

Министерство образования и науки РФ  
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
высшего образования «Саратовский государственный университет  
имени Н.Г. Чернышевского»

**А.А. Аникин, С.Б. Вениг, А.Г. Жуков,  
С.В. Стецюра, К.Ю. Черненко**

## **МЕТАЛЛОВЕДЕНИЕ**

*Сборник лабораторных работ*

*по дисциплине «Материаловедение. Металловедение»*

Саратов 2015

## СОДЕРЖАНИЕ

Введение .....	3
Лабораторная работа №1 .....	4
Методы измерения твердости .....	4
Лабораторная работа №2 .....	21
Исследование структуры металлов и сплавов .....	21
Лабораторная работа №3 .....	30
Определение марки сплава по его химическому составу.....	30
Лабораторная работа №4 .....	42
Определение толщины покрытия .....	42
Лабораторная работа №5 .....	49
Микротвердость материалов.....	49
Лабораторная работа № 6 .....	61
Определение краевого угла смачивания материалов. ....	61
Лабораторная работа №7 .....	77
Определение критических точек и построение диаграммы состояния сплавов свинца с сурьмой .....	77
Приложение 1 .....	83
Приложение 2 .....	85
Приложение 3 .....	86

САРАТОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ Н. Г. ЧЕРНЫШЕВСКОГО

## Введение

Данный сборник лабораторных работ по дисциплине «Материаловедение. Металловедение» может быть полезным студентам, обучающимся по направлению 22.03.01 «Материаловедение и технологии материалов» на факультете нано- и биомедицинских технологий Саратовского государственного университета имени Н.Г. Чернышевского при изучении физических основ формирования сплавов, их параметров, характеристик, при проведении теоретического и экспериментального исследования, а также практического применения металлов и сплавов.

САРАТОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ Н. Г. ЧЕРНЫШЕВСКОГО

## Лабораторная работа №1

### Методы измерения твердости

Цель работы: Измерение твердости металлических сплавов с различной структурой и термообработкой на современных приборах определения твердости, а также ознакомление с методами подготовки образцов для измерения твердости.

#### 1. Материально–техническое обеспечение работы

Универсальный твердомер Duravision 300, Отрезной станок Labotom-5, микрошлиф железоуглеродистого сплава (стали, чугуна) или другой образец, предложенный преподавателем.

#### 2. Краткие сведения из теории

Твёрдостью называется способность материала оказывать сопротивление проникновению в него другого, более твердого тела.

Твердость зависит от химического состава и термической обработки материала.

От степени твёрдости зависит возможность использования металла для изготовления различных деталей и инструментов. Твёрдость влияет на обрабатываемость металла: чем тверже металл, тем больше усилий требуется для его обработки.

Измерение твердости является одним из самых важных и широко распространенных видов механических испытаний металлов. Широкое применение этого вида испытаний обусловлено следующими его преимуществами:

- измерение твердости проводится, как правило, без разрушения изделия (образца) и, следовательно, может проводиться непосредственно на готовой детали. Габариты деталей при этом могут колебаться в очень широких пределах – от нескольких десятых и сотых долей миллиметра

(часовые пружины) до нескольких метров (станины станков, валки прокатных станов);

- методики измерения твердости и подготовки испытуемых образцов сравнительно просты и оперативны; их легко освоить;
- приборы и оборудование для измерения твердости, как правило, проще, чем при других методах испытаний. Их можно установить в любой лаборатории или в соответствующем участке цеха;
- по полученному значению твердости можно сделать предварительные выводы о других механических свойствах металла (сплава), так как большинство свойств металлов и сплавов определяются одним и тем же показателем – его структурой;
- измерение твердости позволяет судить о наличии (или отсутствии) в деталях упроченных поверхностей в результате различных видов термической обработки сплавов, связанной с изменением структуры по сечению детали.

Применительно к приведённому выше определению твёрдости существует три способа её измерения, а именно:

- 1) способ вдавливания (внедрения).
- 2) способ упругого отскока шарика
- 3) способ царапания.

Существуют следующие основные способы измерения твердости вдавливанием:

- a) стального шарика – твердость определяется по величине диаметра оставляемого отпечатка (метод Бринелля);
- b) алмазного конуса (или стального шарика) - твердость определяется по глубине получаемого отпечатка (метод Роквелла);
- c) алмазной пирамиды – твердость определяется по величине получаемого отпечатка (метод Виккерса).

О величине твёрдости судят по полученной деформации.

В технической литературе твердость всегда обозначается символом Н (от англ. hardness – твердость), которому предшествует числовое значение твердости из трех значащих цифр. Следом за буквой Н всегда пишется одна или две буквы, обозначающие метод испытания твердости, например: НВ – твердость по Бринеллю; HRA, HRB, HRC – твердость по Роквеллу (по шкалам А, В и С); HV – твердость по Виккерсу; HSD – твердость по Шору; НР – твердость по Польди; Н<sub>ц</sub> – микротвердость и т.д.

Обычно измеряют макротвердость. В этом случае индентор имеет значительные размеры, и испытания характеризуют свойства всего материала.

Измерение микротвердости производят с целью определения твердости отдельных зерен, фаз и структурных составляющих сплава на специально подготовленных шлифах. Испытания проводят вдавливанием алмазной пирамиды с квадратным основанием под нагрузкой от 2 до 200 г.

**Метод Бринелля (НВ)** – ГОСТ 9012-59 (СТ СЭВ 468-88) вдавливание в испытуемый материал под нагрузкой  $P$  стального закаленного или из твердого сплава шарика диаметром  $D$  под действием усилия  $P$ , приложенного перпендикулярно к поверхности образца, в течение определенного времени. После снятия нагрузки на поверхности остается сферическая лунка, по величине диаметра  $d$  которой судят о твердости (рис. 1).

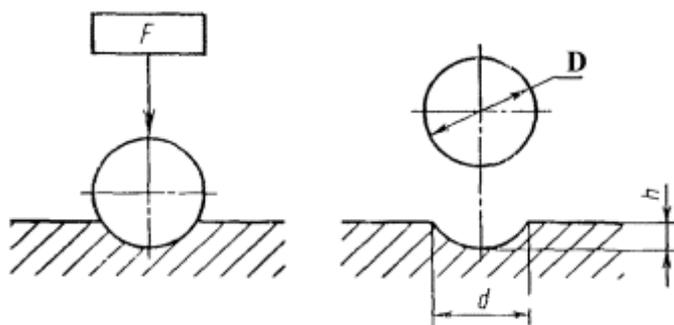


Рис. 1. Схема испытания твердости методом вдавливания стального шарика.

Величина твердости НВ по Бринеллю равна отношению нагрузки Р, кгс, к поверхности сферической лунки F, мм<sup>2</sup> :

$$HB = \frac{P}{F}, \text{ кгс/мм}^2$$

Поверхность  $F = \pi Dh$ . Так как высоту сегмента  $h$  измерить трудно, ее можно выразить через диаметры шарика  $D$  и лунки  $d$ :

$$h = \frac{D - \sqrt{D^2 - d^2}}{2},$$

тогда 
$$F = \frac{\pi D}{2} \cdot (D - \sqrt{D^2 - d^2}),$$

а число твердости 
$$HB = \frac{2P}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})}.$$

На практике вычисления по формуле каждый раз не делают, а определяют число твердости по таблице, составленной на основе этой формулы для разных диаметров отпечатков (см. ГОСТ 9012-59 (СТ СЭВ 468-88) и приложение 1)

Способ измерения по Бринеллю не является универсальным. Его используют для материалов малой и средней твердости: сталей с твердостью  $\leq HB 450$ , цветных металлов с твердостью  $\leq HB 200$ .

Выбор основных параметров для измерения твердости (в соответствии с таблицей 1.1)

**1.** Выбрать тип шарика. При твердости металлов менее 450 единиц для измерения твердости применяют стальные шарики или шарики из твердого сплава: при твердости металлов более 450 единиц - шарики из твердого сплава.

**2.** Выбрать диаметр  $D$  вдавливаемого шарика в зависимости от толщины  $h$  испытываемого образца при :

$$h > 6 \text{ мм} \quad D = 10 \text{ мм}$$

$$h < 3 \text{ мм} \quad D = 2,5 \text{ мм}$$

3. Соотношение между нагрузкой Р и диаметром шарика Д берется в зависимости от испытываемого материала.

Для стали и чугуна  $P = 30D^2$  кгс

Для меди и ее сплавов  $P = 10D^2$  кгс

Для алюминия и его сплавов  $P = 2,5D^2$  кгс

4. Продолжительность выдержки наконечника под действием заданного усилия

для стали и чугуна 10 – 15 с,

для цветных металлов 30 с.

Таблица 1.1

Материал	Интервал твердост и НВ	Мин. толщина образца, мм	Соотношение между нагрузкой Р и диаметром шарика Д	Диаметр шарика Д, мм	Нагрузка Р, кгс	Выдержка под нагрузкой, с
Черные металлы: железо, сталь, чугун и другие высокопрочные сплавы	140-450	От 6 до 3	$P=30D^2$	10,0	3000	10
		От 4 до 2		5,0	750	
		Менее 2		2,5	187,5	
То же	<140	Более 6	$P=10D^2$	10,0	1000	10
		От 6 до 3		5,0	250	
		Менее 3		2,5	62,5	
Цветные металлы: Ni, Cu, Al и их сплавы	>130	От 6 до 3	$P=30D^2$	10,0	3000	30
		От 4 до 2		5,0	750	
		Менее 2		2,5	187,5	
Магний и его сплавы, баббиты	35 - 130	От 9 до 3	$P=10D^2$	10,0	1000	30
		От 6 до 3		5,0	250	
		Менее 3		2,5	62,5	
То же	8 - 130	Более 6	$P=2,5D^2$	10,0	250	60
		От 6 до 3		5,0	62,5	
		Менее 3		2,5	15,6	

При определении твердости стальным шариком или шариком из твердого сплава диаметром 10 мм при усилии 3000 кгс (29420 Н) и продолжительности выдержки от 10 до 15 с твердость по Бринеллю обозначают только числовым значением твердости и символом НВ или НВW: например, 185 НВ, 600 НВW.

**Метод Роквелла** – ГОСТ 9013-59 – Сущность метода заключается во вдавливании наконечника с алмазным конусом с углом  $120^{\circ}$  (шкалы А и С) или со стальным закаленным шариком диаметром 1,588 мм (шкала В) в испытуемый образец под действием последовательно прилагаемых предварительной  $P_0$  и основной  $P_1$  нагрузок. Общая нагрузка  $P = P_0 + P_1$

Предварительная нагрузка во всех случаях равна 10 кгс, основная равна 50, 90 и 140 кгс

За единицу твердости принята величина, соответствующая осевому перемещению наконечника на 0,002 мм. Шкалы А и С имеют по 100 делений. Красная шкала В смещена относительно нулевого деления черной шкалы на 30 делений.

$$\text{Число твердости для шкал А и С: } HRA(HRC) = 100 - \frac{h-h_0}{0,002}$$

$$\text{Для шкалы В } HRB = 130 - \frac{h-h_0}{0,002}$$

где  $h$  – глубина внедрения наконечника под действием суммарной нагрузки,

$h_0$  – глубина внедрения наконечника под действием предварительной нагрузки 10 кгс

Измерение твердости образца по Роквеллу начинается с выбора шкалы в соответствии с таблицей 1.2.

Таблица 1.2

Обозначение шкалы	Общая нагрузка	Наконечник (индентор)	Цвет шкалы	Обозначение твердости	Область применения	Примерная твердость по Бринеллю
A	60 кгс	Алмазный конус	Черная, 100 делений	HRA	Твердые сплавы, сталь после химико-термообработки	Свыше 700
B	100 кгс	Шарик диаметром 1,588 мм	Красная, 130 делений	HRB	Незакаленная сталь, цветные сплавы	60-230
C	150 кгс	Алмазный конус	Черная, 100 делений	HRC	Закаленная сталь	230-700

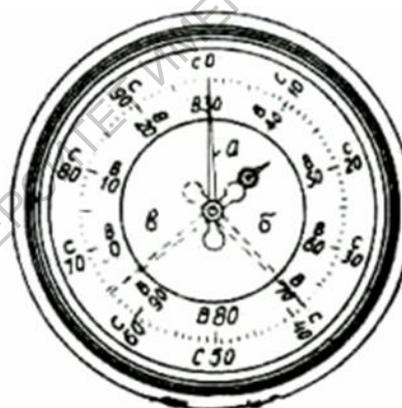
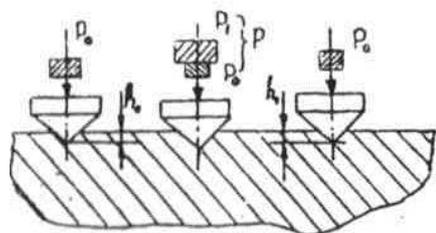


Рис. 2 Схема определения твердости Рис. 3 Индикатор пресса Роквелла

**Метод Виккерса (HV)** заключается во внедрении в испытуемый металл алмазной пирамиды с углом при вершине между противоположными гранями  $136^\circ$ . Усилие вдавливания выбирается в зависимости от толщины и твердости образца и составляет от 1 до 100 кгс. Значение твердости получается делением приложенной к индентору нагрузки на площадь пирамидального отпечатка, которую определяют по диагонали отпечатка. Метод достаточно универсален, так как позволяет измерять, практически, твердость любого металла и сплава. Этим методом можно измерять твердость тонких пластин и слоев (до 6,05 мм). Метод требует очень

тщательной подготовки поверхности – тонкого шлифования или полировки. Метод Виккерса нежелательно применять при измерении твердости крупнозернистых и разнородных структур, так как при малом размере отпечатка (соизмеримом с размерами зерна) можно получить большой разброс данных.

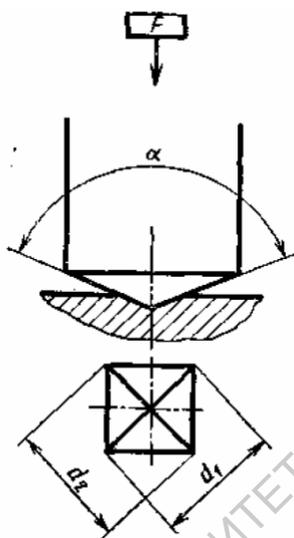


Рис. 4 Схема определения твердости методом Виккерса

Сопоставление чисел твердости металлов и сплавов см. в приложении 2.

Микротвердость (Н<sub>μ</sub>) по своей сути – тот же метод Виккерса. Разница заключается в величине прилагаемой к пирамиде нагрузки – от 5 до 200 г. Этот метод предназначен для измерения твердости очень тонких и однородных по структуре слоев, а так же отдельных зерен металла (сплава). Измерение твердости производится под микроскопом при увеличении от 200 до 400 раз. Метод применяется в лабораторных условиях и, как правило, в исследовательских целях. Для измерения твердости этим методом поверхность образца необходимо полировать.

**Метод Кнупа** Испытание на определение микротвердости осуществляется путем вдавливания индентора специальной формы в поверхность испытуемого образца. В отличие от испытания по методу

Роквелла, метод Кнупа рассчитан на приложение одной единственной нагрузки. Получившийся отпечаток или невосстановившаяся площадь затем измеряется с помощью высокомоощного микроскопа в комбинации с нитяными окулярами, или в последнее время измерение производится автоматически с помощью программного обеспечения, анализирующего изображение. Алмазный наконечник для испытаний по Кнупу оставляет удлиненный ромбовидный отпечаток с соотношением между длинной и короткой диагональю 7:1. При проведении испытаний по Кнупу нагрузка обычно составляет от 10-1000 г, поэтому их называют испытаниями на микротвердость или микроиндентацию, чаще всего их проводят, когда образцы имеют небольшую площадь или в случае хрупких образцов, поскольку минимальная деформация материала происходит вдоль короткой диагонали.

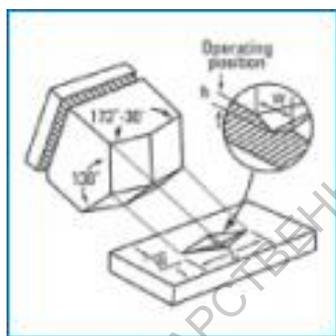


Рис. 5 Метод Кнупа

Измеряемая площадь используется в формуле, включающей испытательную нагрузку для определения значения твердости. Таблицы или автоматические электронные измерения - более распространенный и удобный способ получения чисел твердости по Кнупу.

**Метод Польди (НР)** заключается в том, что между испытуемой поверхностью и эталонным образцом помещают стальной закаленный шарик диаметром 5... 10 мм. Затем по эталону наносят удар молотком (со стороны противоположной шарик), в результате чего на испытуемом образце и на эталоне твердости получаются отпечатки. Замеряя диаметры отпечатков и зная твердость эталона НВЭ (в единицах Бринелля), вычисляют твердость образца НВ0 (также в ед. Бринелля) по выражению (1):

$$HB_0 = HB_3 \cdot \left( \frac{d_3^2}{d_0^2} \right), \quad (1)$$

где  $d_3$  и  $d_0$  – диаметры отпечатков на эталоне и на образце.

Полученное значение будет примерно равно твердости, определенной методом Бринелля в стандартных условиях. Этот метод обычно используют для приближенной оценки твердости и когда невозможно использовать стандартные методы, например, на металлобазах, на крупногабаритных деталях и т.д.

