневих шарів, трудомісткий, коштовний, небезпечний.

4. Метод вимірювання твердості. Існує зв'язок між одно та двовісними напруженнями з поверхневою твердістю матеріалу. Згідно цього методу вимірюють твердість до і після нагріву, навантаження.

7.2 Визначення залишкових напружень у оптичнопрозорих матеріалах

Широкі можливості для аналізу залишкових напружень та виявлення дефектів в конструкціях відкриває використання методу голографічної інтерферометрії. Цей метод дозволяє вимірювати трьохмірні об'єкти з неплоскою поверхнею, що дифузно відбивають. Дві послідовні експозиції фіксуються на одній і тій же фотографічній пластині. В проміжку між експозиціями об'єкт деформується в результаті термічної або механічної дії. Після проявлення фотопластинки та відновлення голографічного зображення об'єкт представляється у вигляді накладання двох голограм, а так як вони отримані за допомогою когерентного випромінювання, то вони інтерферують одна з одною. На знімку після відновлення та суміщення двох голограм отримують зображення об'єкту з серією темних та світлих смуг. Кожна наступна смуга відображає зміщення, яке дорівнює приблизно половині довжини хвилі джерела когерентного випромінювання.

З трьох основних варіантів голографічної інтерферометрії для контролю рівня залишкових напружень використовують статичну двоекспозиційну. Інтерференційна картина відбиває зсув об'єкта в проміжку між двома експозиціями.

При нагріванні об'єкта відбувається зсув поверхні і в залежності від наявності залишкових напружень, тріщин на інтерференційній картині дефекти окреслюються у вигляді темних та світлих смуг рівних зсувів.

Голографічний метод не потребує руйнування конструкції та дозволяє оцінювати, як величину, так і характер розподілу напружень в об'єкті, що досліджується.

Для визначення величини залишкових напружень, які виникають в оптично прозорих матеріалах ефективним є поляризаційно-оптичний метод (метод фотопружності). Для цього використовують різні типи приладів, які мають назву полярискоскопи-поляриметри.

Для оцінки внутрішніх напружень можна використовувати метод послідовного зняття шарів матеріалу та заміру прогину виробу.

Для дослідження вузлів інколи використовують тензометріювання з розрізанням вузла, визначається пружна деформація, а по ній розраховують залишкові напруження.

В деяких випадках використовується радіоскопічний метод, який засновано на вимірюванні параметрів кристалічної решітки до та після навантаження. По різниці отриманих параметрів визначають рівень напружень.

Є дані [25] про використання методу визначення внутрішніх напружень, який не потребує руйнування вузла та заснований на нелінійності твердого тіла в пружній області, що викликано внутрішніми напруженнями. Після нагріву та вирівнювання температури по усьому об'єму тіла вимірюють частоту власних коливань виробу. Збільшують температуру, повторюють витримку та знову заміряють частоту власних коливань виробу. Потім визначають величину напруження по формулі (7.5):

$$\sigma = \frac{k \cdot E \cdot \Delta f}{\mu \cdot f}, \quad (7.5)$$

де σ – напруження, що виникли;

μ – коефіцієнт Пуасона;

k – коефіцієнт, який залежить від виду коливань, що використовуються, та засобу закріплення деталі;

E – модуль Юнга;

f – частота власних коливань;

Δf – нерегульована складова прирощення частоти відносно рівноважного стану.

На практиці знайшов також використання метод якісного аналізу за характером зламу матеріалу після руйнування, наприклад, шляхом його розтягу, згину.

8 Механічні випробування

8.1 Загальні властивості матеріалів

Властивості матеріалів поділяються на багато груп, але з точки зору матеріалознавства нас буде цікавити дві групи:

- фізичні властивості, що характеризують зміну агрегатного стану тіла;
- механічні властивості.

Фізичні властивості, що характеризують зміну агрегатного стану тіла:

- температура плавлення $T_{пл}$ – температура переходу твердого стану речовини в рідкий при постійному тиску;
- температура кристалізації $T_{кр}$ – температура переходу з рідкого стану речовини в твердий при постійному тиску;
- температура кипіння $T_{кп}$ – температура рівноважного переходу рідини в газоподібний стан.

Механічні властивості. Основними механічними характеристиками матеріалу є: міцність, пружність, пластичність, в'язкість (внутрішнє тертя) та твердість.

В залежності від відповідних факторів механічні властивості поділяють на групи:

- за характером дії навантаження;
- за тривалістю прикладання навантаження;
- за температурою, при якій проводяться випробування.

В залежності від **характеру дії** навантаження випробування можуть бути:

- статичними;
- динамічними;
- циклічними.

До статичних випробувань відносять випробування на: розтяг, стиск і твердість. До динамічних випробувань – випробування на удар. До циклічних – різного роду випробування матеріалу на втомлюваність.

За **тривалістю прикладання навантаження** випробування ділять на короткочасні (до декілька хвилин) та тривалі (в основному для визначення механічних характеристик об'єктів, які будуть працювати в особливо складних умовах протягом тривалого періоду часу).

За **температурою**, при якій проводяться випробування, останні поділяються на: низькотемпературні (нижче 0°C), при нормальних температурах (20°C), високотемпературні (взагалі вище 25°C , які можуть досягати сотень, тисяч градусів $^{\circ}\text{C}$ в залежності від конкретних умов).

Основні механічні характеристики металів:

- границя міцності σ_e , МН/м^2 (кг/мм^2);
- границю пропорційності $\sigma_{пц}$, МН/м^2 (кг/мм^2);
- границя плинності σ_T , МН/м^2 (кг/мм^2);
- умовна границя плинності σ_{02} , МН/м^2 (кг/мм^2);

- границю пружності $\sigma_{пр}$, MH/m^2 ($кг/мм^2$);
- відносне видовження δ , %;
- відносне звуження ψ , %;
- модуль пружності E , MH/m^2 ($кг/мм^2$);
- коефіцієнт Пуассона μ , $\mu \neq f$ \leftarrow , MH/m^2 ($кг/мм^2$);
- модуль зсуву G , MH/m^2 ($кг/мм^2$);
- об'ємний модуль K , MH/m^2 ($кг/мм^2$).

Всі з вказаних характеристик суттєво залежать від температури (зменшуються), окрім коефіцієнта Пуассона.

8.2 Механічні випробування на розтяг, твердість і ударну в'язкість

Основними видами досліджень для виявлення механічних властивостей матеріалів являються:

- випробування на розтяг (далі буде розглядатися окремо);
- ударні випробування – для визначення в'язкості матеріалу та виявлення стійкості матеріалів (конструкцій) до динамічних (ударних) навантажень;
- вимірювання твердості;
- випробування на стомленість (визначення довговічності матеріалу).

Для сталей та інших конструкційних матеріалів випробування на розтяг є основним і проводяться частіше.

Для визначення механічних властивостей і структури матеріалів часто використовується вимірювання твердості (рис. 8.1) і мікротвердості, яка характеризує опір матеріалу пружному та пластичному деформуванню. Для визначення твердості застосовують методи вимірювання твердості (рис. 2.1) по Роквеллу – ГОСТ 9013-83, Віккерсу – ГОСТ 2999-83, Брінеллю – ГОСТ 9012-83 та ударного відбитку.

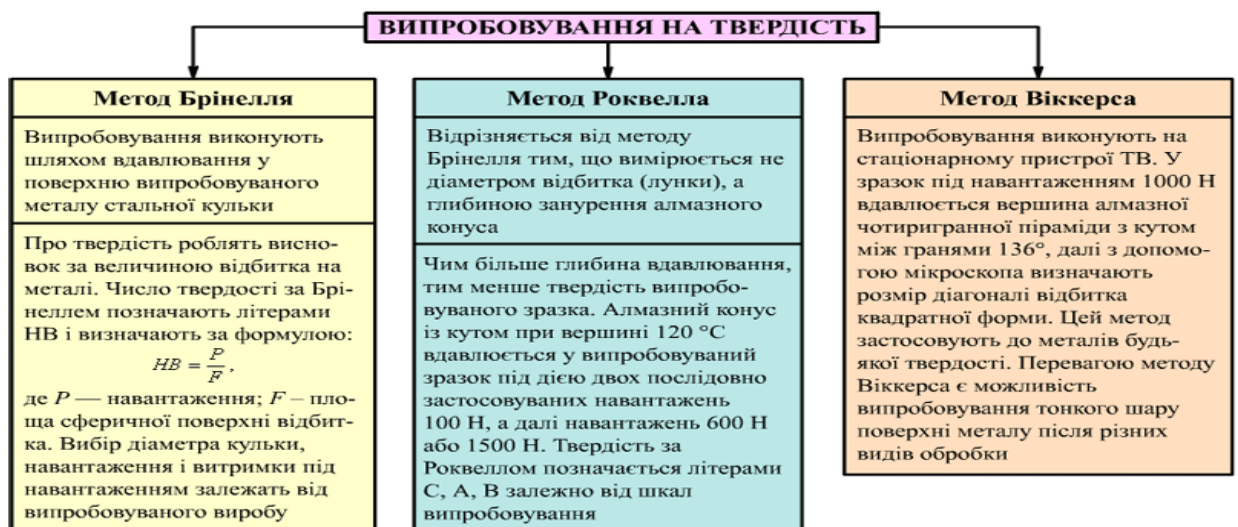


Рисунок 8.1 – Випробування на твердість

Випробовування за Брінеллем (ГОСТ 9012—83) проводяться шляхом вдавлювання в метал сталеві кульки. У результаті на поверхні металу утворюється сферичний відбиток (рис. 8.2). Твердість за Брінеллем визначається за формулою:

$$HB = \frac{2P}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})} \cdot 10^{-6}, \text{ МПа} \quad (8.1)$$

де P – навантаження на метал, H ;

D – діаметр кульки, $м$;

d – діаметр відбитка, $м$.