**Метод Шора (HSD)** заключается в том, что на испытываемую поверхность с высоты 19 мм свободно падает боек массой 36 г, боёк имеет алмазный закругленный наконечник. Под действием упругой отдачи материала боёк отскакивает на высоту  $h$ . Твердость материала пропорциональна высоте отскока. В шкале Шора за 100 единиц твердости принята максимальная твердость закаленной на мартенсит эвтектоидной стали, что соответствует высоте отскока бойка на 13,6мм. Этим методом можно измерять твердость деталей, имеющих массу не менее 5 кг, непосредственно на детали. Можно измерять твердость изделий массой до 100г, но при этом изделие должно иметь толщину не менее 10мм и располагаться на столике прибора. Возможно применение этого метода для контроля твердости металла, нагретого до высокой температуры.

Наиболее распространёнными методами измерения твёрдости металлических материалов являются методы Бринелля и Роквелла, относящиеся к способу вдавливания (внедрения). Совместное применение этих методов позволяет измерять твёрдость любых по твёрдости металлов и сплавов на их основе [3].

### 3. Подготовка образцов

Поверхность изделия (образца), на которой определяется твердость, должна отвечать ряду требований. Она в месте контроля должна быть

зачищена до металлического блеска, быть ровной и плоской, не должна иметь следов окалины, ржавчины, краски, грубых рисок, выбоин, царапин. Если деталь имеет криволинейную поверхность, то на ней необходимо подготовить плоскую площадку, размер которой зависит от метода измерения. Поверхность, которой образец ложится на предметный столик прибора также должна быть чистой и ровной. Обе поверхности должны быть параллельны друг другу. Толщина контролируемого образца должна быть не менее 10-кратной глубины отпечатка.

Обширный опыт исследования микроструктуры металлов и сплавов показал, что результаты микроскопического анализа в значительной мере зависят от техники изготовления микрошлифов.

Изготовление микрошлифа состоит из ряда последовательных операций: вырезки образца, подготовки его поверхности, шлифования, полирования и травления.

Обычно образцы для микрошлифов отрезают ножовкой. Нагрев образца при вырезке, способный изменить структуру сплава, должен быть исключен.

Наиболее удобными размерами образцов для изготовления микрошлифов являются: площадь основания 12x12 мм, высота 10 мм; если шлиф цилиндрический, то при той же высоте диаметр должен быть 12 мм.

Исследуемую плоскость образца опиливают напильником, причем поверхность должна быть ровной, без видимых завалов. Часто используется также предварительное шлифование абразивным кругом, при этом необходимо непрерывно охлаждать образец водой, чтобы избежать отпуск поверхности шлифа.

Шлифование и полирование не должны деформировать и искажать структуру на поверхности образца, разрушать и вырывать непрочные

элементы структуры, например, графит и неметаллические включения в стали.

При шлифовании пользуются шлифовальной бумагой с последовательно уменьшающимся размером зерна. Бумагу кладут на плоскую чугунную плиту или толстое шлифовальное стекло. Образец следует шлифовать в направлении, перпендикулярном к штрихам, оставшимся после обработки напильником или абразивным кругом, до полного исчезновения этих штрихов. Затем на бумаге следующего номера образец шлифуют в направлении, перпендикулярном к предыдущему, также до уничтожения прежних штрихов и т. д.

Отшлифованный и промытый образец полируют на плоском диске, вращающемся от электродвигателя с числом оборотов не выше 600 в минуту. Процесс полирования зависит от твердости и других особенностей материала, но не должен продолжаться более 3 – 5 мин., пока не исчезнут последние штрихи, оставшиеся после шлифования.

Микроструктура металлов и сплавов в большинстве случаев выявляется только после химического травления. Для этого применяют различные реактивы.

#### **4. Последовательность выполнения работы и обработка экспериментальных данных.**

а) Изучить:

- схему испытания на твердость по Бринеллю, Роквеллу и Виккерсу,
- устройство соответствующих приборов
- выбор нагрузки,
- подготовку образцов для испытания,
- подготовку прибора и проведение испытания.

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ**

Прежде чем приступить к измерению твердости образца, необходимо выбрать методику определения твердости (Бринелль, Роквелл). Для этого необходимо знать, в каком состоянии находится данный образец или деталь (в отожженном или закаленном). Если нет данных, то для ориентировки можно попробовать определить твердость обыкновенным напильником. Если напильник скользит по поверхности или лишь незначительно царапает металлическую поверхность, то образец имеет высокую твердость, и тогда следует применять метод определения твердости по Роквеллу. Если же образец хорошо режется напильником (легко снимается часть металла), то он имеет сравнительно низкую твердость, и тогда следует применять метод определения твердости по Бринеллю.

После выбора метода испытания необходимо подготовить образец для испытания. При использовании метода Бринелля образец подготавливают так, чтобы его поверхности (испытуемая и опорная) были параллельны и не имели окалины, ржавчины и других неровностей, влияющих на результат испытания. Это достигается (при необходимости) обработкой резанием, зачисткой или обработкой указанных поверхностей наждачной бумагой, наждачным кругом или напильником без разогрева. Минимальная толщина образца должна быть не менее 10-ти кратной глубины отпечатка.

При определении твердости по Роквеллу поверхности образцов (испытуемая и опорная) зачищаются на мелкой наждачной шкурке или на мелкозернистом шлифовальном круге. Зачистка не должна сопровождаться нагревом образца выше 150 °С. Опорная поверхность образца должна обеспечивать плотное и устойчивое прилегание его к опорному столику.

При определении твердости по методу Виккерса и микротвердости испытуемая поверхность образцов обязательно шлифуется и полируется (иногда для определения микротвердости отдельных зерен шлиф подвергается травлению). Опорную поверхность достаточно зачистить на наждачной бумаге. При любом методе испытания образец не должен

сдвигаться, качаться или деформироваться, на нем не должно быть грубых царапин, забоин, следов предыдущих испытаний.

б) Подготовить образцы

Отрезать образцы нужной толщины на отрезном станке Labotom-5 в соответствии с инструкцией



Рис. 6 Отрезной станок Labotom-5

с) Выполнить шлифование и полирование по необходимости

д) Определить твердость образцов на универсальном твердомере duravision 300 (рис. 7) в соответствии с инструкцией



Рис. 7 Универсальный твердомер duravision 300

1. Стойка машины
2. Испытательный узел
3. Поворотный корпус с носовым конусом, инденторами и объективами.
4. Блок управления.
5. Поворотный кронштейн
6. Неподвижная испытательная наковальня Ø 90 мм
7. Испытательная наковальня Ø 90 мм. Она может использоваться в неподвижной испытательной наковальне, позволяя выполнить испытание самых маленьких обрабатываемых деталей.
8. Кнопки Nose Cone Down (Опускание носового конуса) (зажимание).  
Кнопки, расположенные в левой и правой стороне, работают только при одновременном нажатии (эксплуатация с помощью двух рук).
9. Кнопка Start Measurement (Начало измерения)
10. Кнопка аварийного выключения
11. Nose Cone Up (Поднятие носового конуса) (разжимание).

е) Полученные результаты оформить в виде протокола, в котором должно быть указано:

- марка металла;
- обозначение образца;
- метод
- основные параметры проведения измерений
- число твердости для каждого отпечатка;
- число твердости, полученное в результате обработки результатов измерений.
- изображение структуры образцов
- выводы.

## **5. Вопросы для подготовки к работе и самопроверки**

1. Для чего нужно измерение твердости материалов?
2. Что такое твердость?
3. Можно ли судить по значению твердости о величине прочности материала?
4. Какие существуют методы для определения твердости и их различие?
5. В каких случаях применяют тот или иной метод?

6. Чем отличается метод измерения по шкале - Роквелла от метода Бринелля?
7. Зачем нужна тщательная подготовка измеряемой поверхности?
8. Какой из методов наиболее точный и почему?
9. Почему по методу Бринелля нельзя измерять закалённые стали?
10. Какой из методов измерения является наиболее простым и почему?
11. Чем отличаются статические и динамические измерения твёрдости?
12. Какое основное требование предъявляют к структурной неоднородности испытываемого материала?
13. Для чего измеряют микротвёрдость материала?
14. Можно ли оценить по величине твёрдости пластичность материала?

## 5. Рекомендуемая литература

### Основная литература:

1. Материаловедение: Учеб. пособие / А.А. Аникин, В.А. Хотинский, А.В. Павлов, А.А. Аникин; ФГБОУ ВПО «Саратовский ГАУ». – Саратов, 2012. – 252 с.
2. Брандон Д. Микроструктура материалов. Методы исследования и контроля : учеб. пособие / Д. Брандон, У. Каплан; пер. с англ. под ред. С.Л. Баженова; доп. О.В. Егоровой. – Москва: Техносфера, 2004. – 377 с.

### Дополнительная литература:

3. Богомолова Н. А., Гордиенко Л. К. Металлография и общая технология металлов. - М., высшая школа. 1963, с.9.
4. Гжиров Р. И. Краткий справочник конструктора. - Л., Машиностроение, 1984, с. 303.
5. Жуковец И. И. Механические испытания металлов. - М., Высшая школа, 1986, с. 22.
6. Золоторевский В. С. Механические свойства металлов: учебник для вузов - М. : МИСиС, 1998. 393 с.
7. Масленников Ф. И. Лабораторный практикум по материаловедению. - М. Металлургия. 1983. с. 245.

Металловедение и техническая обработка стали. Справочник под редакцией М. Л. Берштейна, А. Г. Рахштадта, - М., Metallurgia. 1983. с. 200.

Интернет-ресурсы:

8. <http://narfu.ru/upload/medialibrary/726/izmerenie-tvedrosti-metallov-i-splavov.pdf>

САРАТОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ Н. Г. ЧЕРНЫШЕВСКОГО

## Лабораторная работа №2

### **Исследование структуры металлов и сплавов**

Цель работы: ознакомиться с методикой подготовки образцов, с устройством и работой металлографического микроскопа, с методикой металлографического исследования образцов, а также исследовать структуру образцов, предложенных преподавателем.

#### **1. Материально–техническое обеспечение работы**

Коллекции макро- и микрошлифов, изломов. Металлографические микроскопы, лупы. Отрезной, шлифовальный и полировальный станки. Шлифовальная шкурка разных номеров жесткости, полировальная паста АСМ -3, АСМ - 1, реактивы для травления, спирт, фильтровальная бумага, атлас макро- и микроструктур металлов и сплавов.

#### **2. Краткие сведения из теории**

##### *Макроскопический анализ*

При макроскопическом анализе строение металлического сплава исследуют невооруженным глазом или с помощью лупы. Обычно он является первым этапом исследования.

Макростроение сплава изучают на образцах или деталях, в изломе или на предварительно подготовленной поверхности, заключающейся в шлифовании и травлении. Такой образец называют макрошлифом. Если макрошлиф изготовлен в поперечном сечении детали, то его называют темплетом. Макроанализ находит широкое применение в промышленности, так как дает возможность выявлять раковины, шлаковые включения, трещины и другие дефекты строения сплава, химическую и структурную неоднородность.

Непосредственно по виду излома можно провести макроскопический анализ и установить многие особенности строения материалов, а в ряде случаев и причины их разрушения. Излом может быть хрупким и вязким.

По форме различают излом ровный или блестящий и с выступами, или чашечный. Первый вид излома характерен для хрупкого состояния, когда разрушение в условиях растяжения или ударного изгиба произошло без видимой пластической деформации, а второй – для вязкого излома. Хрупкий излом имеет кристаллическое строение, происходит практически без предварительной пластической деформации, в нем можно различить форму и размер зерен металла. Хрупкий излом может проходить по границам зерен (межкристаллический) и по зернам металла (транскристаллический). В сталях хрупкий излом иногда называют нафталинистым, если он транскристаллический и имеет избирательный блеск. При крупнозернистом строении сплава хрупкий межкристаллический излом называют камневидным.

Вязкий излом имеет волокнистое строение, форма и размер зерен сильно искажены. Ему предшествует, как правило, значительная пластическая деформация.

Макроструктурный анализ проводится на макрошлифах. Макрошлифы подвергают: глубокому травлению в концентрированных горячих кислотах для выявления волокнистого строения сплава, что важно для определения анизотропии свойств, различных внутренних дефектов металла; поверхностному травлению для определения химической неоднородности сплава (ликвации).

Чаще всего определяют общую химическую неоднородность сплава по сечению детали.

Конкретно для сталей распределение С, Р, S зависит от количества этих элементов, процесса кристаллизации и обработки давлением. Для определения общей ликвации свежеприготовленный макрошлиф погружают

на 2 мин. в 10 % раствор двойной медно-аммиачной соли соляной кислоты ( $\text{CuNH}_4\text{Cl}_2$ ).

При травлении медь замещает железо и оседает на участках поверхности, обедненных S, P, C, защищает их от дальнейшего растравления. Места, обогащенные примесями, оказываются сильно протравленными. Затем макрошлиф промывают под струей проточной воды и осторожно снимают медь с поверхности ватным тампоном. Полученную картину зарисовывают или фотографируют.

### *Микроструктурный анализ*

Микроструктурный анализ проводится с целью исследования структуры металлов и сплавов под микроскопом на специально подготовленных образцах. Методами микроанализа определяют форму и размеры кристаллических зерен, обнаруживают изменения внутреннего строения сплава под влиянием термической обработки или механического воздействия на сплав, микротрещины и многое другое.

Микроструктурный анализ проводится на микрошлифах, при приготовлении которых необходимо учитывать что:

- шлиф должен иметь минимальный деформированный слой;
- на поверхности шлифа не должно быть царапин и ямок;
- шлиф должен быть плоским (без “завалов”), чтобы его можно было рассматривать при больших увеличениях.

Шлиф, т.е. образец с плоской отполированной поверхностью, механическим методом готовят следующим образом. Вначале производят обработку образца на плоскость (заторцовку) с помощью круга. По краям следует снять фаску, чтобы при последующих операциях не порвать полировальное сукно. Затем производят шлифовку на специальной бумаге с разной величиной зерна абразива, уложенной на стекло. При переходе к следующему номеру бумаги образец разворачивают на 90 % и шлифуют до

тех пор, пока не исчезнут риски от предыдущей обработки. После шлифования на последней бумаге шлиф промывают в воде, чтобы частички абразива не попали на полировальный круг. После шлифовки производят полировку. Шлиф слегка прижимают к вращающемуся кругу, на который натянуто сукно. Полировальный круг все время смачивается суспензией – взвесью тонкого абразива в воде. Абразивами для полировки служат окись алюминия (белого цвета), окись хрома (зеленого цвета) или другие окислы. Для полировки твердых материалов применяют пасту с алмазным порошком или алмазные круги. Полировку производят до получения зеркальной поверхности. После полировки шлиф промывают в воде или спирте, сушат полированную поверхность фильтровальной бумагой. Ее следует прикладывать к зеркалу шлифа, а не водить по нему.

После полировки микроструктура, как правило, не бывает видна. Исключением являются сплавы, структурные составляющие которых сильно различаются по составу и твердости, в результате чего одни участки шлифа сполниваются больше, другие меньше, и на поверхности образуется рельеф.

Для выявления микроструктуры шлиф подвергают травлению – кратковременному действию реактива. Травитель и время травления подбирают опытным путем.

Механизм выявления структуры сплава довольно сложен. Те участки шлифа, которые сильно растравлены, кажутся под микроскопом более темными т.к., чем сильнее растравлена поверхность, тем больше она рассеивает свет и меньше света отражает в объектив.

В образце с однофазной структурой границы между зернами растравливаются сильнее, чем тело зерна, и под микроскопом видны канавки в виде темной сетки (рис. 2). Разные зерна одной фазы попадают в сечение шлифа различными кристаллографическими плоскостями, которые травятся по-разному. Поэтому зерна одной фазы могут иметь различные оттенки.

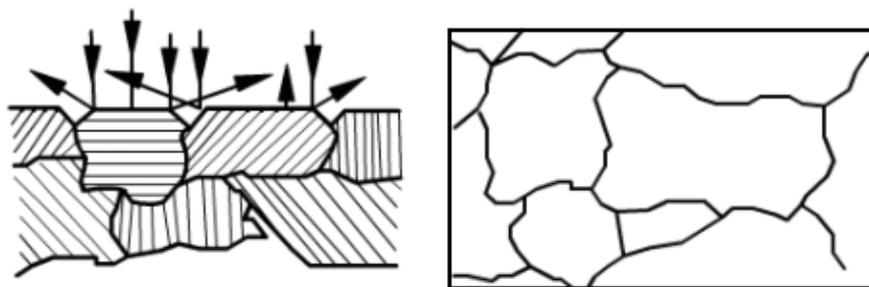


Рис. 2. Выявление микроструктуры сплава

В многофазном сплаве различные фазы и структурные составляющие травятся по-разному. Смесь фаз подвергается не только простому химическому действию реактивов, но и электрохимическому травлению, т.к. смесь фаз является совокупностью микрогальванических элементов. Растворяются частички, являющиеся микроанодами по отношению к другим частицам – микрокатодам.

В результате такого сложного действия травителя выявляется микростроение образца. После травления шлиф промывают водой, сушат фильтровальной бумагой и ставят на столик микроскопа.

#### *Устройство и работа микроскопа*

Разрешающая способность глаза ограничена и составляет 0,2 мм. Разрешающая способность характеризуется разрешающим расстоянием, т.е. тем минимальным расстоянием между двумя соседними частицами, при котором они еще видны отдельно. Чтобы увеличить разрешающую способность, используется микроскоп. Разрешаемое расстояние определяется соотношением:

$$\mu = \frac{\lambda}{2A} = \frac{\lambda}{2n \cdot \sin \alpha},$$

где  $\lambda$  – длина волны света;

$n$  – показатель преломления среды, находящейся между объективом и

объектом;  $\alpha$  –угловая апертура, равная половине угла раскрытия входящая в

объектив пучка лучей, дающих изображение.

Произведение  $n \cdot \sin \alpha = A$  называют числовой апертурой объектива. Эта важная характеристика объектива выгравирована на его оправе. В большинстве исследований применяют сухие объективы, работающие в воздушной среде ( $n = 1$ ). Объектив дает увеличенное промежуточное изображение объекта, которое рассматривают в окуляр, как в лупу. Окуляр увеличивает промежуточное изображение объектива и не может повысить разрешающей способности микроскопа.

Общее увеличение микроскопа равно произведению увеличений объектива и окуляра. Рекомендуется начинать микроанализ с использованием слабого объектива, чтобы вначале оценить общий характер структуры на большой площади. После просмотра структуры при малых увеличениях микроскопа используют объектив с такой разрешающей способностью, чтобы увидеть необходимые мелкие детали структуры.

Окуляр выбирают так, чтобы четко были видны детали структуры, увеличенные объективом. Собственное увеличение окуляра выгравировано на его оправе (например, 7х).

В металлографии микроанализу подвергаются непрозрачные для световых лучей объекты – микрошлифы, которые рассматривают в микроскоп в отраженном свете. Наводку на резкость осуществляют грубо, вращением макровинта. Тонкую наводку на резкость – вращением микровинта, который перемещает объектив по отношению к неподвижному предметному столику.

Для рассмотрения разных участков шлифа предметный столик вместе со шлифом перемещают винтами относительно неподвижного объектива в двух взаимно перпендикулярных направлениях.

Микроанализ образцов выполняют на микроскопах ЛабМет2 (рис. 3) или на микроскопе Olympus BX51 (рис. 4).



Рис. 3 Микроскоп ЛабМет2



Рис. 4 Микроскоп Olympus BX51

### *Определение величины зерна*

Величина зерна оказывает существенное влияние на свойства сплава. По методу “секущей” подсчет числа зерен на выделенной площади заменяется подсчетом стыков (границ) плоских зерен.

Для определения диаметра зерна  $d$  при данном увеличении микроскопа (100x) необходимо, используя окуляр (7x), имеющий измерительную линейку, посчитать на контрольном образце количество пересечений границ с осью шкалы окуляра “секущей”. Аналогичный расчет проводится в двух других полях зрения. При подсчете определяют среднее арифметическое значение числа пересечений. Диаметр зерна определяют по формуле:

$$d_3 = \frac{lm}{n_{cp}},$$

где  $d_3$  – диаметр зерна, мм;  $l$  – длина секущей, мм;  $m$  – цена деления секущей при данном увеличении микроскопа;  $n_{cp}$  – среднее количество пересечений.

### **3. Последовательность выполнения работы и обработка экспериментальных данных**

1. Приготовить микрошлиф образца стали
2. Изучить принцип работы и устройство одного из металлографических микроскопов.
3. Определить цену деления шкалы окуляра.
4. Описать кратко методику приготовления микрошлифа.
5. Поместить образец в центр стола на круглую вставку
6. Включить микроскоп и выполнить настройку освещения с помощью регулятора яркости
7. Установить объектив  $\times 4$  и провести фокусировку, вращая ручки грубой и точной фокусировки.
8. Провести настройку и получить контрастное изображение
9. Зарисовать микроструктуру образца стали до и после травления.
10. Определить по Атласу макро- и микроструктур металлов и сплавов, тип и марку стали
11. Измерить средние размеры зёрен на микрошлифе.

### **4. Содержание отчета**

1. Название работы.
2. Цель работы.
3. Рисунок излома контрольного образца и заключение о его характере.
4. Рисунок выявленной микроструктуры с описанием ее характера.
5. Расчет величины зерна выявленной микроструктуры.
6. Выводы.

### **5. Вопросы для подготовки к работе и самопроверки**

1. При каких увеличениях проводят макроанализ?
2. Что такое макрошлиф?
3. Какие задачи можно решить методами макроанализа?
4. Какие виды хрупкого излома возможны?
5. Какие участки можно различить в усталостном изломе?
6. Для чего проводят глубокое и поверхностное травление?
7. Каким образом определяют общую химическую неоднородность?
8. Какие задачи можно решать с помощью микроанализа?
9. Как приготовить микрошлиф?
10. В чем заключается механизм выявления структуры при травлении?
11. Что такое разрешающая способность микроскопа?
12. Какое изображение дает объектив и окуляр?

13. В чем заключается метод “секущей”? Что определяют с помощью этого метода?

## **6. Рекомендуемая литература**

### Основная литература:

1. Материаловедение: Учеб. пособие / А.А. Аникин, В.А. Хотинский, А.В. Павлов, А.А. Аникин; ФГБОУ ВПО «Саратовский ГАУ». – Саратов, 2012. – 252 с.
2. Егорова О.В. Техническая микроскопия. Практика работы с микроскопами для технических целей / О.В. Егорова. – 2-е изд., перераб. – Москва: Техносфера, 2007. – 357 с.
3. Брандон Д. Микроструктура материалов. Методы исследования и контроля: учеб. пособие / Д. Брандон, У. Каплан; пер. с англ. под ред. С.Л. Баженова; доп. О.В. Егоровой. – Москва: Техносфера, 2004. – 377 с.
4. Кларк Э.Р. Микроскопические методы исследования материалов / Э.Р. Кларк, К.Н. Эберхардт; пер. с англ. С.Л. Баженова – Москва: Техносфера, 2007. – 371 с.

### Дополнительная литература:

1. Игнатов А.Н. Оптоэлектроника и нанофотоника: учеб. пособие / А.Н. Игнатов. – Санкт-Петербург; Москва; Краснодар: Лань, 2011. – 538 с.

### Интернет-ресурсы:

1. Болховитинов Н.Ф. и Болховитинова Е.Н. Атлас макро- и микроструктур металлов и сплавов. Ленинград, 1959 (djvu)  
<http://www.chipmaker.ru/files/go/b7f640227adc6865d984be22629ab4a9/>
2. Макро – и микроскопическое исследование сплавов  
[http://tm.msun.ru/tm/educate/Eumk/mado1/Mal\\_tar/Labor3/Lab\\_3.htm](http://tm.msun.ru/tm/educate/Eumk/mado1/Mal_tar/Labor3/Lab_3.htm)
3. Электронная версия лабораторного практикума по материаловедению:  
<http://tm.msun.ru/div/kaf/tm/index.php>

## Лабораторная работа №3

### **Определение марки сплава по его химическому составу**

Цель работы: ознакомление с принципами классификации и маркировки конструкционных материалов, методами определения их химического состава, методикой подготовки образцов для определения химического состава

#### **1. Материально–техническое обеспечение работы**

Оптико-эмиссионный спектрометр Q8 Magellan., подготовленные для анализа образцы стали, марочник стали и сплавов.

#### **2. Краткие сведения из теории**

Основные свойства сплава во многом определяются содержанием в сплаве основных и легирующих элементов.

Каждому инженеру совершенно необходимо знать классификацию и маркировку материалов, предназначенных для изготовления деталей машин и конструкций. Наиболее широкое распространение в качестве конструкционных материалов в настоящее время получили металлы и их сплавы, поэтому в настоящей работе будут рассмотрены только стали и чугуны [1].

Для точного определения марки сплава необходимо знать две важные составляющие:

качественный и количественный химический состав сплава;

твердость сплава.

Имея такие данные можно определить марку практически любого сплава, так как именно на них базируется классификация сплавов. Так химический состав сплава позволяет определить базовый металл, степень легирования и общие свойства сплава. А твердость сплава позволяет

различать сплавы одинакового химического состава, но с разной дополнительной обработкой металла или с разной методикой выплавки.

Поскольку сплавы с одинаковым химическим составом и разными свойствами встречаются крайне редко, то в большинстве случаев достаточно точного определения состава сплава.

Определение химического состава сплава состоит из определения основного металла и определения легирующих добавок (металлической и неметаллической природы).

Наиболее точным и быстрым методом определения содержания в сплаве основного металла и легирующих компонентов металлической природы является рентгенофлуоресцентный анализ (рентгенофлуоресцентная спектрометрия, XRF, РФА, РФСА). Кроме того к преимуществам данного метода относятся неразрушимость и возможность анализа сверх малых образцов.

Метод РФА позволяет выявлять и определять содержание в сплавах элементов от Cl (17) до U (92).

Для определения в сплавах содержания таких элементов как Li, Be, B, N, O, F, Na, Mg, Al, Si, P, S используется метод РФА в среде инертного газа.

Углерод в сталях и сплавах анализируется различными методами: искровым оптико-эмиссионным спектрометром, рентгенофлуоресцентным спектрометром, лазерным оптико-эмиссионным спектрометром и другими методами.

*Не точные (ориентировочные) методы определения марки стали и сплавов*

Если марка стали неизвестна, можно приблизительно определить качество стали по излому и методом пробных запилков.

По кристаллической структуре в месте излома стали можно судить о ее крепости: чем тоньше кристаллическая структура, тем сталь высококачественнее.

При пробных заплатах сталь низкой твердости зашлифовывается любым напильником, сталь средней твердости - личным и бархатным, сталь высокой твердости - только бархатным напильником.

#### *Общие понятия о марках стали*

Углеродистые стали обыкновенного качества маркируются двумя буквами и цифрой (Ст.1-Ст.7), цифра показывает примерное содержание углерода в десятых долях процента.

В марках качественных углеродистых сталей (Сталь 08, Сталь 30 и т. п.) автоматных сталей (А12, А30 и т.п.) цифры показывают примерное содержание углерода в сотых долях процента. А у углеродистых инструментальных сталей (У7, У8 и т. п.) - в десятых долях процента.

Легированные стали, кроме цифр в маркировке, имеют еще и буквы, которые обозначают те или иные присадки в стали, например: Х - хром; Н - никель; В - вольфрам; К - кобальт; Г (или Мг) - марганец; М - молибден; Ю - алюминий; Ф (или Ва) - ванадий; С - кремний.

Если маркировка стали имеет в конце букву Ц, значит, сталь цементируется, если букву А - сталь имеет уменьшенное количество вредных примесей (серы и фосфора).

Наличие легированных присадок в сильной степени изменяет и свойство самой стали. Содержание в стали одновременно хрома и никеля увеличивает ее вязкость и твердость. Наличие одного никеля делает сталь не только вязкой, но и придает ей свойство переносить ударные нагрузки. Легированные присадки в виде хрома и кремния делают сталь вязкой и легче поддающейся термической обработке.

Особое место занимают электротехнические низкоуглеродистые стали, которые идут на изготовление сердечников трансформаторов. Марки этих сталей начинаются с буквы Э (Э1100), что значит - электротехническая низкоуглеродистая. Первая цифра - степень легирования стали; вторая - гарантированные электрические и магнитные свойства стали; третья (цифра «0») - сталь холоднокатаная, текстурированная; четвертая (цифра «0») - сталь холоднокатаная, малотекстурированная. Чем больше цифра, тем выше качество стали.

Дополнительная буква П указывает на повышенную прочность и отделку стали, буква А в конце марки указывает, что данный сорт электротехнической стали имеет особенно низкие удельные потери.

Основы расшифровки марок стали и сплавов см. в Приложении 3.

Важно знать марки сталей, идущих на изготовление наиболее распространенного инструмента. Иногда из пришедшего в негодность инструмента можно сделать новый, нужный. Ниже приводится перечень марок сталей, применяемых для изготовления некоторого инструмента:

полотна ручных ножовок - У8-У10

полотна станочных ножовок - Р9

полотна для резки рельсов - ШХ15

диски циркулярных пил - 85ХФ

напильники - У10-У13, ШХ6

рашпили - У7, У7А

надфили - У10-У12

развертки ручные - Р9, 9ХС

развертки станочные - Р9, Р18

### **3. Последовательность выполнения работы и обработка экспериментальных данных**

#### **1. Получить образцы металлов и сплавов**

2. Определить химический состав образцов на спектрометре Q8 MAGELLAN в соответствии с инструкцией
3. Определить марку сплава с помощью Марочника стали и сплавов [3].

### ***ОСНОВНЫЕ СВЕДЕНИЯ О ПРИБОРЕ Q8 MAGELLAN***

В данной работе для определения концентраций элементов в металлах и сплавах служит прибор Q8 Magellan.

Q8 Magellan является оптико-эмиссионным спектрометром с вакуумной оптикой (Рис. 1). Прибор предназначен для определения концентраций элементов в металлах и сплавах.



**Рисунок 1 Спектрометр Q8 MAGELLAN**

Для работы анализатора необходим аргон чистотой не ниже 99,998 %. Обычно аргон поставляется в 40 литровых баллонах со 150 атм. Давление аргона на входе в инструмент должно быть 3 бар. Для регулировки давления на баллон должен быть установлен редуктор давления.

#### ***Пробоподготовка.***

Перед анализом поверхность образцов на железной основе должна быть подготовлена с помощью шлифовальной машины и шкурки зернистостью 40 – 60. Для подготовки образцов из цветных металлов рекомендуется фрезерование или подготовка с помощью токарного станка.

Для износостойких материалов типа чугуна рекомендуется применять шлифовку абразивным камнем.

Не следует забывать, что точность анализа напрямую зависит от качества аргона и качества пробоподготовки. Перед анализом поверхность образца должна быть сухой и чистой. Не допускается фрезерование с использованием эмульсионных масел.

### ***РАБОТА НА ПРИБОРЕ.***

#### ***Элементы управления и компоненты анализатора.***

Рукоятки и кнопки для обычной работы на приборе расположены на передней стороне прибора.

#### **Оптическая дверь.**

Оптическая дверь расположена за прижимным кронштейном искрового столика. За этой дверью рукоятка для профилирования оптической системы, кран перекрытия вакуумной камеры и разъемная втулка с кварцевым окном.

Ручка открытия отсека открывается нажатием на черную кнопку. Поворот на 90 градусов выпускает замок и дверцу можно открыть и снять.

#### **Искровой столик.**



**Рисунок 2**

Для анализа образец помещается на столик, как показано на рисунке 2. Искровой столик состоит из:

1. Пневматического прижима образцов различной формы. Штифт для прижима образцов может быть

вставлен в вертикальное или горизонтальное положение.

2. Съемной крышки аналитического столика, под которой располагается электрод

3. Кнопки для открывания боковой крышки прибора. За ней располагается держатель кварцевого окна.

***Кнопки, расположенные на лицевой стороне прибора.***

На лицевой стороне прибора располагаются три кнопки:



Белая кнопка предназначена для начала анализа. Начать измерение можно так же из программы, или нажав кнопку F2.

Черная кнопка предназначена для остановки обжига образца. Может использоваться в случае, если Вы неправильно установили образец, слишком громкий звук при обжиге и т.п. При нажатии на кнопку результаты измерений на экран выдаваться не будут. Так же прервать анализ можно из программы или нажав кнопку F3.

Переключатель справа используется для перемещения пневматического прижима образца.

***Ящик под искровым столиком.***

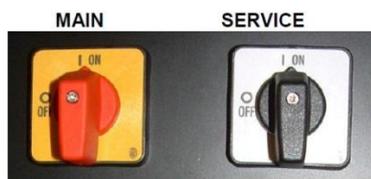
Открывается ручкой. В нем хранятся электроды для других основ, устройство для выставления межэлектродного зазора, салфетки для чистки столика, щетки и т.п. При открытии ящика появляется возможность снять искровой столик и вынуть электрод или отрегулировать межэлектродное пространство. Закрывать дверцу следует до характерного щелчка.

***Внимание! Перед тем как открыть крышку столика необходимо отключить источник искры, переключатель „SERVICE“ переключить в положение “OFF”.***

### ***Элементы, расположенные сзади прибора.***

Задняя сторона прибора обязательно должна быть доступна для обслуживания. На ней расположены основные выключатели, трубка выхлопа аргона, фильтр для аргона, водяной затвор, розетки для подключения питания и основных устройств и т.п.

### ***Выключатели.***



На приборе имеются два выключателя „MAIN“ и „SERVICE“. Выключатель „SERVICE“ предназначен для включения и отключения работы источника искры. Перед началом сервисных операций (например, по очистке столика) убедитесь, что выключатель установлен в положение OFF. Только после закрытия всех частей корпуса и полной сборки компонентов (например искрового столика) выключатель может быть перемещен в положение ON.

Для проведения измерения оба выключателя должны быть переведены в положение ON!

### ***Система выхлопа аргона.***

Выхлоп аргона производится через пластмассовую бутылку с водой, расположенную сзади инструмента около основания. Бутылка наполнена водой, примерно на  $\frac{3}{4}$ , чтобы предотвратить попадание кислорода и азота в аргоновую систему. Необходимо периодически проверять уровень воды и иногда менять воду в бутылке. Для приборов, оборудованных системой термостабилизации, в бутылку так же выводится трубка для отвода конденсированной влаги.

### ***РАБОТА НА ПРИБОРЕ.***

#### **1. Контроль подачи аргона.**

Ежедневно проверяйте остаточное давление в баллоне. Если оно менее 10 атм., баллон следует заменить. Выходное давление редуктора должно быть около 3 атм.

## 2. Контроль водяного затвора.

Бутыль для воды должна быть наполнена на  $\frac{3}{4}$ .

## 3. Включение прибора.

- 1) Включите внешнюю роторную помпу на 10 мин.
- 2) В течении этого времени включите аргон, ПК, установку сушки-очистки аргона (если это необходимо).
- 3) Включите переключатели Main и Service в положение I на задней стороне прибора.

Откройте программу параметров прибора: Setpoint Instruments.

Проследите в ней степень нагрузки турбопомпы: TURBO I. Если она менее 2 % , то закройте программу Setpoint Instruments и выключите прибор переключателем Main на 5 мин. Далее повторите действия данного пункта.