Чим твердіший метал, тим менша площа відбитка. На практиці після отримання відбитку, замірюють його діаметр за допомогою спеціальної лупи і за формулою або по спеціальним таблицям визначають величину твердості. Якщо, матеріал, що досліджується невідомий, то сама величина твердості може орієнтовно вказати, який це матеріал, бо кожен з них має свою твердість.

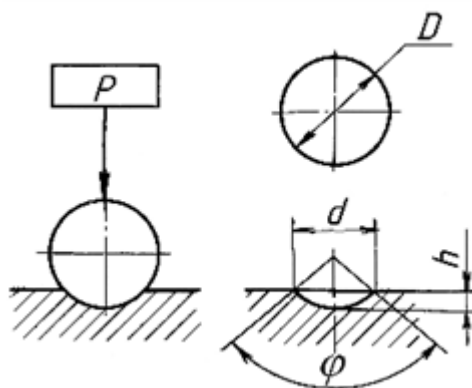


Рисунок 8.2 – Схема вдавлювання кульки в метал

Діаметр кульки і навантаження встановлюють залежно від металу, який досліджують, його твердості та товщини. При випробуванні сталі та чавуну вибирають $D = 10 \text{ мм}$ і $P = 30 \text{ кН}$ (3000 кгс), при випробуванні міді та її сплавів $D = 10 \text{ мм}$ і $P = 10 \text{ кН}$ (1000 кгс), а при випробуванні дуже м'яких металів (Al, бабітів та ін.) $D = 10 \text{ мм}$ і $P = 2,5 \text{ кН}$ (250 кгс). При випробуванні зразків товщиною менше 6 мм вибирають кульки з меншим діаметром — 5 і 2,5 мм. На практиці користуються таблицею переведення діаметру відбитка у число твердості.

Для отримання однакової твердості при використанні кульок різних діаметрів необхідно, щоб кут φ (рис. 8.2) залишався незмінним при постійному відношенні навантаження до квадрату діаметра кульки, яке позначається через (8.2):

$$K = \frac{0,102P}{D^2}, Н / мм^2 \quad (K = \frac{P}{D^2}, кг / мм^2) \quad (8.2)$$

Для вибору значення K при випробуваннях різних матеріалів рекомендується користуватися даними таблиці 8.1.

Таблиця 8.1 – Значення коефіцієнта K

Металли и сплавы	K	НВ
Залізо, сталь, чавуни та інші високоміцні сплави	30	от 96 до 450
Титан і його сплави	15	50 220
Алюміній, мідь, нікель та їх сплави	10	32 200
Магній та його сплави	5	16 100
Підшипникові сплави	2,5	8 50
Олово, свинець	1	3,2 20

Значення навантаження в залежності від діаметра кульки наведено в таблиці 8.2.

Таблиця 8.2 – Значення навантаження P

Діаметр кульки, мм	Навантаження P , Н (кг), для $K=0,102P/D^2$, (P/D^2)					
	30	15	10	5	2,5	1
1,000	294,2 (30)	–	98,07 (10)	49,03 (5)	24,52 (2,5)	98,807 (1)
2,000	1177 (120)	–	392,3 (40)	196,1 (20)	98,07 (10)	39,23 (4)
2,500	1839 (187,5)	–	612,9 (62,5)	306,0 (31,2)	153,0 (15,6)	60,80 (6,2)
5,000	7355 (750)	–	2452 (250)	1226 (125)	612,9 (62,5)	245,2 (25)
10,000	29420 (3000)	14710 (1500)	9807 (1000)	4903 (500)	2452 (250)	980,7 (100)

Твердість по Брінеллю при використанні кульки діаметром 10 мм при навантаженні (3000 кг) з витримкою під навантаження від 10 до 15 секунд позначається цифрами, які характеризують величину твердості і буквами НВ, наприклад, 185 НВ. При інших умовах випробувань після букв НВ вказують умови випробувань в наступному порядку: діаметр кульки, навантаження, тривалість витримки під навантаженням, наприклад, 185 НВ 5/750/20 (твердість по Брінеллю з використанням кульки діаметром 5 мм при навантаженні 750 кг і витримці 20 с).

Діаметр кульки і навантаження треба обирати так, щоб діаметр відбитка кульки знаходився в межах $0,25D < d < 0,6D$. При недотриманні цих вимог необхідно змінювати умови випробувань (D і P).

Метод Брінелля не рекомендовано застосовувати для металів твердістю менше 8 кг/мм^2 (80 МПа) та понад 450 кг/мм^2 (4500 МПа), оскільки в першому випадку діаметр відбитку буде приблизно дорівнювати діаметру кульки, а в другому відбиток буде дуже малий і кулька може деформуватися, що спотворить результати випробувань.

Твердість НВ для багатьох матеріалів пов'язана з межею міцності емпіричними залежностями (наприклад, для сталі $\sigma_s = (2,94 - 3,53) \text{ НВ, МПа}$).

Умови випробувань і вимоги до зразків. Мінімальна товщина зразка S повинна бути не менш десятикратної товщини відбитка h і визначається за формулами:

$$S \geq 10h. \quad (8.3)$$

$$S \geq \frac{0.102P}{\pi DHB} \quad (P \text{ виражено в } H), \quad (8.4)$$

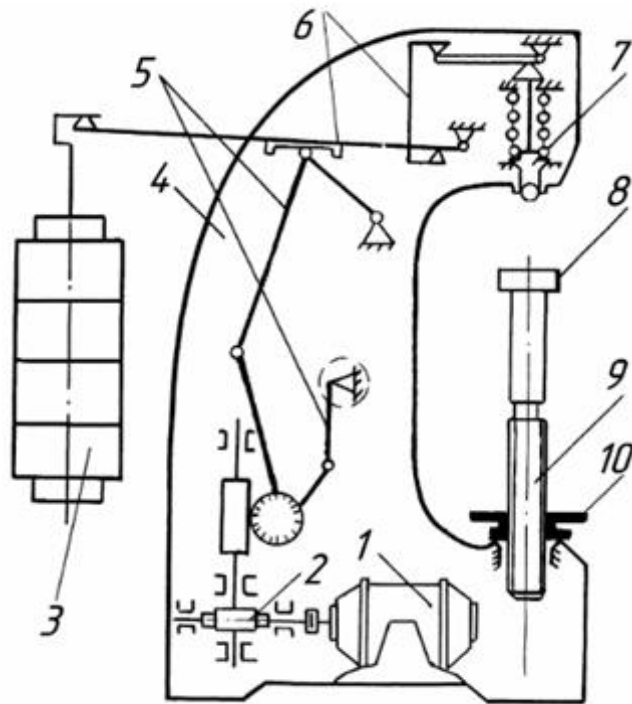
$$S \geq \frac{P}{\pi DHB} \quad (P \text{ виражено в } \text{кГ}). \quad (8.5)$$

На практиці мінімальна товщина зразка визначається по таблиці додатку 2 ГОСТ 9012-83.

При випробуванні важливе значення має якість поверхні. Чим меншу глибина вдавлювання індентора (або величина навантаження), тим вище повинна бути чистота поверхні (при підготовці поверхні на повинно бути нагріву, наклепу). Тривалість витримки під навантаженням повинно бути 10 – 15 с для сталей, а для кольорових металів і їх сплавів 10 – 180 с в залежності від матеріалу і його твердості, і повинна бути вказана в нормативно-технічній документації. Відстань між центрами двох сусідніх відбитків повинна бути не менш $4d$, а відстань від центру відбитка до краю зразка не менш $2,5d$. Для металів з твердістю менш 35НВ відстані повинні бути відповідно $6d$ та $3d$.

Проведення випробувань. Вибирають відповідний кульковий наконечник, закріплюють його в кульковій оправці 7 (рис. 8.3), накладають на підвіску необхідну кількість вантажу і встановлюють необхідну тривалість витримки зразка під навантаженням. Зразок кладуть на столик преса 8 і за допомогою маховика 10 упору піджимається до кульковій оправці 7. Нажимають на кнопку включення електродвигуна 1, обертання валу якого передається через редуктор 2 на зразок. Після закінчення випробуванні (лампочка гасне і виключається електродвигун) опускають столик і знімають зразок, після чого замірюють діаметр отриманого відбитка за допомогою спеціальної лупи або мікроскопу.

Принципова схема твердоміра показана на рисунку 8.3.



- 1 – електродвигун; 2 – черв'ячний редуктор; 3 – вантаж;
 4 – станина; 5 – кривошипно-шатунний механізм навантаження;
 6 – важільна система навантаження; 7 – оправка;
 8 – під'ємний столик; 9 – гвинт; 10 – маховик

Рисунок 8.3 – Принципова схема твердоміра

На рисунку 8.4 зображено відбиток, що бачимо в лупу (4.25 мм). Діаметр кожного відбитку необхідно вимірювати два рази по двом взаємоперпендикулярним напрямкам з точністю до сотих долей мм (відмінність на повинна бути більше 2 %). Роблять не менш 3 відбитків. По діаметру відбитка за формулами або по таблиці знаходять число твердості, а по ньому межу міцності матеріалу. Для сталі приймають $\sigma_b = 3.53 \text{ НВ, МПа}$.

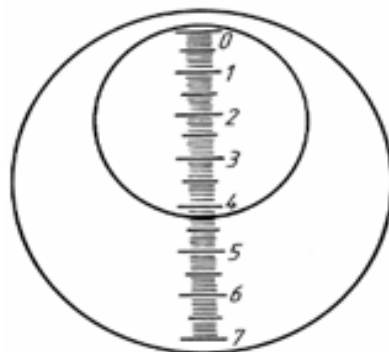


Рисунок 8.4 – Схема вимірювання відбитка

Таблиця 8.3 – Величини твердості по Брінеллю при діаметрі кульки
 $D=10$ мм, навантаженні $P = 29420$ Н (3000 кг) і $K = 30$

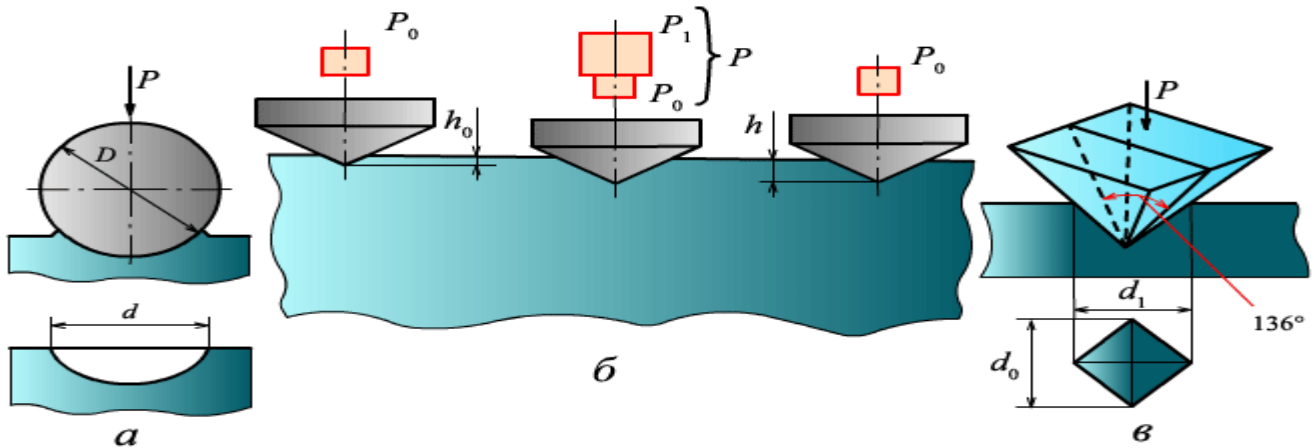
d , мм	0,00	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09
2,40	653	648	643	637	632	627	621	616	611	606
2,50	601	597	592	587	582	578	573	569	564	560
2,60	555	551	547	543	538	534	530	526	522	518
2,70	514	510	507	503	499	495	492	488	485	481
2,80	477	474	471	467	464	461	457	454	451	448
2,90	444	441	438	435	432	429	426	423	420	417
3,00	415	412	409	406	404	401	398	395	393	390
3,10	388	385	383	380	378	375	373	370	368	366
3,20	363	361	359	356	354	352	350	347	345	343
3,30	341	339	337	335	333	331	329	326	325	323
3,40	321	319	317	315	313	311	309	307	306	304
3,50	302	300	298	297	295	293	292	290	288	286
3,60	285	283	282	280	278	277	275	274	272	271
3,70	269	268	266	265	263	262	260	259	257	256
3,80	255	253	252	250	249	248	246	245	244	242
3,90	241	240	239	237	239	235	234	232	231	230
4,00	229	228	226	225	224	223	222	221	219	218
4,10	217	216	215	214	213	212	211	210	208	204
4,20	207	205	204	203	202	201	200	199	198	198
4,30	197	196	195	194	193	192	191	190	189	188
4,40	187	186	185	185	184	183	182	181	180	179
4,50	179	178	177	176	175	174	174	173	172	171
4,60	170	170	169	168	167	167	166	165	164	164
4,70	163	162	161	161	160	159	158	158	157	156
4,80	156	155	154	154	153	152	152	151	150	150
4,90	149	148	148	147	146	146	145	144	144	143
5,00	143	142	141	141	140	140	139	138	138	137
5,10	137	136	135	135	134	134	133	133	132	132
5,20	131	130	130	129	129	128	128	127	127	126
5,30	126	125	125	124	124	123	123	122	122	121
5,40	121	120	120	119	119	118	118	117	117	116
5,50	116	115	115	114	114	114	113	113	112	112
5,60	111	111	110	110	110	109	109	108	108	107
5,70	107	107	106	106	105	105	105	104	104	103
5,80	103	103	102	102	101	101	101	100	99,9	99,5
5,90	99,2	98,8	98,4	98,0	97,7	97,3	96,9	96,6	96,2	95,9
6,00	95,5	–	–	–	–	–	–	–	–	–

Випробування за Роквеллом (ГОСТ 9013—83). Здійснюють шляхом вдавлювання в метал алмазного конуса ($\alpha = 120^\circ$) або сталеві кульки ($D = 1,588$ мм або $1/16''$, рис. 8.5 б). Прилад Роквелла має три шкали — В, С і А. Алмазний конус застосовують для випробування твердих матеріалів (шкали С і А), а кульку — для випробування м'яких матеріалів (шкала В). Конус і кульку вдавлюють двома послідовними навантаженнями: попереднє P_0 і загальне P :

$$P = P_0 + P_1, \quad (8.6)$$

де P_1 — основне навантаження.

Попереднє навантаження $P_0 = 100 \text{ Н}$ (10 кгс). Основне навантаження складає 900 Н (90 кгс) для шкали В; 1400 Н (140 кгс) для шкали С і 500 Н (50 кгс) для шкали А.



a – за Брінеллем; *б* – за Роквеллом; *в* – за Віккерсом

Рисунок 8.5 – Схема визначення твердості

Твердість за Роквеллом вимірюють в умовних одиницях. За одиницю твердості приймають величину, що відповідає осьовому переміщенню наконечника на відстань $0,002 \text{ мм}$. Твердість за Роквеллом обчислюють у такий спосіб:

$$HR = 100 - e \text{ (шкали А і С); } HR = 130 - e \text{ (шкала В).}$$

Величину e визначають за формулою:

$$e = \frac{h - h_0}{0,002}, \quad (8.7)$$

де h – глибина проникнення в метал наконечника під дією загального навантаження P ($P = P_0 + P_1$);

h_0 – глибина проникнення наконечника під дією попереднього навантаження P_0 .

Залежно від шкали твердість за Роквеллом позначають *HRB*, *HRC*, *HRA*.