4. Если степень нагрузки турбопомпы растет вплоть до 66 %, а вакуум: VACUUM падает до значения около 400 мВ, то вакуум в норме. Проверьте температуру прибора: TEMP\_AMBIENT. Она должна быть около 30°C. Дождитесь пока она не достигнет необходимого значения. Закройте программу Setpoint Instruments.

## 5. Откройте программу QMatrix и можете работать на приборе.

Если необходимо провести сервисные работы на искровом столике, то на это время выключите переключатель Service в положение O.

#### 4. Проведение измерений.

Подготовьте анализатор как это описано выше. После этого необходимо сделать следующее:

Для начала анализа:

Поместите подготовленный образец на аналитический столик. При этом аналитическое отверстие должно быть полностью закрыто образцом.

Зафиксируйте образец, опустив автоматический прижим образца.

Нажмите кнопку Start, чтобы начать измерение. Так же можно начать измерение, нажав клавишу F2 на клавиатуре или на соответствующую кнопку на экране программного обеспечения QMatrix.

После этого вы услышите звук горения искры в различных режимах.

В это время можно ввести название образца.

После окончания горения искры результаты анализа будут представлены на экране.

По окончании измерения почистите электрод специальной щеточкой.

Проанализируйте образец еще раз. При этом не допускается наложений пятен обжига друг на друга.

После окончания второго измерения необходимо сравнить результаты измерений. Если воспроизводимость неудовлетворительна, необходимо провести еще один анализ. Для завершения анализа образца служит кнопка на программном обеспечении QMatrix или клавиша F4 на клавиатуре.

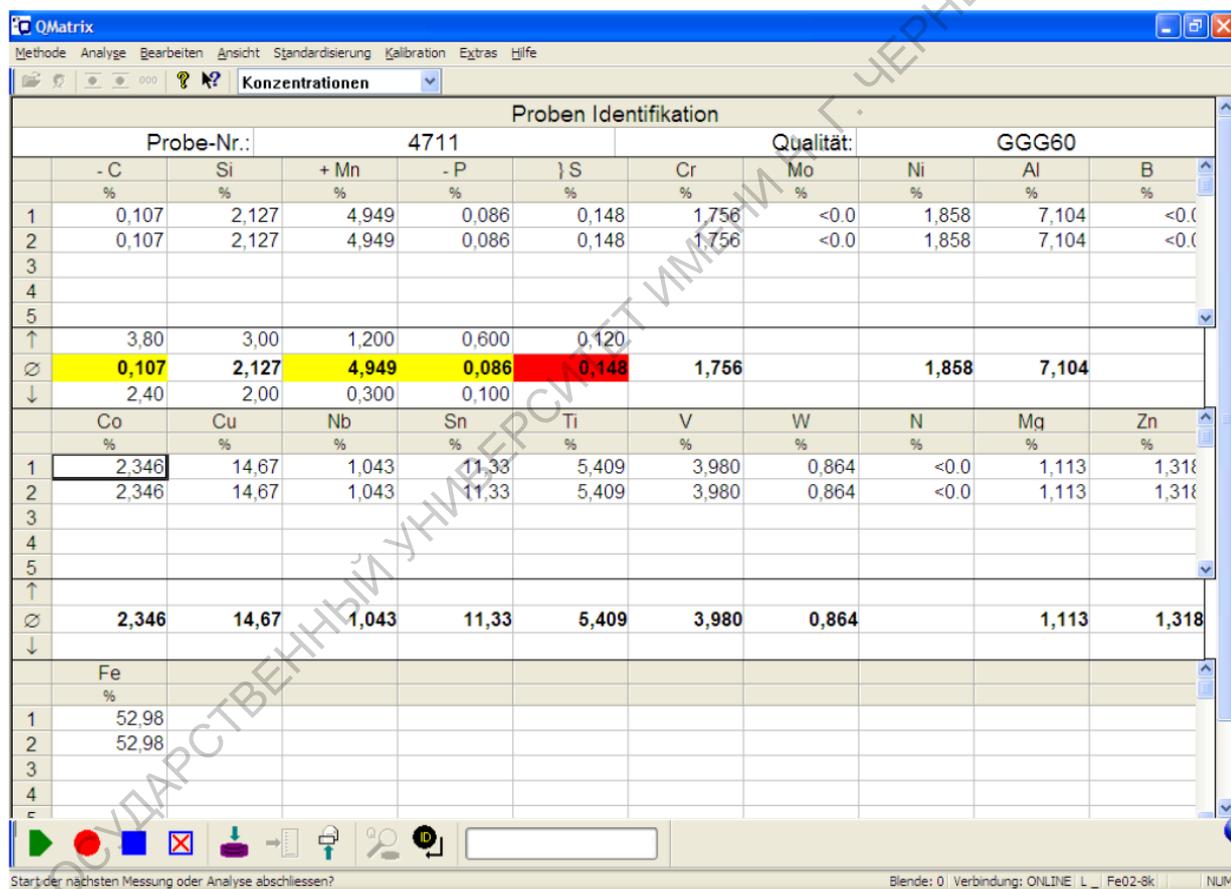
В зависимости от установок программного обеспечения результаты анализа будут сохранены, распечатаны или экспортированы в формат Excel.

Если звук искры слишком громкий или горение искры можно видеть в промежутке между аналитическим столиком и образцом, необходимо остановить анализ кнопкой Stop. После этого необходимо проверить анализируемую поверхность и повторить измерение.

## Работа с программой QMatrix.

Программное обеспечение для работы со анализатором называется QMatrix. Это 32 битное программное обеспечение, разработанное для работы под Windows XP.

QMatrix позволяет легко и просто работать со анализатором. Показанный ниже экран показывает каким образом могут выдаваться результаты на экране.



Proben Identifikation												
Probe-Nr.:		4711					Qualität:				GGG60	
	- C	Si	+ Mn	- P	} S	Cr	Mo	Ni	Al	B		
	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%		
1	0,107	2,127	4,949	0,086	0,148	1,756	<0,0	1,858	7,104	<0,0		
2	0,107	2,127	4,949	0,086	0,148	1,756	<0,0	1,858	7,104	<0,0		
3												
4												
5												
↑	3,80	3,00	1,200	0,600	0,120							
∅	<b>0,107</b>	<b>2,127</b>	<b>4,949</b>	<b>0,086</b>	<b>0,148</b>	1,756		1,858	7,104			
↓	2,40	2,00	0,300	0,100								
	Co	Cu	Nb	Sn	Ti	V	W	N	Mg	Zn		
	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%		
1	2,346	14,67	1,043	11,33	5,409	3,980	0,864	<0,0	1,113	1,318		
2	2,346	14,67	1,043	11,33	5,409	3,980	0,864	<0,0	1,113	1,318		
3												
4												
5												
↑												
∅	<b>2,346</b>	<b>14,67</b>	<b>1,043</b>	<b>11,33</b>	<b>5,409</b>	<b>3,980</b>	<b>0,864</b>		<b>1,113</b>	<b>1,318</b>		
↓												
	Fe											
	%											
1	52,98											
2	52,98											
3												
4												
5												

В отчете должно быть указано:

- Дата
- Фамилия
- Группа
- Материал
- Определенный хим. состав
- Марка металла

## **7. Вопросы для подготовки к работе и самопроверки**

1. По каким признакам классифицируются стали?
2. Условные обозначения химических элементов в марках стали
3. Обозначения для разных типов сталей в зависимости от их состава и предназначения
4. Принцип действия прибора **Q8 MAGELLAN**
5. Порядок включения и измерения на приборе **Q8 MAGELLAN**

## **8. Рекомендуемая литература**

### Основная литература:

1. Материаловедение: Учеб. пособие / А.А. Аникин, В.А. Хотинский, А.В. Павлов, А.А. Аникин; ФГБОУ ВПО «Саратовский ГАУ». – Саратов, 2012. – 252 с.
2. Техническое описание на прибор Q8 MAGELLAN

### Дополнительная литература:

3. Лахтин Ю.М. Металловедение и термическая обработка металлов. М.: Металлургия, 1979. - 320 с.
4. Лахтин Ю.М. Материаловедение: учебник для вузов/ Ю.М. Лахтин, В.П. Леонтьев. – М.: Машиностроение, 1990 – 528 с.
5. Конструкционные материалы / под общ. Ред. Б.Н. Арзамасова. – М.: Машиностроение, 1990. – 687 с.

### Интернет-ресурсы:

6. <http://www.ref.by/refs/1/27886/1.html>
7. [http://metallichekiy-portal.ru/marki\\_metallov/marki\\_stali\\_rasshifrovka](http://metallichekiy-portal.ru/marki_metallov/marki_stali_rasshifrovka)
8. [http://www.splav-kharkov.com/choose\\_type.php](http://www.splav-kharkov.com/choose_type.php) - марочник сталей и сплавов

## Лабораторная работа №4

### Определение толщины покрытия

Цель работы: Измерить толщину покрытия методом сферического шлифа

#### **1. Материально–техническое обеспечение работы**

Прибор CALOTEST для анализа толщин покрытий, образец, абразивная суспензия

#### **2. Краткие сведения из теории**

Толщина слоя покрытия является одним из основных геометрических параметров, необходимых для контроля качества покрытия. Этот параметр определяется как минимальное расстояние между параллельными плоскостями, ограничивающими слой.

В настоящее время существует множество методов для измерения толщины и оптических характеристик нанопленок на подложках: рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия и рефлектометрия, атомно-силовая микроскопия, эллипсометрия, интерференционные методы, различные спектрофотометрические методы и другие. Разработанная на их основе аналитическая аппаратура позволяет измерять толщину пленок от единиц (и даже менее) нанометров до сотен нанометров (и более). Основные недостатки существующих методов и приборов - сложность (а значит и большая стоимость) и трудность создания на их основе встраиваемой технологической аналитической аппаратуры. [1]

#### ***Метод сферического шлифа.***

Измерить толщину покрытия методом сферического шлифа можно на приборах фирмы CALOTEST.

Прибор CALOTEST® широко используется для анализа толщины покрытий толщиной от 0,1 до 50 мкм. Метод сферической выемки в

покрытии быстр и прост для реализации при анализе толщины любого покрытия как однослойного, так и многослойного. Обычные примеры покрытий, исследуемых данным методом: CVD, PVD, покрытия плазменного напыления, покрытия после окислительного анодирования, покрытия полученные методом ионного напыления или ионного травления, покрытия нанесенные химическим или гальваническим разложением, полимерные покрытия, лаки, краски...

### Принцип измерений

Вращающийся шар известного диаметра ( $\varnothing$  шара) прижимается к поверхности с предварительно заданной силой. (Рис. 1.)

Позиция шара относительно образца и сила контакта шара на образец остаются постоянными.

При добавлении абразивной суспензии в зону контакта шара и образца происходит стирание поверхности и подложки в форме сфероидального кратера.

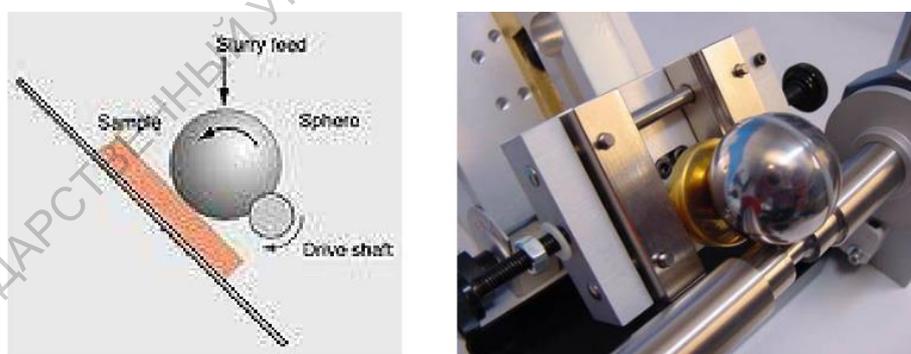
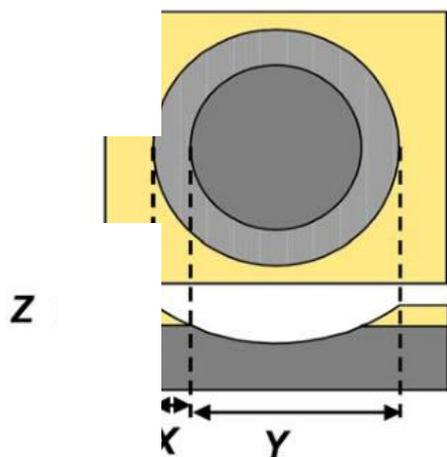


Рис. 1. Принцип измерений и рабочий узел

Оптический анализ проекции сфероидальной выемки на поверхности образца на плоскость, дает измеряемые параметры X и Y, что позволяет при помощи простых геометрических соотношений вычислить толщину покрытия Z или толщину слоев. (Рис. 2.)



$$\text{Толщина} = Z = \frac{x \cdot y}{D_{\text{шара}}}$$

Рис. 2. Геометрические соотношения

### ***Промышленный прибор CALOTEST***



Рис. 3. Внешний вид прибора CALOTEST

Промышленный прибор представляет собой большой штатив, подходящий под различные размеры и формы исследуемых объектов. Для исследования массивных образцов, размер, которых не позволяет быть смонтированными на стандартном штативе, можно разъединить штатив и мотор, и поместить на исследуемый образец, используя магнитную подставку.

### **Методы расчета**

Модель «шар-плоскость»

Если “s” – толщина слоя покрытия, то:

$$S = T - t \quad (1)$$

и “Т” общая глубина сферического кратера:

$$T = R - \left( \frac{1}{2} \sqrt{4R^2 - D^2} \right)$$

Тогда “t” –глубина кратера в материале подложки выражается уравнением:

$$t = R - \left( \frac{1}{2} \sqrt{4R^2 - d^2} \right)$$

Тогда уравнение (1) примет вид:

$$s = \frac{1}{2} \left( \sqrt{4R^2 - d^2} - \sqrt{4R^2 - D^2} \right)$$

Если  $d \ll R$ , то

$$s = \frac{x \cdot y}{2R}$$

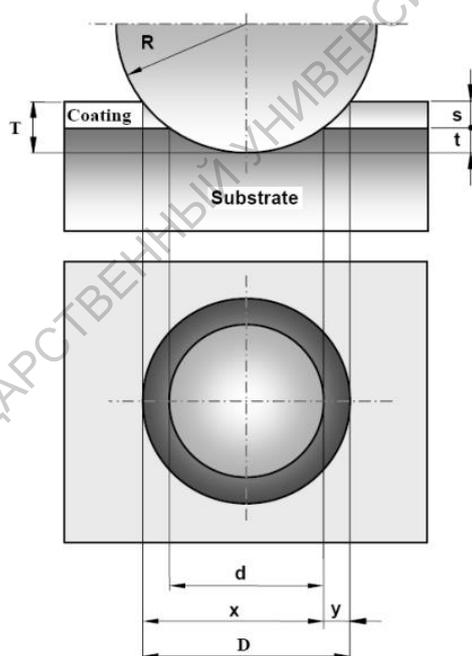
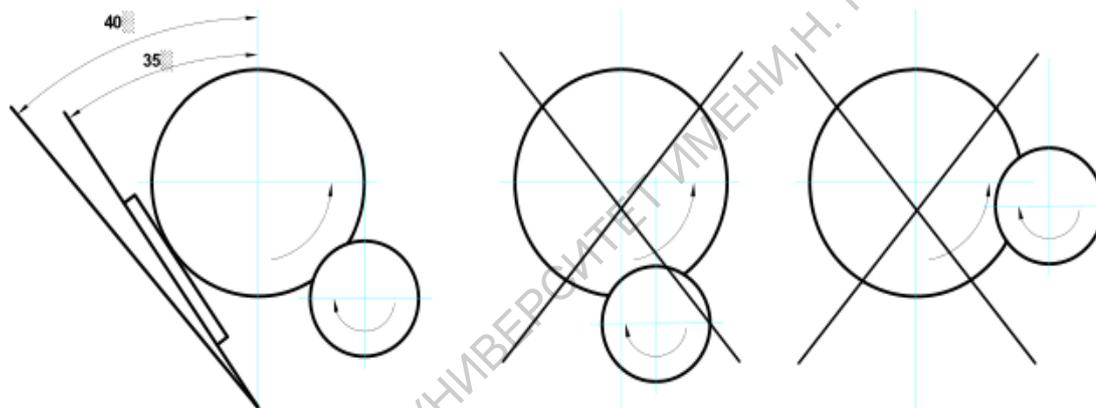


Рис. 4. Схема для расчета толщины покрытия по модели шар – плоскость.

### 3. Последовательность выполнения работы и обработка экспериментальных данных

1. Проверьте правильность присоединения кабеля питания к блоку управления и кабеля мотора.
2. Нажмите кнопку «power - питание» в положение "1". На передней панели прибора слева загорится сигнал "POWER-ПИТАНИЕ".
3. Закрепите исследуемый образец в тисках под углом от  $35^\circ$  до  $40^\circ$ .  
Помните, что применение шаров большого диаметра требует меньших углов.!



4. Установите мотор в удобную позицию для того чтобы удобно расположить шар (как показано на рисунке выше). Позиция шара по оси должна быть выбрана с учетом диаметра шара (шары больших диаметров требуют больше места по осям). Зафиксируйте мотор горизонтально используя уровень расположенный в верхней части блока мотора.

На панели блока управления выберите число оборотов мотора (rpm – об/мин) и время (в секундах!).

#### ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

- Не выбирайте минимальную скорость ниже 10 об/мин. Последняя цифра задатчика заблокирована в положении "0"!