Випробування за Віккерсом (ГОСТ 2999—83). В основу методу покладено вдаювання в поверхню (шліфовану чи навіть поліровану), що підлягає випробуванню, чотиригранної алмазної піраміди ($\alpha = 136^\circ$) (рис. 8.5, *в*). Метод

використовують для визначення твердості деталей малої товщини і тонких поверхневих шарів, які мають високу твердість.

Твердість за Віккерсом:

$$HV = 1,854 \frac{P}{d^2} 10^{-6}, \text{ МПа} \quad (8.8)$$

де P – навантаження на піраміду, H ;

d – середнє арифметичне двох діагоналей відбитка, виміряних після зняття навантаження, $м$.

Число твердості за Віккерсом визначають за спеціальними таблицями по діагоналі відбитка d . При вимірюванні твердості застосовують навантаження від 10 до 500 H .

Метод мікротвердості застосовують для визначення твердості окремих фаз та структурних складових, окремих зерен та тонкого приповерхневого шару.

Випробування проводять у відповідності з вимогами ГОСТ 9450-76.

При визначенні мікротвердості в зразок, що досліджується, під дією навантаження P вдавлюється алмазний наконечник (індентор), який має форму піраміди. При вимірюванні величина навантаження може бути в межах 0.05 – 5 H (0.005 – 0.5 $кгс$). Після зняття навантаження на поверхні залишається відбиток у вигляді піраміди з квадратною основою (рис. 8.6).

Для визначення твердості H ($кгс \cdot мм^{-2}$) навантаження P ділять на умовну площу бокової поверхні відбитку (8.9):

$$H = \frac{2P \cdot \sin \frac{\alpha}{2}}{d^2} = 1.8544 \frac{P}{d^2}, \quad (8.9)$$

де P – навантаження на піраміду, $кгс$;

α – кут між боковими гранями піраміди, який дорівнює 136° ;

d – діагональ відбитку, $мм$.

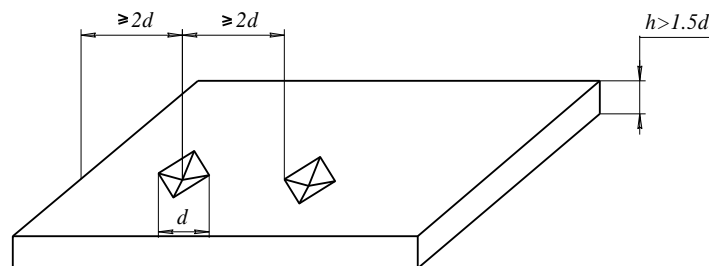


Рисунок 8.6 – Схема розташування відбитка при вимірюванні мікротвердості

Щоб не проводити розрахунки використовують таблиці (доповнення до ГОСТ 9450-76), в яких наведені значення мікротвердості в залежності від навантаження, що прикладається та довжини діагоналі відбитку (чим більша довжина діагоналі, тим менша твердість металу). Довжина діагоналі відбитка звичайно становить 3 – 300 мкм, а глибина 0.5 – 40 мкм. Число мікротвердості записується так: H з позначенням величини навантаження та отриманого результату (наприклад, $HV0,1-180$, це означає, що визначення проводилося при навантаженні 0,1 кгс (0,98 Н) чотиригранною пірамідою з квадратною основою на протязі 15 с і мікротвердість металу складає $180 \text{ кгс} \cdot \text{мм}^{-2}$).

Мікротвердість визначають на відполірованій поверхні. При виготовленні зразка для досліджень, потрібно щоб не відбувся наклеп чи нагрів поверхні, що приведе до викривлення величини мікротвердості.

Навантаження вибирається відповідно до величини площі ділянки, на якій будуть вимірювати мікротвердість, та товщини зразка (шару). Мінімальна товщина зразка повинна бути більше діагоналі відбитку в 1.5 рази. Відстань від центру відбитка до краю зразка чи краю сусіднього відбитку повинна бути не менше $2d$.

Вимірювання мікротвердості проводять на спеціальних приладах (ПМТ-3, DUN-211, DUN-211S, HNV-G21S, HNV-G20S та інші), в яких зразок, що досліджується, розміщується на спеціальному столі. Вимірювання потрібно проводити з особливою старанністю, так як коливання приладу, поштовхи, різке навантаження, невірна підготовка зразка, тріщина та сколи алмазної піраміди приводять до викривлення форми відбитку, а отже і результатів вимірювань.

Випробуванням на мікротвердість підлягає широке коло матеріалів: від дуже м'яких (твердість менше $1 \text{ кгс} \cdot \text{мм}^{-2}$) до дуже твердих типу алмазу (твердість більш $10000 \text{ кгс} \cdot \text{мм}^{-2}$).

Випробування на мікротвердість широко використовується при фізико-хімічному аналізі. Крім визначення твердості окремих фаз та структурних складових, окремих зерен та тонкого приповерхневого шару, метод мікротвердості дозволяє дослідити:

- розподіл легованих елементів і домішок в матеріалі;
- вивчати дифузію в металах та сплавах, зокрема в зварному шві та перехідній зоні;
- досліджувати рух дислокацій;
- зміни властивостей приповерхневих шарів тіла.

Випробування на ударну в'язкість. Для випробування на удар виготовляють спеціальні зразки з надрізом, які потім руйнують на маятниковому копрі (рис. 8.7). Загальний запас енергії маятника витратиться на руйнування зразка і на підйом маятника після його руйнування. Тому якщо із загального запасу енергії маятника вилучити частину, яка припадає на підйом (зліт) після руйнування зразка, дістанемо роботу руйнування зразка:

$$K = P(h_1 - h_2) \quad (8.10)$$

або

$$K = Pl(\cos \beta - \cos \alpha), \text{ Дж (кг}\cdot\text{м)}, \quad (8.11)$$

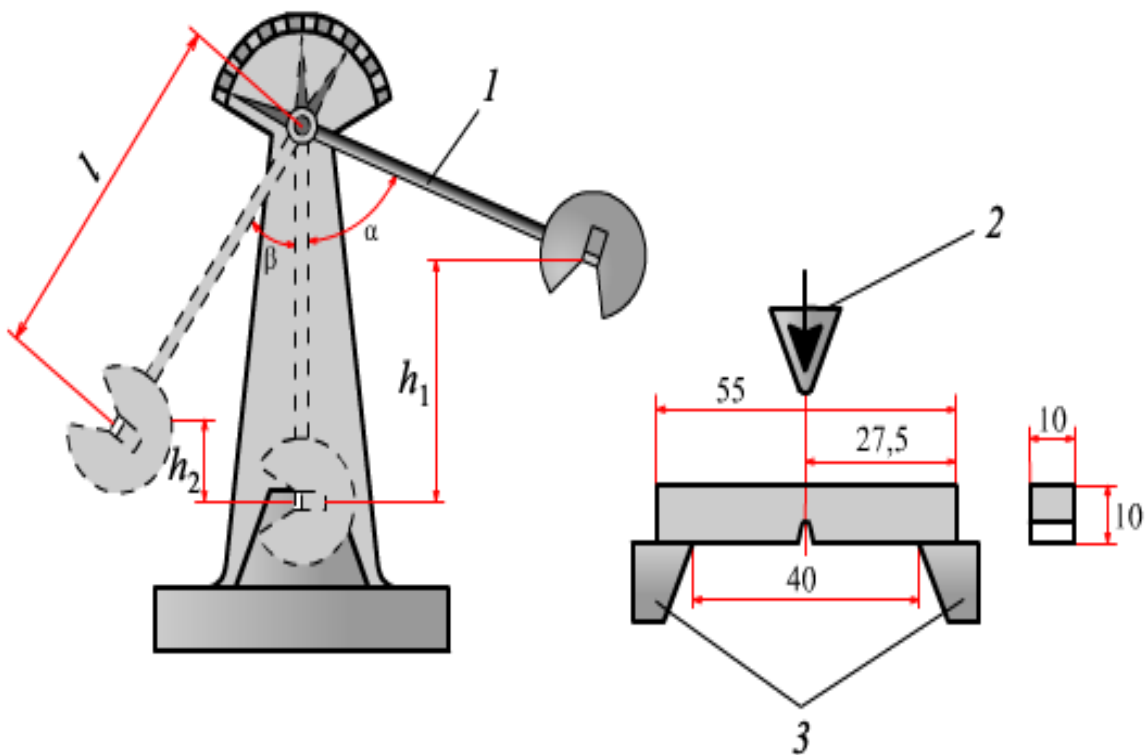
де P – маса маятника, H (кг);

h_1 – висота підйому центра маси маятника до удару, м;

h_2 – висота зльоту маятника після удару, м;

l – довжина маятника, м;

α, β – кути підйому маятника відповідно до руйнування зразка і після нього.



1 – маятник; 2 – ніж маятника; 3 – опори

Рисунок 8.7 – Випробовування на ударну в'язкість

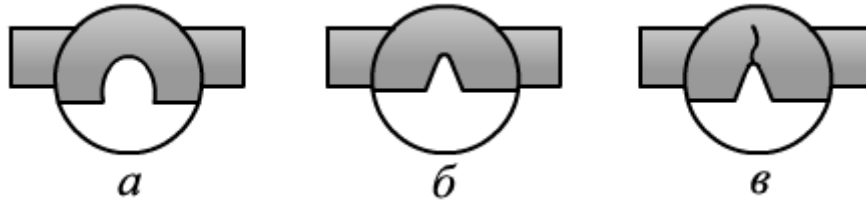
Ударну в'язкість, тобто роботу, витрачену на руйнування зразка і віднесену до поперечного перерізу зразка у місці надрізу, визначають за формулою:

$$K_C = \frac{K}{F}, \text{ МДж/м}^2 \text{ (кг}\cdot\text{м/см}^2\text{)}, \quad (8.12)$$

де F – площа поперечного перерізу в місці надрізу зразка, м^2 (см^2).

Для визначення KC користуються спеціальними таблицями, в яких для кожного кута β зазначена величина роботи удару K . При цьому $F = 0,8 \cdot 10^{-4} \text{ м}^2$.

Для позначення ударної в'язкості додають і третю букву, що вказує на вид надрізу на зразку: U , V , T . Запис KCU означає ударну в'язкість зразка з U -подібним надрізом, KCV – з V -подібним надрізом, а KCT – із тріщиною (рис. 8.8).

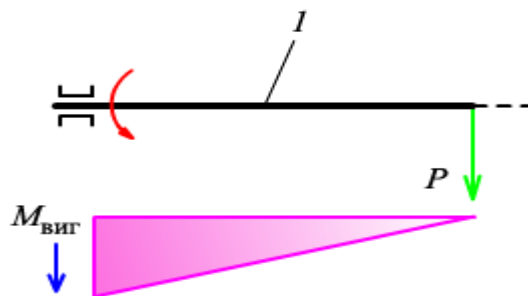


a – U -подібний надріз (KCU); b – V -подібний надріз (KCV); v – надріз із тріщиною (KCT)

Рисунок 8.8 – Види надрізів на зразках для випробування на ударну в'язкість

Випробування на утомлюваність (ГОСТ 2860–84). Руйнування металу під дією повторних або знакозмінних напружень називають *утомлюваністю металу*. При руйнуванні металу внаслідок втоми на повітрі злом складається з двох зон: перша зона має гладку притерту поверхню (зона втоми), друга – зона долому, в крихких металів вона має грубокристалічну будову, а у в'язких – волокнисту.

При випробуванні на втому визначають границю втоми (витривалості), тобто те найбільше напруження, яке може витримати метал (зразок) без руйнування задане число циклів. Найпоширенішим методом випробування на втому є випробування на згин при обертанні (рис. 8.9).

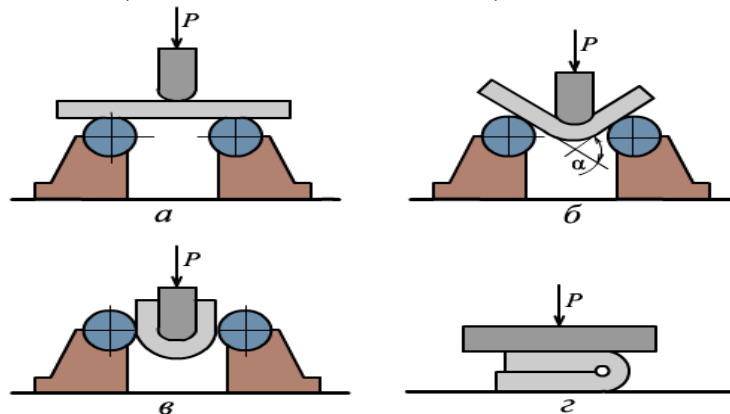


I – зразок; P – навантаження; $M_{\text{виг}}$ – вигинаючий момент

Рисунок 8.9 – Схема випробування на згин при обертанні

Застосовують такі основні види технологічних випробувань (проб).

Проба на згин (рис. 8.10) у холодному та гарячому станах – для визначення здатності металу витримувати заданий загин; розміри зразків – довжина $l = 5a + 150$ мм, ширина $b = 2a$ (але не менш ніж 10 мм), де a – товщина матеріалу.

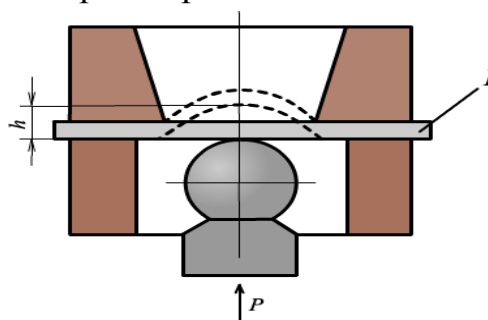


a – зразок до випробовування; b – загин до певного кута; c – загин до паралельності сторін; d – загин до стикання сторін

Рисунок 8.10 – Технологічна проба на згин

Проба на перегин передбачає оцінку здатності металу витримувати повторний згин і застосовується для дроту та прутків діаметром 0,8 – 7 мм зі смугового та листового матеріалу товщиною до 55 мм. Зразки згинають змінно праворуч та ліворуч на 90° з рівномірною – близько 60 перегинів за хвилину – швидкістю до руйнування зразка.

Проба на видавлювання (рис. 8.11) – для визначення здатності металу до холодного штампування та витягання тонкого листового матеріалу. Полягає у продавлюванні пуансоном листового матеріалу, затиснутого між матрицею та затискачем. Характеристикою пластичності металу є глибина видавлювання ямки, що відповідає появі першої тріщини.



l – лист; h – міра здатності матеріалу до витягу

Рисунок 8.11 – Випробовування на видавлювання

Проба на навивання дроту діаметром $d \leq 6$ мм. Випробовування полягає у навиванні 5 – 6 щільно прилеглих по гвинтовій лінії витків на циліндр заданого діаметра. Здійснюється тільки в холодному стані. Дріт після навивань не повинен мати пошкоджень.

Проба на іскру використовується при необхідності визначення марки сталі за відсутністю спеціального обладнання та маркування.

Випробування на розтяг є досить розповсюдженими, внаслідок того, що при сучасній техніці випробувань розтяг здійснюється практично в чистому вигляді, до того ж показники механічних властивостей, які визначаються при розтягу дозволяють судити про міцність та пластичність металів.

Міцність – це властивість матеріалів опиратися деформуванню та руйнуванню під впливом зовнішніх навантажень.

Пластичність – властивість матеріалів деформуватися без порушення цілності під дією зовнішніх навантажень.

При випробуваннях на розтяг визначають показники міцності: границі пропорційності, пружності, текучості (умовний чи фізичний), тимчасовий опір (границю міцності) та дійсний опір розриву, а також показники пластичності: відносне подовження та відносне звуження.

Для випробувань на розтяг використовують циліндричні або плоскі зразки форма і розміри яких регламентуються ГОСТ 1497 – 84.

Для забезпечення точності результатів випробувань розрахункова довжина зразка l_0 повинна дорівнювати: для циліндричних зразків – $l_0 = 10d_0$; для плоских – $l_0 = 11,3 \sqrt{F_0}$.

Кожен матеріал в залежності від типу, хімічного складу, технології виробництва дає характерну тільки для нього діаграму розтягу. Діаграма розтягу це графічне зображення залежностей деформації від величини сили розтягу. Ця діаграма викреслюється пристроєм машини і має характерні точки, по яким визначаються показники механічних властивостей. Узагальнена діаграма розтягу пластичних сплавів приведена на рисунку 8.12, а.