- Максимально возможная скорость 2990 об/мин. Первая цифра задатчика заблокирована в положении "2"!

Во время вращения не прикасайтесь к бороздкам вала двигателя!

5. Нажмите кнопку старт "START" на панели блока управления и приступите к тонкой установке положения вала и шара при помощи винта на кронштейне между двигателем и гидравлическим рычагом. Когда шар начинает поворачиваться, нажмите кнопку остановки "STOP" .

6. Капните 2-3 капли суспензии абразива на шар (например, суспензия CALOTEST Superfine 1 $\mu$ ). Нажмите кнопку старта "START". Процесс истирания начнется, и остановится через выбранный Вами промежуток времени

#### СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА

1. Дата
2. Номер группы
3. Фамилия, И.О.
4. Название работы.
5. Цель работы.
6. Описание образца.
7. Полученные экспериментальные данные.
8. Расчет толщины покрытия.
9. Выводы.

#### 4. Вопросы для подготовки к работе и самопроверки

1. Методы определения толщины эпитаксиальных слоев: метод сферического шлифа, весовой метод, эллипсометрический, определение толщины по дефектам упаковки, с помощью профилометра и др.
2. Сравнение различных методов: особенности (разрушающие – неразрушающие), области применения, преимущества и недостатки.

3. Шлифы – определение, получение, техника. Разновидности.
4. Способы расчета толщины слоя. Ошибки, их виды и источники.
5. Декорирование поверхности. Цель и физико-химические основы процесса декорирования.

## **6. Рекомендуемая литература**

### Основная литература:

1. Материаловедение: Учеб. пособие / А.А. Аникин, В.А. Хотинский, А.В. Павлов, А.А. Аникин; ФГБОУ ВПО «Саратовский ГАУ». – Саратов, 2012. – 252 с.
2. Техническое описание на прибор CALOTEST®

### Дополнительная литература:

1. Бублик В.Т., Дубровина А.Н. Методы исследования структуры полупроводников и металлов. – М.: Высшая школа, 1987. – 272 с.
2. Фелдман Л., Майер Д. Основы анализа поверхности и тонких пленок. – М.: Мир, 1989. – 344 с.
3. Ковтонюк Н., Концевой Ю.А. Измерение параметров полупроводниковых материалов. М.: Изд. Metallurgia, , 1970, с 364-366.
4. Измерения глубины перехода с помощью сферического шлифа. Экспресс-информация. Электроника, 1969, №15, 28-30.
5. Курносков А.И., Юдин В.В. Технология производства полупроводниковых приборов и ИМС. – М.: Высшая школа, 1986 – 368 с.

### Интернет-ресурсы:

1. <http://5fan.ru/wievjob.php?id=42896>

## Лабораторная работа №5

### Микротвердость материалов

Цель работы: Исследование механических свойств материалов методом микротвердости (дюрометрии).

#### 1. Материально–техническое обеспечение работы

Прибор для определения микротвердости DuraScan 20, микрошлиф железоуглеродистого сплава (чугуна) или другой образец, предложенный преподавателем.

#### 2. Краткие сведения из теории

**Микротвёрдость** (англ. *microhardness*) — твёрдость отдельных участков микроструктуры материала. [1]

Микротвёрдость определяется индентированием при нагрузке на индентор не более 2Н (при большей нагрузке полученные характеристики материала относятся к макромасштабным) и при внедрении индентора не менее, чем на 200нм (при испытаниях с меньшим внедрением речь идет уже о нанотвердости).

Метод определения микротвердости предназначен для оценки твердости очень малых (микроскопических) объемов материалов. Его применяют для измерения твердости мелких деталей, тонкой проволоки или ленты, тонких поверхностных слоев, покрытий и т. д. Главное назначение — оценка твердости отдельных фаз или структурных составляющих сплавов, а также разницы в твердости отдельных участков этих составляющих. [2].

Метод стандартизован (ГОСТ 9450—76). В качестве индентора при измерении микротвердости чаще всего, как и в случае определения твердости по Виккерсу, используют правильную четырехгранную алмазную пирамиду с углом при вершине 136°. Эта пирамида плавно вдавливается в образец при нагрузках 0,05—5Н, Число микротвердости Н<sub>μ</sub>, МПа, определяется по формуле  $H_{\mu} = 1,854 \cdot 10^5 F/d^2$ , где F – нагрузка, Н; d – диагональ отпечатка,

обычно 7—50 мкм;  $d^2/1,854$  — площадь боковой поверхности полученного пирамидального отпечатка.

По ГОСТу число микротвердости, МПа, записывают без единицы измерения, например Н<sub>ц</sub> -1050.

Микротвердость массивных образцов измеряют на металлографических шлифах, приготовленных специальным образом. Глубина вдавливания индентора при определении микротвердости ( $d/7$ ) составляет несколько микрометров и соизмерима с глубиной получаемого в результате механической шлифовки и полировки наклепанного поверхностного слоя.

Поэтому методика удаления этого слоя особенно важна.

Наклепанный слой удаляют обычно одним из трех методов: электрополировкой, отжигом готовых шлифов в вакууме или инертной атмосфере и глубоким химическим травлением. При использовании любого метода экспериментально устанавливают режим (время электрополировки или травления, плотность тока и концентрацию реактива, температуру и время отжига и т. д.), при котором полностью снимается наклеп в поверхностном слое образца. Для этого строят зависимость Н<sub>ц</sub> от параметра, изменяемого при подборе режима снятия наклепанного слоя. Момент выхода на горизонталь величины Н<sub>ц</sub> соответствует оптимальному режиму, который затем используется при подготовке аналогичных образцов

Фактически метод микротвердости — это разновидность метода Виккерса (HV) и отличается от него только использованием меньших нагрузок и соответственно меньшим размером отпечатка. Поэтому физический смысл числа микротвердости аналогичен твердости HV. Для гомогенных однофазных материалов с крупным зерном Н<sub>ц</sub> ~ HV. Часто наблюдаемые отклонения от этого равенства, особенно в области  $F < 0,05—0,1$  Н, объясняются в основном большими погрешностями измерения микротвердости. Источники этих погрешностей — вибрации, инструментальные ошибки в измерении длины диагонали отпечатка,

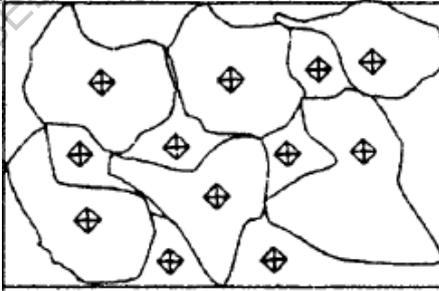
неидентичность условий ручного нагружения, искажения структуры поверхностного слоя и др. По мере уменьшения нагрузки все погрешности возрастают. Поэтому не рекомендуется работать с нагрузками, которые дают отпечатки с  $d < 8\text{—}9$  мкм

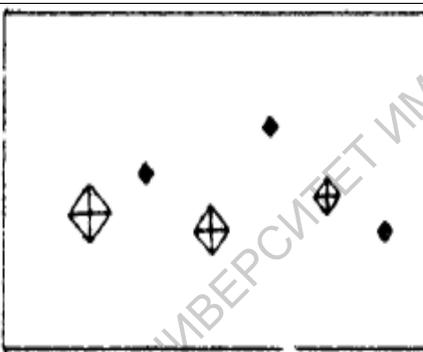
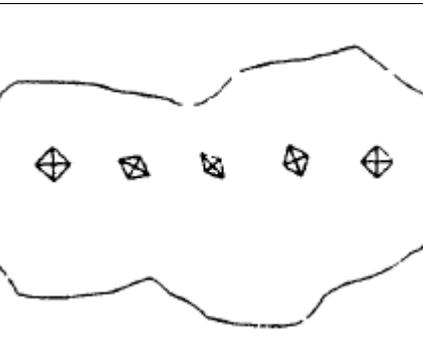
Использование приставок для автоматического нагружения, всемерное устранение вибраций, тщательная отработка методики приготовления шлифов позволяют свести ошибки в определении числа микротвердости к минимуму. [2].

Как уже отмечалось, главная ценность метода микротвердости — это возможность оценки твердости отдельных фаз и структурных составляющих, что очень важно при решении многих металловедческих задач и чего нельзя сделать другими методами. Некоторые области применения метода микротвердости представлены в табл. 5.1.

Таблица 5.1.

Некоторые области применения метода микротвердости (дюрометрии)

Область применения	Схема измерений	Краткая методика
<p>Оценка микротвердости отдельных структурных составляющих сплава (например, стали с ферритоперлитной структурой)</p>		<p>Используется металлографический шлиф с выявленной травлением структурой. Отпечатки наносятся в отдельные структурные составляющие сплава с последующим их измерением и определением микротвердости</p>

<p>Оценка градиента микротвердости по толщине поверхностного слоя (в частности, после поверхностного упрочнения)</p>		<p>Используется поперечный или косой металлографический шлиф. Отпечатки наносятся от поверхности вглубь через определенные интервалы с последующим их измерением и определением микротвердости по толщине поверхностного слоя</p>
<p>Оценка разброса значений микротвердости в металле или сплаве (служит косвенной оценкой прочностной микронеоднородности материала)</p>		<p>На исследуемой поверхности металлографического шлифа наносятся произвольно не менее 20 отпечатков с последующим их измерением, определением микротвердости и статистической обработкой полученных результатов</p>
<p>Оценка анизотропии прочностных свойств монокристалла</p>		<p>При нанесении каждого отпечатка индентор поворачивается на определенный угол. Анизотропия свойств оценивается по отношению диагоналей полученных отпечатков.</p>

<p>Оценка микронеоднородности пластической деформации по локальным объемам металла или сплава.</p>		<p>Вдоль образующей цилиндрического образца для испытаний на растяжение, через равные интервалы «<i>l</i>» наносятся не менее 100 отпечатков микротвердости (реперных точек) при малой нагрузке на индентор (0,0196 - 0,049Н). Измеряются расстояния между ними после деформации образца с последующей статистической обработкой полученных данных.</p>
--	--	---

*Особенности прибора DuraScan 20.*

Для определения микротвердости служит прибор DuraScan 20 [3].



Рис. 1. Микротвердомер DuraScan 20

Прибор (Рис. 1.) позволяет измерять микротвердость методами Виккерса и Кнупа. Диапазон нагрузок от 10 г до 10 кг, что обеспечивает возможность работы в микро- и макро диапазонах. Приложение нагрузки, измерение отпечатка, параметры индентора, все эти факторы имеют огромное влияние на результаты измерения твердости. Для того чтобы гарантировать высокую степень точности, большое внимание было уделено уменьшению влияния ошибок при измерениях, возникающих при работе разных операторов на одном приборе. Все модели серии твердомеров DuraScan обладают инновационной системой нагружения, автоматическим анализом изображений с автоматической фокусировкой, первоклассной оптической системой с LED освещением, сертифицированными инденторами.

Важнейшим фактором для получения точных результатов является измерение отпечатка. Такие результаты возможны только при наличии четких различимых отпечатков с оптимальными значениями яркости и контрастности. Качество изображения в этом приборе не зависит от оператора и контролируется электроникой камеры. Эта функция является необходимым условием для автоматических не зависящих от оператора измерений, особенно когда измерение проводится на неполированных образцах, таких, например, как корродированное сварное соединение.

Базовая версия твердомера включает в комплектацию функцию фокусировки резкости с помощью электроники камеры. Автоматическая фокусировка является быстрым и надежным средством для достижения фокусного расстояния. Линзы позиционируются с помощью моторизованного по оси Z привода с разрешением менее 0,1 мкм.

Базовая версия включает в себя плоский стол для быстрых и удобных единичных измерений твердости. Модель Durascan-20 расширена и включает механический XY стол с возможностью проведения серийных измерений. Стол комплектуется механическими или цифровыми микрометрами.

Создание документации и распределение результатов соответствующего рабочего образца представляют собой особенную важность. Опции для экспорта данных интегрированы в интерфейс Ecos Workflow Software. Опасность ошибки в созданном протоколе сведена к минимуму.

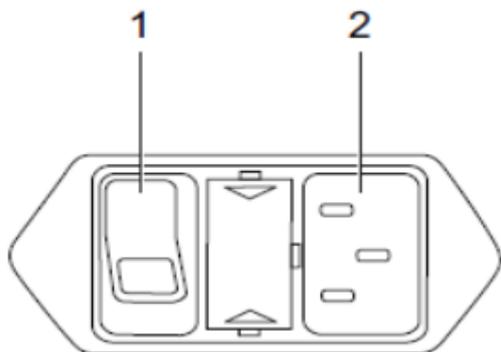
Основные узлы прибора DuraScan 20 показаны на рис. 2. [4].



1. Стойка машины
2. Испытательный узел
3. Турель с индентором и объективами  
(при поставке индентор и объективы не установлены)
4. Испытательная наковальня
5. Блок управления
6. Кнопка аварийного выключения

Рис. 2. Основные узлы прибора DuraScan 20

## Работа на приборе



### Подключения на задней стороне машины

1. Главный выключатель с контрольной лампочкой
  2. Сетевая розетка.
- При необходимости: Поверните главный выключатель в положение **OFF** (Выключено)
  - Вставьте кабель электропитания в сетевую розетку (2).
  - Вставьте противоположный конец кабеля электропитания в заземленную электрическую розетку с защитным проводящим контактом.



### Подключения на левой стороне машины

1. Порт Ethernet (RJ45)
2. Подключение клавиатуры
3. Порты USB (например, мышь USB, накопитель USB)
4. Порт RS232
5. Порт VGA

### *Первое включение машины*

- Поверните главный выключатель в положение ON (Включено).
- При необходимости: Для высвобождения кнопки аварийного выключения на машине поверните ее в направлении по часовой стрелке.  
Испытательный узел перемещается вверх примерно на 5 мм.
- Включите машину, используя кнопку «Ожидание» в левой части сенсорного экрана.

На кнопке «Ожидание» загорается зеленая контрольная лампочка.

Запустится операционная система. **ecos Workflow** запускается автоматически.

Программное обеспечение запускает процесс начальной загрузки и открывает экран входа в систему.

- Примите предварительно сконфигурированное имя пользователя «Cal» и выберите пункт Login (регистрация входа в систему) без ввода пароля.

**ecos Workflow** открывает первый экран.

#### Выбор языка

- Выберите пункт Settings (Настройки) на панели Workflow (нижняя часть экрана)
- Выберите требуемый язык в поле Select Language (Выбрать язык) под надписью General – Region (Общие положения – регион).

Основными элементами машины для испытания на твердость являются стойка машины, испытательное устройство, турель, включая индентор / объективы и испытательная наковальня. Блок управления используется для управления работой испытательной машины. При желании, вы можете также подключить экран, клавиатуру и мышку. Стойка машины изготовлена из литого алюминия. В стойке располагаются все электрические и электронные элементы, а также все механизмы привода. Испытательное устройство приводится в действие двигателем постоянного тока. Оно может

перемещаться со скоростью максимум 2 мм/сек и может производить измерения обрабатываемых деталей с максимальной высотой 260 мм.

DuraScan 10 и DuraScan 20 обычно оснащаются ручной турелью на 3 положения, хотя по отдельному заказу можно получить турель на 6 положений с электроприводом.

Испытательная наковальня может иметь конструкцию двухкоординатного столика (DuraScan 10) или поперечных салазок (DuraScan 20).

При использовании оптических методов испытания по Викакерсу и по Кнупу для рассматривания отпечатка требуются объективы. Применяется следующее правило: Чем меньше испытательная сила, тем больше оптическое увеличение.

Блок управления с сенсорным экраном позволяет контролировать и настраивать конфигурацию машины. Программное обеспечение основано на использовании меню и предлагает ряд вариантов для методов испытаний и преобразований, а также возможности экспорта данных и составления отчета.

В блоке управления имеются следующие органы управления:



1. Сенсорный экран
2. Перо для работы с сенсорным экраном
3. Кнопка «Ожидание» с зеленой контрольной лампочкой.

Вы можете пользоваться сенсорным экраном путем выбора кнопок пальцем или с помощью подходящего пера для работы с сенсорным экраном.

Включайте машину с использованием кнопки «Ожидание», расположенной в левой части сенсорного экрана. Загорится зеленая контрольная лампочка.

ecos Workflow начинается с экрана входа в систему

➤ Введите ваши данные входа в систему.

ecos Workflow открывает экран Specimen (Образец).

### **3. Последовательность выполнения работы и обработка экспериментальных данных**

1. Измерение микротвердости осуществляется на специально подготовленном металлографическом шлифе из стали 45 в нормализованном состоянии, с выявленной травлением в 4-х% водном растворе азотной кислоты, феррито-перлитной структурой.
2. Необходимо выполнить измерение 20 отпечатков микротвердости: 10 отпечатков, нанесенных в ферритной и 10 отпечатков, нанесенных в перлитной составляющих структуры нормализованной стали 45.

### **СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА**

1. Дата
2. Номер группы
3. Фамилия, И.О.
4. Название работы.
5. Цель работы.
6. Описание образца.
7. Полученные экспериментальные данные.
8. Выводы.

### **4. Вопросы для самопроверки**

1. Какие задачи могут решаться с помощью измерения микротвердости.
2. В чем отличия микротвердости и твердости материалов.
3. Какой индентор используется при измерении микротвердости.
4. Каковы нагрузки на индентор при измерении микротвердости
5. С какой целью осуществляется выдержка под нагрузкой
6. Какое время выдержки под нагрузкой для черных и цветных металлов и сплавов
7. Какова форма отпечатка микротвердости, с чем связаны ее искажения

8. Какие параметры отпечатка измеряются для определения микротвердости.
9. Какими параметрами оценивается разброс значений микротвердости, какими факторами он обусловлен.
10. Какие требования предъявляются к поверхности материала при измерении микротвердости, какими методами они достигаются.
11. Какие методы применяются для подготовки поверхности микрошлифа с целью устранения влияния наклепа поверхностного слоя.
12. Каково минимально допустимое расстояние между соседними отпечатками микротвердости, чем обусловлено это требование.
13. Каково соотношение между диагональю отпечатка и глубиной внедрения индентора.
14. С чем связаны погрешности измерения микротвердости и каковы методы их снижения.

## 5. Рекомендуемая литература

### *Основная литература:*

1. Материаловедение: Учеб. пособие / А.А. Аникин, В.А. Хотинский, А.В. Павлов, А.А. Аникин; ФГБОУ ВПО «Саратовский ГАУ». – Саратов, 2012. – 252 с.
2. Золотаревский В. С. Механические свойства металлов. - М.: Металлургия, 1983.-350с.

### *Дополнительная литература:*

3. Фридман Я. Б. Механические свойства металлов.-М.: Машиностроение, 1974.-Т.2гС.83
4. Бернштейн М. Я., Займовский В. А. Механические свойства металлов. - М., Металлургия, 1979. - 495 с..
5. Руководство по эксплуатации прибора DuraScan 20

### *Интернет-ресурсы:*

1. <https://ru.wikipedia.org/wiki/%D0%9C%D0%B8%D0%BA%D1%80%D0%BE%D1%82%D0%B2%D1%91%D1%80%D0%B4%D0%BE%D1%81%D1%82%D1%8C>
2. [http://sopromat.vstu.ru/metod/lab/lab\\_16.pdf](http://sopromat.vstu.ru/metod/lab/lab_16.pdf)
3. Брошюра DuraScan 20 <http://www.krisanalyt.kz/oo/1/DS20.pdf>

## Лабораторная работа № 6

### **Определение краевого угла смачивания материалов.**

Цель работы: Изучение методики и определение краевого угла смачивания материалов

#### **1. Материально–техническое обеспечение работы**

Прибор для измерения краевого угла смачивания ОСА 15ЕС, микрошлиф железоуглеродистого сплава (чугуна) или другой образец, предложенный преподавателем.

#### **2. Краткие теоретические сведения**

Все жидкости по отношению к твердым телам разделяют на смачивающие и несмачивающие. Например, вода – смачивающая жидкость по отношению к стеклу, но несмачивающая – по отношению к парафину.

*Смачивание* – это проявление взаимодействия молекул на трехфазной границе твердой, жидкой и газообразной фаз, выражающееся в растекании жидкости по поверхности твердого тела. Количественная интерпретация данного явления обычно проводится на примере капли жидкости, находящейся в равновесии на твердой гладкой поверхности (рисунок 1). При растекании капли вплоть до образования мономолекулярного слоя жидкости имеет место так называемое полное смачивание. Во всех других случаях касательная к поверхности жидкости на границе раздела фаз «жидкость – твердое тело – газ» составляет некоторый угол  $\theta$  с поверхностью твердого тела, называемый краевым углом смачивания и отсчитываемый со стороны жидкости к твердой поверхности [1].

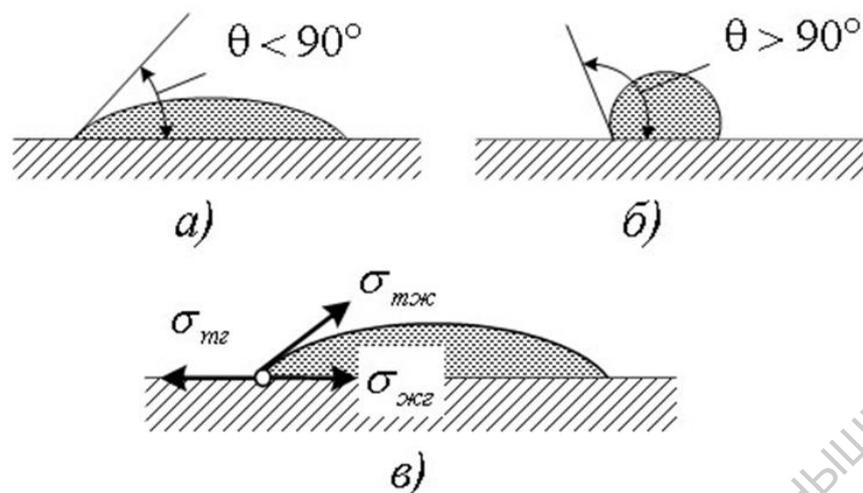


Рис. 1. Различные случаи смачивания: а –  $\theta < 90^\circ$ ; б –  $\theta > 90^\circ$ ; в – схема сил, действующих при смачивании

Очевидно, что смачивание жидкостью твердой поверхности зависит от межфазного взаимодействия молекул не только на границе раздела «жидкость – газ», характеризуемого поверхностным натяжением  $\sigma_{жг}$ , но и от межфазных взаимодействий молекул на границах раздела «твердая поверхность – жидкость» и «твердая поверхность – газ». Обозначим величины этих двух последних межфазных поверхностных натяжений соответственно через  $\sigma_{тж}$  и  $\sigma_{тг}$ .

При смачивании жидкостью твердого тела краевой угол лежит в пределах  $0 < \theta < 90^\circ$ . Если жидкость не смачивает данную твердую поверхность, то  $90^\circ < \theta < 180^\circ$ .

Сильное влияние на смачивание оказывают чистота и микрорельеф поверхности. Величина  $\theta$  резко меняется при нанесении на твердую поверхность мономолекулярного слоя углеводородов. Например, слой масла на поверхности стали или стекла резко ухудшает ее смачиваемость водой,  $\cos\theta$  становится отрицательным. Поэтому очевидна роль очистки поверхности от жиров, масел и других загрязнений. Значительное влияние на смачивание оказывает и пленка оксидов.

Таким образом, смачивание — физическое взаимодействие жидкости с поверхностью твердого тела или другой жидкости. Смачивание зависит от

соотношения между силами сцепления молекул жидкости с молекулами (или атомами) смачиваемого тела (адгезия) и силами взаимного сцепления молекул жидкости (когезия) [2].

Степень смачивания характеризуется углом смачивания, который измеряется методом лежащей капли [3].

Измерение степени смачивания весьма важно во многих отраслях промышленности (литейная, лакокрасочная, фармацевтическая, косметическая и т. д.). К примеру, на лобовые стёкла автомобилей наносят особые покрытия, которые должны быть устойчивы против разных видов загрязнений. Состав и физические свойства покрытия стёкол и контактных линз можно сделать оптимальными по результатам измерения контактного угла .

В различных технологических процессах нанесения покрытий имеют место явления, происходящие на границах раздела покрытия и подложки с газовой фазой и вакуумом. Поверхностные явления оказывают большое воздействие на качество покрытия. В основе этого влияния лежит тот факт, что состояние атомов в поверхностных слоях жидкости существенно отличается от состояния атомов в ее объеме.

При соприкосновении двух или нескольких фаз на границе раздела образуется скачок свободной энергии. В результате между фазами возникают силы взаимодействия, пропорциональные свободной энергии. Если энергия связи между частицами различных фаз преобладает над энергией связи между частицами в каждой фазе, то сближение сопровождается выделением энергии и увеличением термодинамической устойчивости всей системы. Такое взаимодействие между поверхностными слоями двух или более соприкасающихся разнородных фаз называют адгезией. [4]

Величину адгезионного взаимодействия можно определить в процессе удаления жидкости с поверхности твердого тела. Адгезионное взаимодействие между жидкостью и твердым телом распространяется на небольшое расстояние вглубь жидкости. Это расстояние измеряется

размерами молекул или несколько больше. По мере удаления слоя жидкости от поверхности твердого тела адгезионное взаимодействие уменьшается, уступая место когезионному, т.е. взаимодействию между молекулами в объеме жидкости.

Адгезия жидкости оценивается работой, которую надо затратить для отрыва жидкости от твердой поверхности, т.е. для восстановления исходного состояния контактирующих тел. Следовательно, работа адгезии будет в значительной степени определять чистоту поверхности твердого тела. Чем больше работа адгезии, тем сильнее сцепление жидкости с твердым телом.

Адгезионное взаимодействие зависит от величин, которые обуславливают свойства поверхностей (удельная свободная поверхностная энергия и поверхностное натяжение).

Отдельные атомы внутри жидкости связаны между собой взаимно уравновешенными силами, поэтому жидкость находится в покое (рис. 2.)

Равновесие атомарных сил, однако, нарушено на поверхности, где жидкость контактирует с другой средой. Здесь атомы имеют меньше соседей, чем внутри жидкости.

Вследствие этого силы притяжения на поверхности жидкости не уравновешиваются, а возникают силы, направленные внутрь жидкости перпендикулярно к ее поверхности, называемые поверхностным натяжением. В результате на внутренние слои жидкости, лежащие непосредственно под ее поверхностью, действует давление, которое снижается пропорционально восьмой степени расстояния от поверхности.

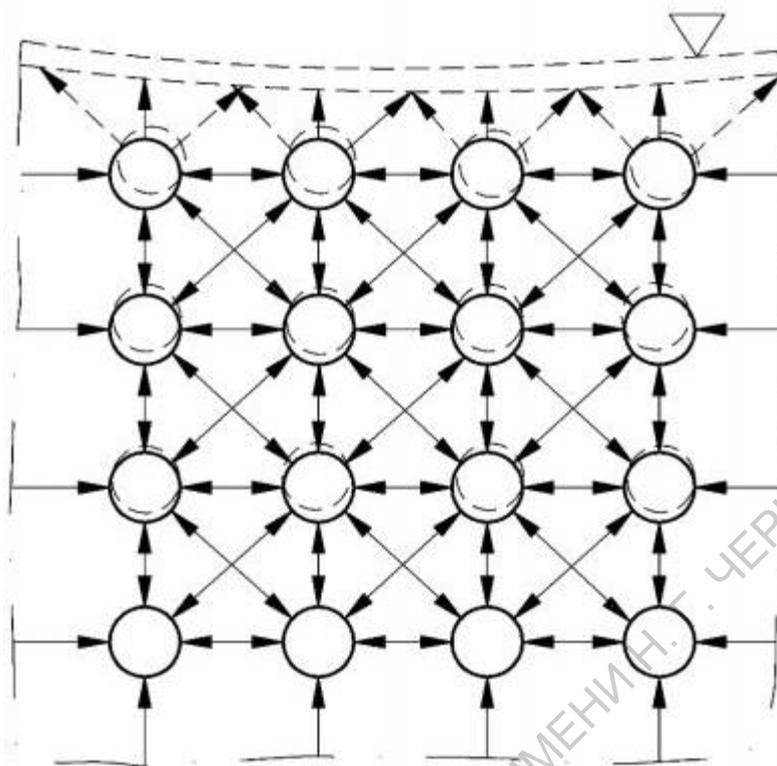


Рис. 2. Равновесие молекулярных сил в жидкости

Поверхностное натяжение  $\sigma$  соответствует силе  $F$ , которую необходимо приложить, чтобы увеличить периметр поверхности расплава на единицу длины  $l$ , или работе  $A$ , которую необходимо произвести для увеличения поверхности жидкости  $S$  на единицу площади по формулам:

$$\sigma = dF / dl \text{ или } \sigma = dA / dS.$$

Поверхностное натяжение измеряется в Н/м или Дж/м<sup>2</sup>

В различных технологических процессах плавки сплавов и получения отливок имеют место явления, происходящие на границах раздела жидких сплавов со шлаками, с газовой фазой и вакуумом, поверхностями песчаных и металлических форм и т.п. Поверхностные явления оказывают большое воздействие на качество выплавляемых сплавов, процессы кристаллизации и формирование кристаллической структуры, обуславливают химическую неоднородность отливок, влияют на заполняемость форм, особенно для тонкостенных отливок, качество поверхности отливок и другие стороны литейного процесса.

Значения поверхностного натяжения некоторых сплавов и металлов приведены в табл. 6.1.

Таблица 6.1.

Поверхностное натяжение некоторых металлов и сплавов		
Металл	Температура, при которой произведено измерение, °С	Поверхностное натяжение, Н/м $\cdot 10^{-3}$
Олово	232	526
Алюминий	–	300
Медь	1181	1103
Сталь 0,3 % С	1520	1500
Серый чугун 3,9 % С	1300	1150
Ковкий чугун 3,1 % С	1420	1500
Вода	20	81 (для сравнения)

Термодинамика рассматривает поверхностное натяжение как меру изменения свободной энергии системы при изменении ее поверхности:

$$dz = \sigma dS.$$

Видно, что самопроизвольными могут быть только те процессы, которые сопровождаются уменьшением поверхности раздела фаз, поскольку только в этом случае  $dS < 0$  и  $dz < 0$ .

Если силы, связывающие атомы, больше сил взаимодействия между ними и другой средой, например поверхностью подложки, то, вследствие неуравновешенности сил, поверхность жидкости приобретает выпуклую форму (рис. 3, а). Натяжение, возникающее на границе контакта между подложкой и жидкостью, при этом уравновешивается некоторым превышением уровня жидкости над местом контакта. Подложка, таким образом, оказывает противодействие контакту жидкости с ней, т.е. она оказывается металлофобной – несмачиваемой.

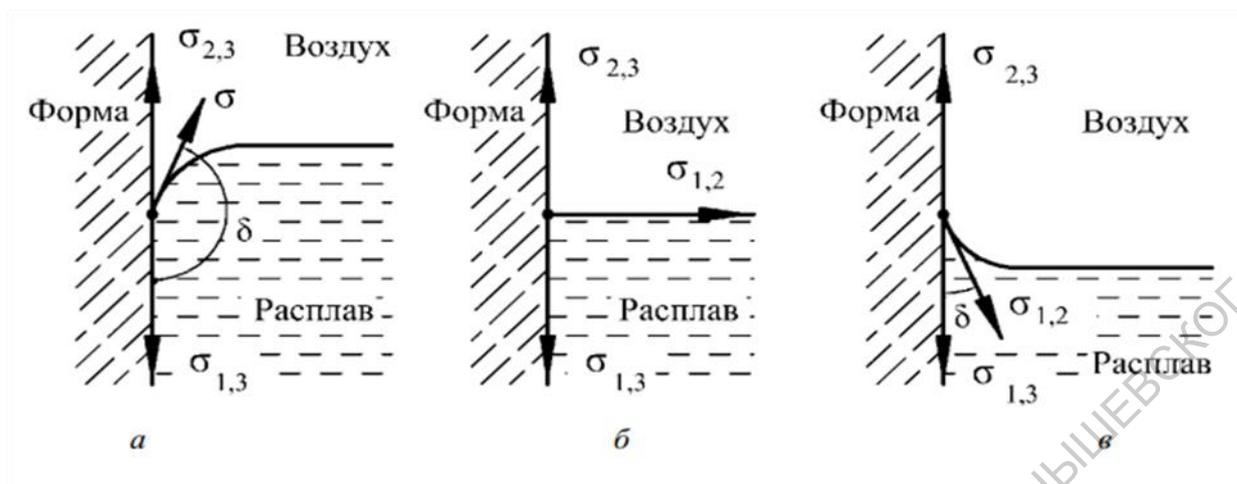


Рис. 3. Действие поверхностного натяжения на границе контакта двух сред: а – расплав не смачивает форму; б – расплав индифферентен к форме; в – расплав смачивает форму

Применим следующие обозначения: 1 – расплав, 2 – воздух, 3 – форма.

Теоретически на границе раздела этих трех сред вследствие описанного эффекта действуют силы поверхностного натяжения. На границе между расплавом и воздухом поверхностное натяжение составит  $\sigma_{1,2}$ ; между расплавом и формой –  $\sigma_{1,3}$  и между воздухом и формой –  $\sigma_{2,3}$ . В данном случае  $\sigma_{1,3} > \sigma_{2,3}$ . В соответствии со схемой на рис. 3, а можно записать:

$$\sigma_{1,3} = \sigma_{2,3} + \sigma_{1,2} \cdot \cos \delta. \quad (1.1)$$

Тогда:

$$\cos \delta = (\sigma_{1,3} - \sigma_{2,3}) / \sigma_{1,2},$$

где  $\cos \delta$  – краевой угол смачивания, который характеризует смачиваемость и определяется значением угла между поверхностью твердого тела и касательной к точке контакта с жидкостью и отсчитывается всегда в сторону жидкой фазы (рис. 4).

Несмачиваемость формы играет положительную роль, в частности препятствует проникновению расплава в поры поверхности формы.

Если поверхностное натяжение на границе между расплавом и формой и между воздухом одинаково, т.е.  $\sigma_{1,3} = \sigma_{2,3}$ , (см. рис. 3, б), то форма индифферентна по отношению к металлу. В этом случае на границе контакта

металла с формой не происходит ни подъема, ни опускания уровня расплава. В уравнении (1.1) пропадает второй член, так как  $\delta = 90^\circ$ , то  $\cos \delta = 0$ . Тогда:

$$\sigma_{1,3} = \sigma_{2,3}.$$

Третий возможный вариант:  $\sigma_{1,3} < \sigma_{2,3}$ , как показано на рис. 3, в. Здесь справедливо равенство:

$$\sigma_{2,3} = \sigma_{1,2} \cos \delta,$$

$$\cos \delta = (\sigma_{2,3} - \sigma_{1,3}) / \sigma_{1,2}$$

В этом случае уровень жидкости на границе контакта с твердым телом повышается, жидкость поднимается на стенку, т.е. она является смачиваемой (металлофильной). Смачивание твердого тела способствует проникновению жидкости в поры его поверхности.