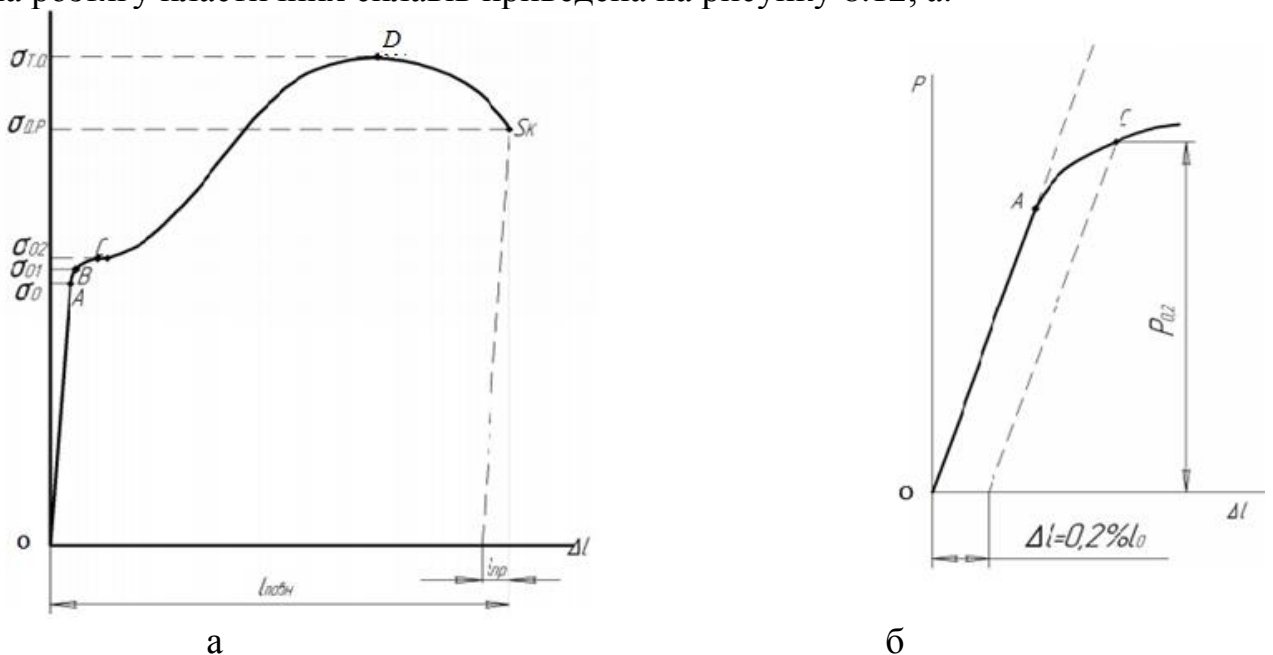


Рисунок 8.12 – Діаграма розтягу зразка у пластичному стані (а) та схема визначення умовної границі текучості (б)

D

Від початку деформації (точка О) до точки А зразок пружно деформується відповідно закону Гука, тобто пропорційно прикладеного навантаження. Точка А є граничною, до якої зберігається прямолінійна залежність між діючим навантаженням і деформацією зразка, і відповідає границі пропорційності $\sigma_{mц}$, яка визначається по формулі:

$$\sigma_{mц} = \frac{P_{mц}}{F_0}, \quad (8.13)$$

де $P_{mц}$ – навантаження, що відповідає точці А діаграми розтягу, H ;
 F_0 – площа поперечного перетину зразка до деформації, m^2 .

При навантаженнях віщих за точку А, незважаючи на те що пропорційність навантаження та деформації порушується, зразок надалі деформується пружно, але при цьому починають з'являтися перші ознаки пластичної деформації. Точка В на діаграмі розтягу відповідає навантаженню P_{np} , при якому залишкове видовження зразка, дорівнює $\Delta l_0 = 0,05\% l_0$. Напруження, що відповідає такому стану зразка є границя пружності σ_{np} або σ_{01} і визначається по формулі:

$$\sigma_{np} = \frac{P_{np}}{F_0}, \quad (8.14)$$

де P_{np} – навантаження, що відповідає точці В діаграми розтягу, H .

При подальшому збільшенні навантаження деформація зразка стає незворотною, з'являються стійкі пластичні деформації. Криволінійна ділянка діаграми розтягу ВС при випробуваннях пластичних матеріалів може перейти у горизонтальну. Це свідчить про те, що метал “тече”, деформується без збільшення навантаження. Таке явище відповідає напруженню, що характеризується як фізична границя текучості. По навантаженню, що відповідає точці С на діаграмі, визначають фізичну границю текучості σ_T або σ_{02} :

$$\sigma_T = \frac{P_T}{F_0}, \quad (8.15)$$

При випробуваннях мало пластичних матеріалів площинка текучості на діаграмі відсутня. В такому разі по навантаженню σ_{02} , при котрому залишкове подовження зразка становить $\Delta l = 0,2\% l_0$ визначають умовну границю текучості (рис. 8.12, б).

Напруження, яке відповідає максимальному навантаженню (точка D) називають границею тимчасового опору $\sigma_{T.O}$ і визначають по формулі:

$$\sigma_{r.o} = \frac{F_{\max}}{S_0}, \quad (8.16)$$

Зменшення навантаження після точки D (рис. 8. 12, а) пов'язано з утворенням місцевого звуження поперечного перерізу (шийки) у пластичних металів.

На кривій за точкою D навантаження падає, однак напруження і деформація збільшуються і в деякий момент часу зразок руйнується розривом. Максимальне напруження перед руйнуванням зразка – дійсний опір розриву S_K .

$$S_k = \frac{P_k}{F_k}, \quad (8.17)$$

де P_k – навантаження руйнування зразка, H ;

F_k – площа поперечного перерізу зразка після розриву, m^2 .

По результатам обмірів зразка до та після випробувань визначають показники пластичності:

відносне подовження, % :

$$\delta = \frac{(l - l_0)}{l_0} \cdot 100\%, \quad (8.18)$$

та відносне звуження, %:

$$\psi = \frac{(F_k - F_0)}{F_0} \cdot 100\%, \quad (8.19)$$

де l_0 , l_k , F_0 , F_k – відповідно початкові та кінцеві розміри та площа перерізу зразка.

Особливості випробувань на розтяг. Випробування проводять для чорних та кольорових металів і виробів з них відповідно до ГОСТ 1497-84 і дозволяють визначити: межу пропорційності, межу пружності, межу текучості, тимчасовий опір (межу міцності), істинний опір розриву, відносне подовження після розриву, відносне звуження після розриву). В багатьох випадках обмежуються визначенням межі міцності (контрольні випробування проводять на стандартних зразках, форма та розміри яких наведені в ГОСТ 1497-84). Випробування проводять на розривних і універсальних машинах, які повинні задовольняти ГОСТ 28840. Також використовуються мікрометри, штангельциркулі, тензометри для визначення величини деформації зразка. Для визначення межі міцності перед випробуванням спочатку визначають початкову площу поперечного перерізу зразка F_0 . Визначення геометричних розмірів проводять з похибкою не більше ± 0.5 %. Вимірювання розмірів зразка

проводять не менш трьох місцях: в середній частині і на границях робочої довжини. За початкову площу поперечного перерізу зразка в його робочій частині F_0 . Приймають найменше з отриманих значень. Округлення отриманих значень проводять відповідно до таблиці 8.4.

Вимірювання проводять штангенциркулем або мікрометром. Для визначення границь пропорційності, текучості використовують тензометри.

Види зразків для випробувань показані на рисунку 8.13.

Таблиця 8.4 – Округлення значень F_0 , мм²

F_0	Округлення до
до 10.00 включно	0,01
10.00 – 20.00	0,05
20.0 – 100.0	0.1
100.0 – 200.0	0.5>
>200	1