Смачиваемость и несмачиваемость формы зависит от химического сродства металла и формы. Например, форма из смеси на основе кварцевого песка для сплавов железа является несмачиваемой. Однако из-за быстрого окисления поверхности расплава стали и чугуна на их поверхности образуется пленка из оксидов железа, которая является причиной повышения смачиваемости. Если в стали и чугуне содержится алюминий, то на их расплаве образуется пленка оксида алюминия, поверхностное натяжение повышается, и форма плохо смачивается металлом.

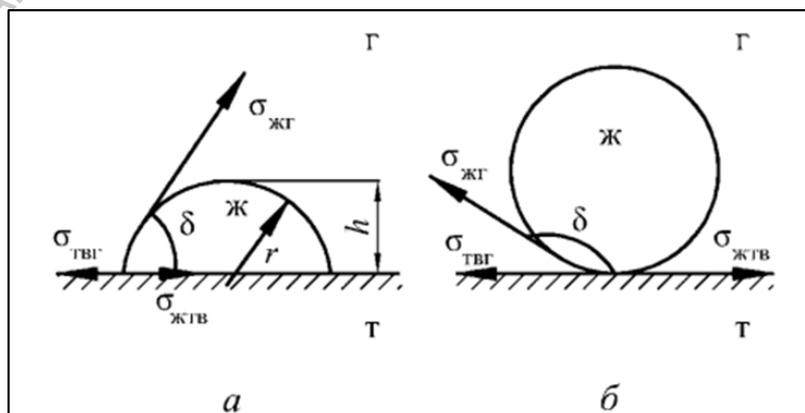


Рис. 4. Схема смачивания жидкостью поверхности твердого тела: а – капля жидкости на смачиваемой поверхности ( $\delta < 90^\circ$ ); б – капля жидкости на несмачиваемой поверхности ( $\delta > 90^\circ$ ); ж – расплав; т – форма; г – воздух

Величина поверхностного натяжения и краевой угол смачивания определяют работу адгезии  $W_a$  жидкости к твердой поверхности по формулам:

$$W_a = \sigma_{жг} + \sigma_{тг} + \sigma_{жг} \quad \text{или} \quad W_a = \sigma_{жг}(1 + \cos\theta)$$

где  $W_a$  – удельная работа адгезии жидкости к твердой поверхности, Дж/м<sup>2</sup>.

Работа адгезии, характеризующая сцепление жидкости с твердой фазой, например металлического расплава со стенкой литейной формы, в значительной степени определяет чистоту поверхности отливки.

Высокое поверхностное натяжение значительно облегчает разливку металлов. Оно препятствует вспениванию, затрудняет нежелательное разделение струи металла и препятствует проникновению металла в стенку песчаной формы. В то же время поверхностное натяжение препятствует затеканию металла в острые углы и кромки и делает их закругленными. Поверхностное натяжение является показателем состояния расплава и изменяется в зависимости от состава, температуры и степени засоренности его неметаллическими включениями. Металлы с высокой температурой плавления обладают, как правило, более высоким поверхностным натяжением, чем легкоплавкие металлы. Поверхностное натяжение при литье достигает еще более высоких значений вследствие неизбежного окисления металлов.

Таким образом, адгезия и смачивание – это две стороны одного и того же явления, возникающего при контакте жидкости с твердым телом. Адгезия обуславливает взаимодействие между твердым телом и находящейся в контакте с ним жидкостью, а смачивание – это явление, которое имеет место на границе трех фаз, из которых одна является твердым телом, а две другие либо несмешивающиеся между собой жидкости, либо жидкость и газ.

На практике определение значений адгезии затруднено тем, что истинная поверхность контакта составляет лишь малую часть полной поверхности соприкасающихся фаз.

При обычных условиях кристаллизация происходит при переохлаждении меньшем, чем необходимо для гомогенной кристаллизации. Кристаллизация при этом происходит прежде, чем возникнут устойчивые гомогенные зародыши, а кристаллы растут на примесях, включениях, стенках формы (гетерогенная кристаллизация). Если зародыш образуется на подложке, то возникает межфазное натяжение на границе: расплав–зародыш ( $\sigma_{р.з.}$ ), подложка–расплав ( $\sigma_{п.р.}$ ), подложка–зародыш ( $\sigma_{п.з.}$ ).

Результирующее энергетическое соотношение выразится уравнением:

$$\sigma_{кр} = \sigma_{п.з.} + \sigma_{р.з.} \cdot \cos \theta.$$

Процесс сильно зависит от угла смачивания  $\theta$ . С уменьшением угла смачивания облегчаются условия кристаллизации, т.е. чем больше структурное сходство кристаллических решеток расплава и подложки, тем легче протекает процесс кристаллизации.

Все методы определения краевого угла смачивания можно разделить на две группы: статические и динамические.

Изначально измерения проводились с помощью гониометра (ручного прибора для измерения контактного угла) или микроскопа. Современные технологии позволяют записать изображение капли и получить все необходимые данные с помощью программ.

### ***Статический краевой угол***

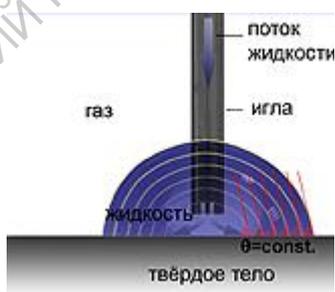
При статическом методе размер капли не меняется в течение всего измерения, но это не означает, что угол контакта всегда остается постоянным. Наоборот, воздействие внешних факторов может привести к изменению угла контакта со временем. Из-за седиментации, испарения и аналогичных химических или физических взаимодействий краевой угол будет самопроизвольно изменяться со временем.

С одной стороны, статический краевой угол не может абсолютно оценить свободную энергию твердой поверхности, а с другой, он позволяет охарактеризовать временную зависимость таких процессов как высыхание чернил, нанесение клея, абсорбцию и адсорбцию жидкостей на бумаге.

Изменение свойств во времени (растекание капли) зачастую мешают исследованиям. В качестве источника ошибки также может выступить пятнышко, царапина на образце, любая неоднородная поверхность будет иметь отрицательный эффект в точности измерения, что может быть сведено к минимуму в динамических методах.

### ***Динамический краевой угол***

При измерении динамического контактного угла игла шприца остается в капле, и ее объем изменяется с постоянной скоростью. Динамический угол контакта описывает процессы на границе твердое тело/жидкость во время увеличения объема капли (натекающий угол) или при уменьшении капли (оттекающий угол), т.е. во время смачивания и осушения. Граница не образуется мгновенно, для достижения динамического равновесия требуется время. Из практики рекомендуется устанавливать поток жидкости 5 - 15 мл/мин, более высокая скорость потока будет только имитировать динамические методы. Для высоковязких жидкостей (например, глицерина), скорость формирования капли будет иметь другие пределы.



***Натекающий угол.*** Во время измерения натекающего угла игла шприца остается в капле на протяжении всего опыта. Сначала на поверхности образуется капелька диаметром 3-5 мм (при диаметре иглы 0,5 мм, которая

используется фирмой KRUSS), а потом она расплывается по поверхности. В начальный момент угол контакта не зависит от размера капли, т.к. сильны силы сцепления с иглой. При определенном размере капли угол контакта

становится постоянным, и именно в этот момент надо проводить измерения. Этот тип измерения имеет наибольшую воспроизводимость. Натекающие углы обычно измеряют для определения свободной энергии поверхности.

**Оттекающий угол.** Во время измерения оттекающего угла размер капли уменьшается, т.к. поверхность осушается: большая капля (приблизительно 6 мм в диаметре) помещается на поверхность и затем медленно уменьшается за счет всасывания через иглу.



По разнице между натекающим углом и оттекающим углом можно сделать заключение о неровностях поверхности или ее химической неоднородности. Оттекающий угол НЕ подходит для расчета СЭП.

Для расплавов с более высокой температурой плавления более пригодными являются статические методы. При изучении смачивания поверхности формы расплавом металла наибольшее распространение получил метод «лежащей капли».

В методе лежащей капли жидкость помещается на твердую поверхность с помощью шприца. Диаметр капли должен быть от 2 до 5 мм; это гарантирует, что краевой угол не будет зависеть от диаметра. В случае очень малых капелек будет велико влияние поверхностного натяжения самой жидкости (будут формироваться сферические капли), а в случае больших капель начинают доминировать силы гравитации [5].

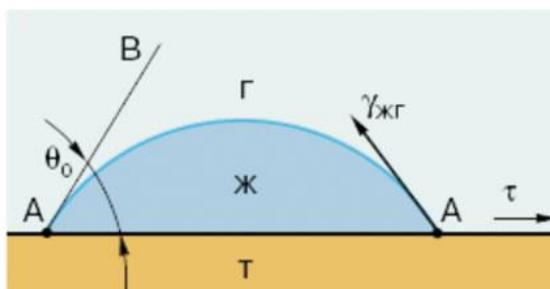


Рис. 5. Метод растекающейся капли: краевой угол смачивания  $\theta_0$  капли жидкости (ж) на твердой поверхности (т); третья фаза - газ (г)

Краевой угол смачивания  $\theta$  или  $\cos \theta$  является характеристикой гидрофильности (гидрофобности) поверхности. Он определяется как угол между касательной АВ, проведенной к поверхности смачивающей жидкости, и смачиваемой поверхностью твердого тела АА, при этом  $\theta$  всегда отсчитывается от касательной в сторону жидкой фазы, как показано на рис. 5. Касательную проводят через точку соприкосновения трех фаз: твердой фазы, жидкости (дистиллированная вода) и газа (воздух).

Граничный контур (периметр основания капли) называется линией трехфазного контакта (ЛТК). Этот термин подчеркивает, что в смачивании участвуют три фазы: 1) твердое тело, 2) смачивающая жидкость, 3) фаза-«предшественник», которая находилась в контакте с твердой поверхностью до подвода жидкости.

В соответствии с теорией Юнга-Лапласа, краевой угол определяется конкуренцией двух сил, действующих на ЛТК. Одна сила - это притяжение молекул жидкости к ближайшим молекулам жидкости на поверхности капли. В расчете на единицу длины ЛТК это сила поверхностного натяжения жидкости  $\gamma_{жг}$  (в мН/м).

Другая сила создается притяжением тех же молекул ЛТК к ближайшим молекулам на поверхности твердое тело-газ. Эта сила направлена вдоль поверхности твердого тела во внешнюю сторону от ЛТК. Юнг назвал ее силой адгезии (в мН/м) (adhesion - прилипание). Равновесный краевой угол  $\theta_0$  находят из условия механического равновесия на ЛТК по основным размерам капель жидкости, наносимых на твердые поверхности: высоте  $h$  и диаметру основания капли  $d$ . Значения  $\cos \theta$  рассчитывают по формуле:

$$\cos \theta = \frac{(d/2)^2 - h^2}{(d/2)^2 + h^2}$$

Таким образом, для определения краевого угла смачивания необходимо измерить высоту капли,  $h$ , и диаметр ее основания  $d$ . Параметры капли  $h$  и  $d$  измеряют с помощью установки, основными узлами которой являются катетометр, измерительная ячейка-кювета и осветительное устройство, обеспечивающее контрастное изображение капли и исследуемой поверхности.

### **Описание лабораторной установки**

Для проведения лабораторной работы используется прибор для измерения краевого угла смачивания OCA 15EC, внешний вид которого показан на рис. 5.



Рис. 5. Прибор для измерения краевого угла смачивания OCA 15EC

Прибор с видеоподдержкой OCA 15EC является бюджетным вариантом техники для измерения краевого угла смачивания и анализа контура капли. Система прямой дозировки SD-DM в комбинации с электронным дозирующим модулем ES – оба присутствуют в стандартной конфигурации оборудования – делают работу на приборе и дозировку жидкостей удобной для пользователя.

### **Технические особенности прибора OCA 15EC**

- предметный столик по горизонтали юстируется вручную (magnetic slide system), а по вертикали - механически

- светосильный объектив с 6-кратным увеличением, бесступенчатой внутренней фокусировкой и с настраиваемым углом наблюдений
- видеоизмерительная система с USB-камерой (скорость графического ввода 87 кадр/сек)
- безгистерезисное освещение с постоянно регулируемой интенсивностью
- система прямой дозировки SD-DM для использования одно- и многодозовых шприцов и капилляров
- электронный дозирующий модуль ES с регулированием объёма пробы, программным обеспечением (мин. 50 нл) и скоростью дозирования (0,06 мкл/сек... 26,4 мкл/сек)

### **3. Последовательность выполнения работы и обработка экспериментальных данных**

1. Ознакомьтесь со схемой прибора ОСА 15ЕС
2. Поместите образец в центр стола и зажмите при необходимости клипсой.
3. Включите микроскоп и проведите настройку освещения с помощью регулятора яркости.
4. Установите объектив  $\times 4$  и проведите фокусировку, вращая ручки грубой и точной фокусировки.
5. Определите величину краевого угла смачивания

### **4. Вопросы для подготовки к работе и самопроверки**

1. На какие процессы оказывают влияние поверхностные явления?
2. Что лежит в основе влияния поверхностных явлений на качество отливки?
3. Что образуется при соприкосновении фаз на границе раздела?
4. Что такое адгезия жидкости?
5. Как определяют величину адгезионного взаимодействия?
6. Как оценивают адгезию жидкости?
7. От чего зависит адгезионное взаимодействие?
8. Что такое когезия жидкости?

9. Что такое поверхностное натяжение?

10. Что показывает величина краевого угла смачивания?

## **5. Рекомендуемая литература**

### Основная литература:

1. Материаловедение: Учеб. пособие / А.А. Аникин, В.А. Хотинский, А.В. Павлов, А.А. Аникин; ФГБОУ ВПО «Саратовский ГАУ». – Саратов, 2012. – 252 с.
2. Сумм, Б.Д. Гистерезис смачивания / Б.Д. Сумм // Соросовский образовательный журнал. - 1999. - №7. - С.98-102.

### Дополнительная литература:

3. Лабораторные работы и задачи по коллоидной химии. Под ред. Ю.Г. Фролова и А.С. Гродского. М.: Химия. - 1986. - 216 с
4. Физическое металловедение. Под ред. Р. Кана. М.: Мир. – 1968.

### Интернет-ресурсы:

1. <http://ndt-testing.ru/smachivanie.html>
2. <https://ru.wikipedia.org/wiki/%D0%A1%D0%BC%D0%B0%D1%87%D0%B8%D0%B2%D0%B0%D0%BD%D0%B8%D0%B5>
3. [http://tirit.org/articles/surface\\_theory\\_sessile.php](http://tirit.org/articles/surface_theory_sessile.php)
4. [http://files.lib.sfu-kras.ru/ebibl/umkd/1855/u\\_lab.pdf](http://files.lib.sfu-kras.ru/ebibl/umkd/1855/u_lab.pdf)
5. <http://www.mtc.kubsu.ru/Metod4.html>

## Лабораторная работа №7

### Определение критических точек и построение диаграммы состояния сплавов свинца с сурьмой

Цель работы: освоить методику построения диаграмм состояния двойных сплавов на примере построения диаграммы состояния свинец-сурьма с помощью термического анализа

#### **1. Материально–техническое обеспечение работы**

- Тигельная печь
- Тигель графитовый
- Милливольтметр
- Термопара платино-платинородиевая
- Термостат
- Свинец
- Сурьма
- Секундомер

#### **2. Краткие сведения из теории**

Термический анализ заключается в определении температур превращений (критических точек) на основании наблюдений за изменением температуры металла или сплава в процессе нагрева или охлаждения

Термический анализ является одним из важнейших способов исследования металлов.

Любое превращение, происходящее в металле, в том числе плавление при нагревании (кристаллизация при охлаждении), переход металла в твердом состоянии из одной формы кристаллического строения в другую, или растворение избыточной фазы (выделение из твердого раствора) сопровождается изменением теплосодержания.

Вследствие выделения или поглощения тепла нарушается непрерывность возрастания температуры металла при его нагреве (или понижения температуры при охлаждении), которое приводит к появлению на кривых нагрева (охлаждения) участков, характеризующих постоянство температуры при протекающем превращении.

Точность результатов термического анализа в первую очередь определяется величиной теплового эффекта, который зависит от природы изучаемого металла, особенностей данного превращения, а также условий, в которых происходит превращение, и, в частности, массы металла и скорости охлаждения (или нагрева).

Превращения, происходящие при расплавлении металла (или при его кристаллизации из жидкости), обычно характеризуются большим тепловым эффектом, чем превращения в твердом

состоянии (аллотропические и другие превращения). Так как тепловой эффект превращений, происходящих в твердом состоянии, имеет меньшие величины, то для характеристики этих превращений необходимо во многих случаях использовать более чувствительные методы физико-химического анализа (измерение электросопротивления, магнитных свойств и т.п.)

При проведении термического анализа следует учитывать, что на точность измерения существенное влияние оказывает неравномерность нагрева или охлаждения, которую можно ошибочно принять за температуры фазовых превращений.

Значительное влияние на точность термического анализа оказывает чувствительность приборов, применяемых для измерения температур.

### **Методы измерения температуры и приборы, применяемые для термического анализа**

Методы измерения температуры, применяемые для термического анализа, можно разделить на:

- 1) Измерения ртутными, спиртовыми, биметаллическими термометрами;
- 2) Измерения термоэлектрическими пирометрами (термопара и милливольтметр);
- 3) Измерения оптическими пирометрами и другими способами.

Наиболее распространенным методом измерения температуры при термическом анализе является метод измерения с помощью термопары и милливольтметра.