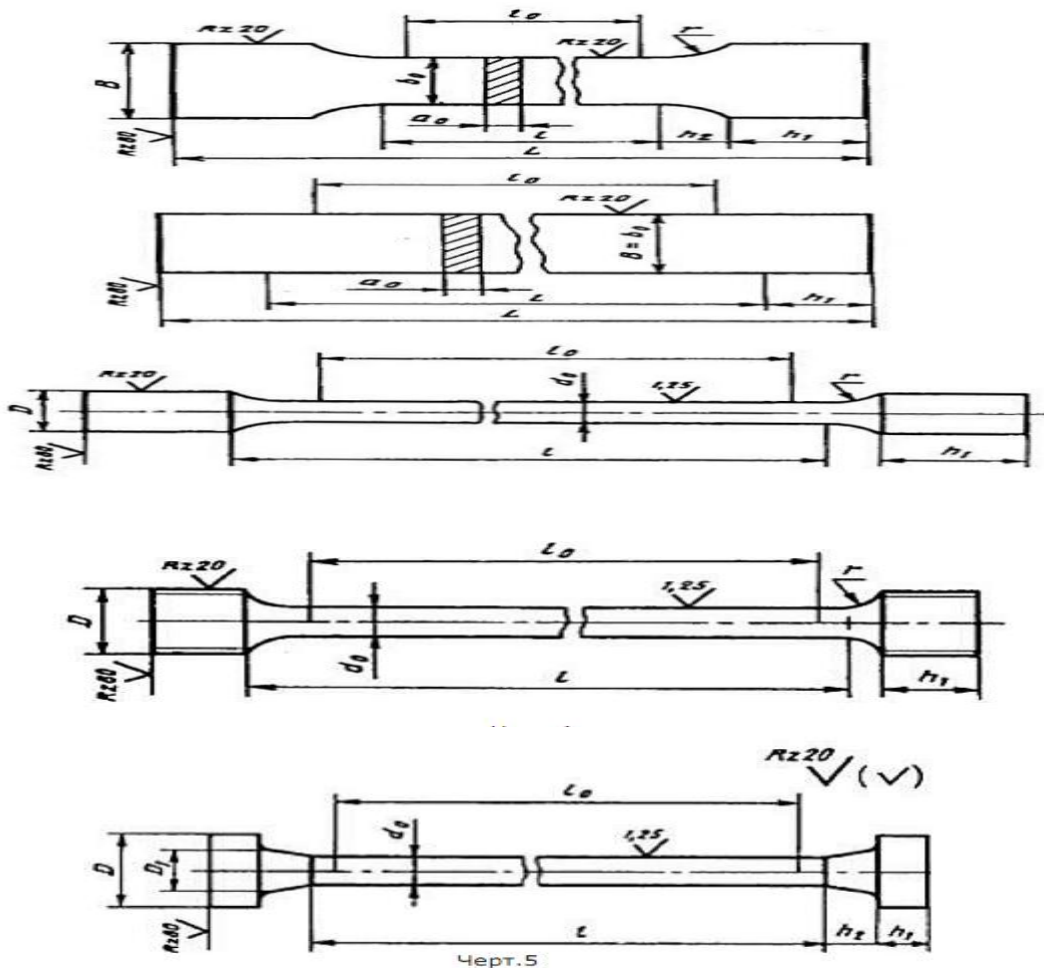


Рисунок 8.13 – Види зразків для випробувань на розтяг

8.3 Механічні випробування бетону

Відомо велика кількість механічних методів визначення міцності бетону шляхом механічного впливу на поверхню зразка або виробу. Методи визначення міцності бетону поділяють на руйнівні та неруйнівні. На практиці широке розповсюдження для експресного визначення міцності бетону у виробках знайшли неруйнівні методи, основані на взаємозв'язку міцності та інших властивостей бетону. Такими можуть служити (табл. 8.5) відбитки на бетонній поверхні, які характеризують пластичну деформацію при вдавлюванні індентора (штампа), ступінь зчеплення металу (арматури й ін.) з бетоном, зусилля сколювання бетону; величина пружного відскоку; швидкість ультразвукових хвиль і хвиль, викликаних механічним ударом; частота власних коливань тощо.

В залежності від особливостей впливу механічні методів визначення міцності бетону можна поділити на три групи.

До першої групи відносять методи, засновані на визначенні міцності бетону по зусиллю, необхідному для відриву і сколювання шматки бетону з поверхні конструкції або виробу. Найбільш старий метод, це метод-висмикування задалегідь закріпленої в бетон опори.

Друга група механічних випробувань заснована на вимірі твердості бетону, здійснюється шляхом вдавлювання у його поверхню штампа певної форми, найчастіше кулястої. Вдавлювання штампа роблять ударом, з допомогою пружини або іншими способами. В результаті впливу на поверхні бетону утворюється вм'ятина, розміри якої є показником твердості бетону. При застосуванні кулястого штампа отримують сферичний відбиток. Міцність бетону встановлюють залежно від діаметра відбитка за тарувальною кривою, побудованою за результатами попередніх випробувань. Діаметр відбитка в цьому випадку характеризує твердість бетону. Для отримання найбільш точних результатів вимірювання потрібно, щоб діаметр відбитка був більш $0,2D$ і менше $0,6 D$, де D – діаметр кульки. Якщо діаметр відбитка більше зазначеної межі, то слід зменшити силу вдавлювання; якщо діаметр відбитків менше вказаної межі, то застосовують кульку меншого діаметра.

Порівняно зручні пружинні молотки, які вдавлюють кульку в бетон за допомогою попередньо стиснутої пружини. При спуску пружини спеціальний бойок вдарає по бетону. По діаметру відбитка судять про міцності бетону. Спеціально торійована пружина забезпечує сталість сили удару, що підвищує точність випробування. Однак у переносних невеликих за розмірами приладах важко з допомогою пружини забезпечити значну силу удару, що ускладнює випробування високоміцних бетонів.

До третьої групи відносять прилади, засновані на принципі пружного відскоку. В цих приладах вимірюють висоту пружного бойка, падаючого з постійної висоти. Ударна міцність бетону пов'язана з його міцністю; з підвищенням міцності зростають ударний твердість і характеризує її висота пружного відскоку.

Таблиця 8.5 – Класифікація неруйнівних методів визначення міцності бетону у конструкціях і спорудах

№	Група методів	Характеристика методів
Механічні методи		
1	Методи пластичної деформації	- вдавлювання штампа в поверхню бетону і еталону
2	Методи, основані на стрільбі чи вибуху	- метод стрільби - метод забивки стержнів - метод вибуху
3	Випробування на відрив і сколювання	- визначення зчеплення бетону з металом - відділення бетону від бетону шляхом відриву зі сколюванням - відриву розколюванням - сколювання ребра конструкції
4	Випробування шляхом подрібнення бетону	- подрібнення проб бетону - висвердлювання отворів в бетоні
5	Вимірювання пружного відскоку	- визначення висоти відскоку бойка від ударника, притиснутого до бетону
Фізичні методи		
6	Імпульсні методи	Вимірювання швидкості розповсюдження пружних хвиль: - поздовжніх ультразвукових; - поперечних ультразвукових, викликаних імпульсним ударом
7	Резонансні методи	1. Визначення частоти власних коливань: - від згину; - поздовжніх; - від закручення 2. Визначення логарифмічного декременту затухання
8	Електричні методи	Вимірювання відносного електричного опору
9	Радіоізотопні методи	Визначення середньої густини по зміні інтенсивності гама-випромінювання, яке проходить через бетон або розсіяного бетоном

При виборі неруйнівного методу визначення міцності варто враховувати діапазон їх можливого застосування. Ефективність обраних методів в умовах систематичного контролю міцності бетону на заводах залізобетонних виробів залежить також від технологічних факторів (табл. 8.6).

Таблиця 8.6 – Рекомендації з вибору неруйнівних методів залежно від технологічних факторів (за М.Ю. Лещинським)

Причини зміни міцності бетону	Метод оцінки міцності							
	пластичної деформації		пружно-го відскоку	відриву і сколювання	відриву	резонансний	імпульсний	радіоізотопний
	розчину	бетону						
Коливання В/Ц	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Н
Зміна якості піску	Р	Р	Р	Р	Р	Д	Д	Н
Зміна якості крупного заповнювача	Н	Д	Н	Р	Р	Н	Н	Н
Зміна кількості крупного заповнювача	Н	Д	Д	Р	Р	Н	Н	Н
Застосування хімічних добавок	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Н
Перемішування бетонної суміші	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Д
Ущільнення бетону	Н	Н	Н	Д	Д	Р	Р	Р
Зміна віку бетону	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Н
Вплив агресивних факторів	Д	Д	Д	Р	Р	Р	Р	Н
Тріщиноутворення	Н	Н	Н	Н	Н	Р	Р	Д

Примітка: Р – рекомендується; Д – допускається; Н – не рекомендується.

Метод пластичних деформацій у даний час набув широкого поширення. Він побудований на оцінюванні місцевих деформацій матеріалу, викликаних прикладанням зовнішнього зосередженого навантаження. Суть методу полягає у визначенні міцності матеріалу за його твердістю. Переваги такого методу визначення фізико-механічних властивостей полягають у його простоті, технологічності та достатньо високій достовірності результатів, а недолік – у тому, що досліджуються тільки поверхневі шари матеріалу.

Для цього можна використовувати методи (окрім вище зазначених): визначення твердості за Брінеллем (визначають шляхом утискування сталеві кульки в тіло матеріалу, що досліджується), метод Роквелла (вдавлюється алмазний конус із кутом біля вершини 120°) та метод Віккерса (вдавлюється алмазна піраміда з двограним кутом біля вершини, рівним 136°).

На точність визначення міцності бетону неруйнівними методами впливає стан бетону на момент випробування. Із збільшенням вмісту води в порах і капілярах бетону розміри відбитків, отриманих приладами, основанийими на методі пластичної деформації, значно збільшуються, зменшується величина пружного відскоку. Швидкість ультразвуку в бетоні при його водонасиченні зростає.

Для заморожених водонасичених зразків бетону характерне зменшення діаметрів відбитків і збільшення пружного відскоку, що пов'язано з підвищенням твердості бетонної поверхні і ростом пружних властивостей бетону при замерзанні води. Швидкість ультразвуку для бетону, замороженого у водонасиченому стані, ще більше зростає внаслідок більшої швидкості поширення ультразвукових хвиль крізь лід, ніж у воді.

При збільшенні міцності бетону ступінь зміни фізико-механічних характеристик при водонасиченні і заморожуванні зменшується.

В деяких випадках представляє інтерес визначення міцності бетону на розтяг. З цієї міцності можна судити про міцність бетону на стиск, так як відомо, що між ними існує орієнтовна залежність.

Перелік посилань

1. Чкалова О.Н. Основы научных исследований. –К.: «Вища школа», 1978, –120 с.
А.А. Системотехника в строительстве. – М. Стройиздат, 1983. – 440 с.
2. Гусаков А.А. Системотехника в строительстве. – М. Стройиздат, 1983. – 440 с.
3. Исаханов Г. В. Основы научных исследований в строительстве. – Киев: Вища школа, 1985. – 208с.
4. Основы научных исследований и техника эксперимента. Типовая программа, методические указания и контрольные задания для студентов специальностей 0504, 0572 и 0404. Составит. А.И.Ермаков, С.В.Грицай. –Харьков: ХМПП, 1988. –52 с.
5. Основы научных исследований: Учебн. для техн. вузов/ В.И.Крутов, И.М.Грушко, В.В.Попов и др.; Под ред. В.И.Крутова, В.В.Попова. –М.: Высш. шк., 1989. –400 с.: ил.
6. Основы научных исследований в черной металлургии / Под общ. Ред. Ю.Н.Яковлева. –Киев; Донецк: Вища шк. Головное изд-во, 1985. –205с.
7. Чернин В.Т., Васильев М.А. Методы и приборы для анализа поверхности материалов. Справочник. –К.: Наукова думка, 1982. –399 с.
8. Экспериментальное исследование процессов обработки металлов давлением. Маслов В.Е., Шаповал В.Н. –К.: Вища школа. Головное изд-во, 1983. –232 с.
9. Адлер Ю.П. Введение в планирование эксперимента. –М.: «Металлургия». 1969. –157 с.
10. ОСТ 4. ГО 054.044. Соединения металлостеклянные вакуумноплотные. Типовые технологические процессы. – Редакция 2-75, 1975. –103 с.
11. Сумм Б.Д., Горюнов Ю.В. Физико-химические основы смачивания и растекания. –М.: «Химия», 1976. –323 с.
12. Душинский В.В. Оптимизация технологических процессов в машиностроении, –К.: «Техніка», 1977, –1710 с.
13. Адлер Ю.П., Маркова Е.В., Грановский Ю.В. Планирование эксперимента при поиске оптимальных условий. –М.: «Наукова думка», 1971, –293 с.
14. Обработка поверхности и надежность материалов: Пер. с англ./Под ред. Дж. Бурке, Ф.Вайса. – М.: МИР, 1984. –192 с., ил.
15. Ю.А.Харламов, Н.А.Будагянц. Физика, химия и механика поверхности. Учебное пособие. –Луганск. Изд-во ВУГУ, 2000, –624 с.
16. Тушинский Л.И., Плохов А.В. Исследование структуры и физико-химических свойств покрытий. Новосибирск: Наука, 1986. – 197 с.
17. Борисов Ю.С. и др. Газотермические покрытия из порошковых материалов. Справочник. К.: «Наукова думка», 1987. – 544 с.
18. Приборы и методы физического металловедения: [В 2-х т.] Т.1/Пер. Англ. Под ред. Н.Т. Чеботарева. –М.: Мир, 1973. –427 с.

19. Русаков А.А Рентгенография металлов. –М.: Атомиздат, 1977. –480 с.
20. Миркин Л.И. Рентгеноструктурный анализ. Получение и измерение рентгенограмм: Справочное пособие. –М.: Наука, 1976. –326 с.
21. Расчеты и испытания на прочность в машиностроении. Методы исследования изломов металлов. Рекомендации. –М.: ВНИИНМАШ, 1979. –54 с.
22. Физические основы рентгеноспектрального локального анализа. Пер. с англ. М.: 1973.
23. Электронно-зондовый микроанализ. Пер с англ. –М.: 1974
24. Практическая металлография. –2-е изд., –М.: Высш. школа, 1982. –272 с., ил.
25. Бачин В.А. Диффузионная сварка стекла и керамики с металлами. –М.: „Машиностроение” – 1986, –184 с., ил.

Рекомендована література

1. Авдейченко Г.В. Испытание строительных конструкций (учебное пособие), М. Изд-во АСВ, 2009.
2. Адлер Ю.П. Введение в планирование эксперимента. –М.: «Металлургия». 1969. –157 с.
3. Адлер Ю.П., Маркова Е.В., Грановский Ю.В. Планирование эксперимента при поиске оптимальных условий. – М.: «Наукова думка», 1971, –293 с.
4. Арматура железобетонных конструкций / С.А. Мадатян. – М.: Воентехлит, 2000. – 256 с.
5. Винарский М.С., Лурье М.В. Планирование эксперимента в технологических исследованиях. Киев, „Техніка”, 1975, – 168 с.
6. Горский В.Г., Адлер Ю.П. Планирование промышленных экспериментов. –М.: „Металлургия”, 1974, – 264 с.
7. Грушко И.М., Сиденко В.М. Основы научных исследований – Харьков: «Вища школа», 1983. – 224 с.
8. Душинский В.В. Оптимизация технологических процессов в машиностроении, –К.: «Техніка», 1977, –1710 с.
9. Зедгинидзе И.Г. Планирование эксперимента для исследования многокомпонентных систем. М., „Наука”, 1976, – 390 с.
10. Исаханов Г. В. Основы научных исследований в строительстве. – Киев: Вища школа, 1985. – 208 с.
11. Казачек В.Г. Обследования и испытания зданий и сооружений – М., Высшая школа, 2006.
12. Кириленко А.М., Диагностика железобетонных конструкций и сооружений (научное издание), М., Изд-во Архитектура-С , 2013.
13. Колкер Я.Д. Математический анализ точности механической обработки деталей. –Киев, „Техніка”, 1976, – 200 с.
14. Контроль качества сварных конструкций / Волченко В.Н. – М.: Машиностроение, 1986.
15. Налимов В.В. Статистические методы описания химических и металлургических процессов. М., „Металлургиздат”, 1963, – 60 с.
16. Налимов В.В., Чернова Н.А. Статистические методы планирования экстремальных экспериментов. –М.: „Наука”, 1965, – 340 с.
17. Методы акустического контроля металлов / Алешин Н.П. – М.: Машиностроение, 1989.
18. Методичні вказівки до самостійної роботи студентів з дисципліни «Організація наукових досліджень» (Основи планування експерименту. Методи експериментальних досліджень) (для студентів 5 курсу всіх форм навчання спец. 8.092108 – Теплогазопостачання і вентиляція »). Укл.: Капцов І.І., Ромашко О.В., Гапонова Л. В., Гранкіна В.В. – Харків ХНАМГ, 2009. – 38 с.
19. Спиридонов А.А., Васильев Н.Г. Планирование эксперимента. –

Свердловск, изд. УПИ им. С.М.Кирова, 1975, – 152 с.

20. Теория сварочных процессов. /Под ред. Фролова В.В. – М.: Высшая школа, 1988. – 559 с.

21. Хотимский В.М. Выравнивание статистических рядов по методу наименьших квадратов (способ Чебышева). М., Госстатиздат, 1959, – 85 с.

22. Чернин В.Т., Васильев М.А. Методы и приборы для анализа поверхности металлов. Справочник. – К.: Наукова думка, 1982. –399 с.

23. Чкалова О.Н. Основы научных исследований. – К.: «Вища школа», 1978, –120 с.

24. Экспериментальное исследование процессов обработки металлов давлением. Маслов В.Е., Шаповал В.Н. – К.: Вища школа. Головное изд-во, 1983. –232 с.

25. Експериментальні методи у зварюванні: навч. посіб. / Л.Я. Березін, Т.Р. Ганєєв. – Чернігів: ЧНТУ, 2015. – 224 с.

26. Экспериментальные методы контроля качества строительных материалов и конструкций: учебное пособие / А.В. Лейкин, С.В. – Николаев. – СПб. : ФГБОУ ВПО ПГУПС, 2015. – 227 с.

27. Ю.А.Харламов, Н.А.Будагянц. Физика, химия и механика поверхности. Учебное пособие. –Луганск. Изд-во ВУГУ, 2000, – 624 с.