Термопара представляет собой две проволоки из разных металлов (наиболее распространенной термопарой является платино-платинородиевая), одни концы которых спаяны между собой (горячий спай); другие концы термопары присоединяются к милливольтметру.

Если горячий спай термопары поместить в среду, имеющую температуру более высокую, чем среда, в которой находятся два других конца термопары, и последние подсоединить к электроизмерительному прибору, то в замкнутой цепи возникают термоэлектродвижущая сила (т.э.д.с.) и термоэлектрический ток.

Измерение т.э.д.с. позволяет определить разность температур, а следовательно, и температуру нагрева, если при этом известны температурная зависимость величины т.э.д.с. для металлов, составляющих цепь, и температура более холодного конца цепи.

Для исследования металлов термическим методом и построения диаграмм сплавов применяется установка, схема которой представлена на рис. 1.

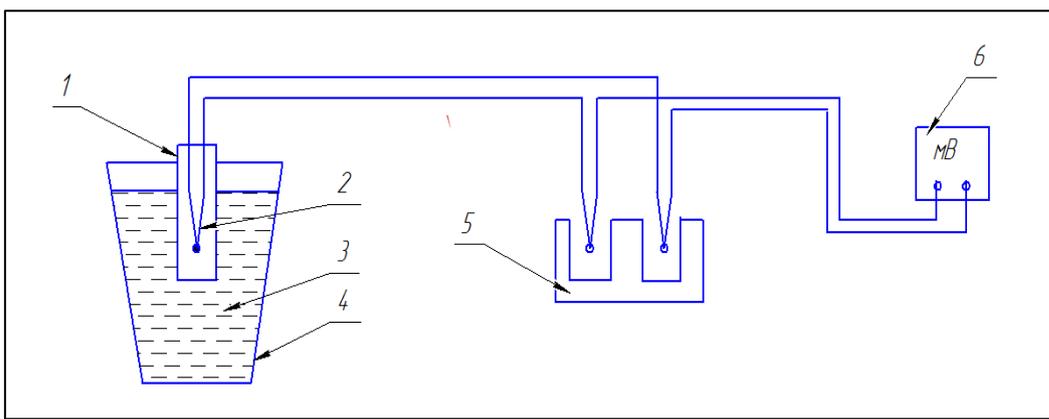


Рис. 1. Схема установки для исследования металлов термическим методом:

1 – кварцевый наконечник; 2 – термопара; 3 – расплавленный металл; 4 – тигель; 5 – термостат; 6 – милливольтметр.

### 3. Порядок выполнения работы

При выполнении работы используется установка, схема которой представлена на рис.1.

1. Предварительно ознакомиться с общими положениями работы, методами измерения температуры и построением диаграммы состояния свинец-сурьма.
2. Установить в тигель с жидким сплавом термопару с защитным кожухом и наблюдать за процессом охлаждения.
3. Показания термопары записываются по форме таблицы 1.
4. По полученным данным каждый студент строит кривую охлаждения и указывает на ней положение критических точек и соответствующих им температур заданного сплава.
5. Произвести построение диаграммы состояния системы Pb-Sb с указанием фазового состава и линий ликвидуса и солидуса.

Таблица 1

Время от начала отсчета в мин	°C
<u>0,5</u>	<u>340</u>
<u>1,0</u>	<u>338</u>
<u>1,5</u>	<u>336</u>

6. По работе дать письменный отчет с указанием:

- a) Сущности и назначения термического метода;
- b) Хода выполнения работы с указанием полученных данных;

- с) Схемы установки для исследования металла термическим методом;
- д) Построения кривых охлаждения сплавов Pb-Sb заданной концентрации;
- е) Построения диаграммы Pb-Sb.

#### 4. Построение диаграммы состояния свинец-сурьма

В качестве примера построения диаграммы с помощью термического анализа рассмотрим построение диаграммы свинец-сурьма.

Для построения диаграммы свинец-сурьма термическим методом требуется получить кривые охлаждения (нагрева) чистых свинца и сурьмы, а также ряда их сплавов. Чем больше исследовано сплавов, тем точнее построение диаграммы.

В целях экономии времени, построение кривых охлаждения чистых свинца и сурьмы не проводится, а критические точки для этих металлов берутся из графиков рис. 2.

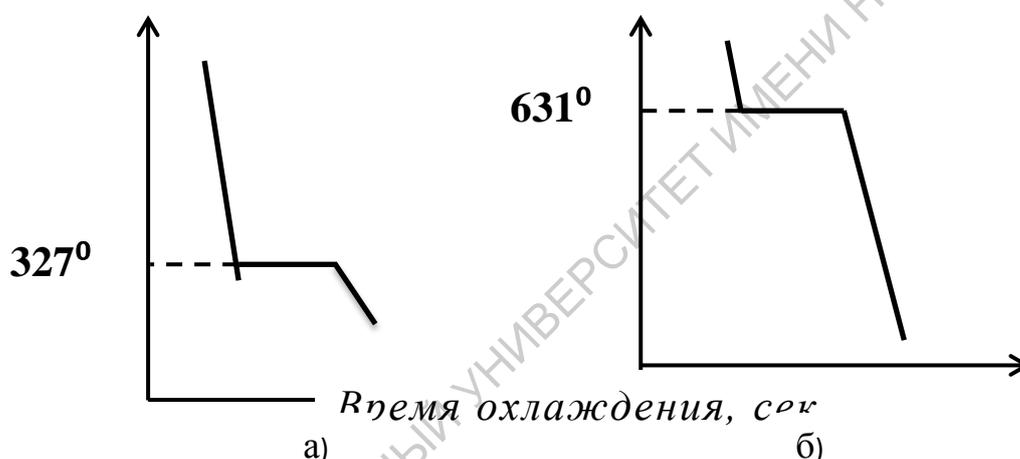
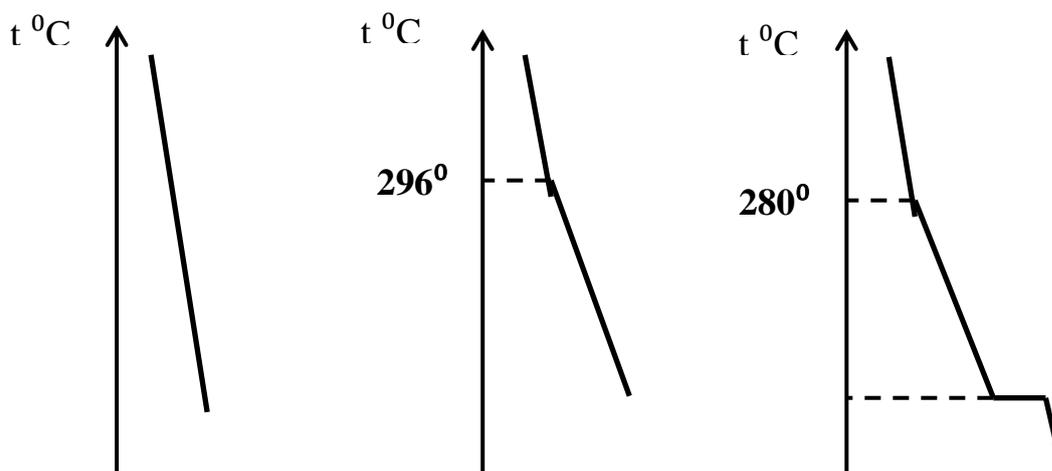


Рис. 2. Кривые охлаждения.

а – чистого свинца; б – чистой сурьмы

Для построения диаграммы необходимо исследовать минимально три сплава: доэвтектический (6% Sb; 94% Pb), эвтектический (13% Sb; 87% Pb), и заэвтектический (20% Sb; 80% Pb). Компоненты указанных сплавов заранее отвешиваются и расплавляются в тиглях емкостью 150-200 г.

При проведении данной работы будем считать, что нам уже известен эвтектический сплав (13% Sb; 87% Pb), т.е. сплав, имеющий минимальную температуру кристаллизации и при кристаллизации которого температура остается постоянной, а после затвердевания он представляет собой равномерную механическую смесь кристаллов фаз (Pb-Sb), называемую эвтектикой (рис. 3а).



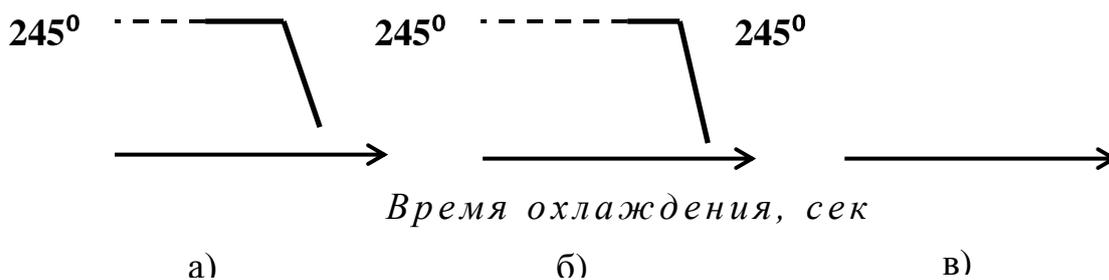


Рис. 3. Кривые охлаждения сплава:

а – 13% Sb и 87% Pb; б – 6% Sb и 94% Pb; в – 20% Sb и 80% Pb.

На графике (рис. 3б) видно, что при затвердевании доэвтектического сплава имеются две критические точки: одна точка, соответствующая  $\approx 296^\circ\text{C}$ , характеризует начало выделения кристаллов избыточной фазы (относительно эвтектики), в данном случае Pb, а вторая точка, соответствующая  $\approx 245^\circ\text{C}$ , характеризует затвердевание эвтектического сплава.

Анализ графика (рис. 3в) показывает, что при затвердевании эвэвтектического сплава также наблюдаются две критические точки: одна, соответствующая  $\approx 280^\circ\text{C}$ , характеризует начало выделения кристаллов избыточной фазы (относительно эвтектики), в данном случае Sb, а вторая точка, соответствующая  $\approx 245^\circ\text{C}$ , характеризует затвердевание эвтектического сплава.

Зная критические температуры исходных компонентов и указанных сплавов (табл. 1) свинца с сурьмой, приступают к построению диаграммы состояния

№ сплава	Концентрация сплава, %	
	Sb	Pb
1	0	100
2	5	95
3	10	90
4	13	87
5	40	60
6	100	0

Диаграмма состояния строится в координатах X и Y. По оси X в определенном масштабе нужно отложить концентрацию одного из двух компонентов, образующих сплав, к примеру Sb. Таким образом ось X будет являться осью концентрации сплавов (рис. 4).



Рис. 4. Диаграмма состояния сплава свинец — сурьма, построенная по кривым охлаждения

В точке, где 0% Sb сплав будет однокомпонентным, т.е. он будет представлять собой чистый Pb. В точке 100% Sb сплав будет состоять из одного компонента – Sb. Ординаты, проведенные в указанных точках, будут, следовательно, отвечать чистым металлам Pb и Sb.

Из точек 1, 2, 3, 4, 5, 6, расположенных на оси X, соответствующих концентрации выбранных сплавов, восстанавливаются перпендикуляры, которые характеризуют состав и называются линиями сплава.

Критические точки на кривых охлаждения 1, 2, 3, 4, 5, 6 проектируются на соответствующие линии сплава.

Соединяя плавной кривой проекции точек, отвечающих началу затвердевания сплава, получим линию ABC, выше которой сплав любой концентрации находится в жидком состоянии. Линия ABC называется линией ликвидуса.

Соединяя точки, отвечающие концу кристаллизации сплавов, получим линию DCE, которая называется линией солидуса. Все сплавы, находящиеся ниже этой линии, имеют только твердое состояние.

Полученное графическое изображение и представляет собой диаграмму свинец-сурьма, которая, кроме критических температур, показывает и фазовый состав (жидкость, кристаллы чистых металлов и т.п.) указанных сплавов, соответствующих так называемому равновесному состоянию. Равновесное состояние сплавов характеризуется полным завершением превращений в сплавах и образуется в условиях очень медленного охлаждения.

## 5. Вопросы для подготовки к работе и самопроверки

1. Термический метод, его сущность и назначение.
2. Критические точки, их сущность и определение.
3. Техника построения диаграммы состояния и ее использование.

## 6. Рекомендуемая литература

Основная литература:

1. Материаловедение: Учеб. пособие / А.А. Аникин, В.А. Хотинский, А.В. Павлов, А.А. Аникин; ФГБОУ ВПО «Саратовский ГАУ». – Саратов, 2012. – 252 с.
2. Коликов А.П. Новые процессы деформации металлов и сплавов / А.П. Коликов. – М.: Высшая школа, 1986. – 351 с.

Дополнительная литература:

1. Технология конструкционных материалов / под ред. А.М. Дальского. – М.: Машиностроение, 1985. – 448 с.

Интернет-ресурсы:

1. [http://studopedia.ru/4\\_13880\\_diagrammi-sostoyaniya-dvoynih-splavov.html](http://studopedia.ru/4_13880_diagrammi-sostoyaniya-dvoynih-splavov.html)
2. <http://stroy-technics.ru/article/struktura-metallor-i-splavov>

**Приложение 1**

**Таблицы величин твердости по Бринеллю**

При диаметре шарика  $D = 10$  мм, испытательной нагрузке  $F = 29430$  Н (3000 кгс) и  $K = 30$

Таблица 1

$d$ , 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	236	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	209	208
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

<i>d</i> , мм	0,00	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09
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										

САРАТОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ Н. Г. ЧЕРНЫШЕВСКОГО

**Сопоставление чисел твердости металлов и сплавов**

HB,HV	HRB	$\sigma_B$ , МПа	HB,HV	HRC	$\sigma_B$ , МПа
100	52,4	333	245	212	815
105	57,5	350	250	22,1	835
110	60,9	362	255	23,0	855
115	64,1	382	260	23,9	865
120	67,0	402	265	24,8	880
125	69,8	410	270	25,6	900
130	72,4	430	275	26,4	910
135	74,7	450	280	27,2	930
140	76,6	470	285	28,0	950
145	78,3	480	290	28,8	970
150	79,9	500	295	29,5	980
155	81,4	520	300	30,2	1000
160	82,8	530	310	31,6	1030
165	84,2	550	320	33,0	1060
170	85,6	565	330	34,2	1090
175	87,0	580	340	35,3	1120
180	88,3	600	350	36,3	1150
185	89,5	620	360	37,2	1180
190	90,6	640	370	38,1	1200
195	91,7	650	380	38,9	1230
200	92,8	665	390	39,7	1260
205	93,8	685	400	40,5	1290
210	94,8	695	410	41,3	1305
215	95,7	715	420	42,1	1335
220	96,6	735	430	42,9	1365
225	97,5	745	440	43,7	1385
230	98,4	765	450	44,5	1410
235	99,2	785	460	45,3	1440
240	100	795	470	46,1	1480

САРАТОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНА НЕФТЯНИКА С. П. КОРОТКОГО

### Основы расшифровки марок стали и сплавов

[[http://metallichekiy-portal.ru/marki\\_metallov/marki\\_stali\\_rasshifrovka](http://metallichekiy-portal.ru/marki_metallov/marki_stali_rasshifrovka)]

Расшифровка марок сталей не очень сложное дело, если знать какими буквами принято обозначать те или иные химические элементы, входящие в состав марки или сплава.

Например, буквой Х - обозначается хром, Н - никель, К - кобальт, М - молибден, В - вольфрам, Т - титан, Д - медь, Г - марганец, С - кремний, Ф - ванадий, Р - бор, А - азот, Б - ниобий, Е - селен, Ц - цирконий, Ю - алюминий, Ч - показывает о наличии редкоземельных металлов

Также существуют свои обозначения для разных типов сталей в зависимости от их состава и предназначения.

Буквенные обозначения применяются также для указания способа раскисления стали:

КП — кипящая сталь

ПС — полуспокойная сталь

СП — спокойная сталь

Конструкционные стали обыкновенного качества нелегированные обозначают буквами Ст. (например, Ст.3; Ст.3кп)

Цифра, стоящая после букв, условно обозначает процентное содержание углерода в стали (в десятых долях), индекс кп указывает на то, что сталь относится к кипящей, т.е. неполностью раскисленная в печи и содержащая незначительное количество закиси железа, что обуславливает продолжение кипения стали в изложнице. Отсутствие индекса означает, что сталь спокойная.

Конструкционные нелегированные качественные стали (например, Ст.10; Сталь 20; Ст.30; Ст.45), обозначают двузначным числом, указывающим на среднее содержание углерода в стали 0,10%; 0,20%; и т.д.

Конструкционная низколегированная 09Г2С расшифровывается как сталь, углерода в которой около 0,09% и содержание легирующих компонентов марганца, кремния и других, составляет в сумме менее 2,5%.

Стали 10ХСНД и 15ХСНД отличаются разницей углерода, в таких сталях среднее содержание каждого элемента содержится менее 1% процента, поэтому цифры за буквой не ставятся.

Конструкционные легированные стали, такие как 20Х; 30Х; 40Х обозначают буквами и цифрами, в данном случае марка показывает содержание углерода и основного легирующего элемента хрома. Цифры после каждой буквы обозначают примерное содержание соответствующего элемента, однако при содержании легирующего элемента менее 1,5% цифра после соответствующей буквы не ставится.

30ХГСА хромокремнемарганцевая сталь, обладает большой прочностью и повышенным сопротивлением к ударным нагрузкам. В состав марки входит углерод 0,30%, кроме углерода содержит марганец, кремний и хром, примерно в равных долях по 0,8-1,1%

Содержание серы и фосфора не должно превышать 0,03% для каждого из этих элементов, поэтому в конце таких марок ставится буква А, что свидетельствует о дополнительных показателях качества марок, (например, 20ХН4ФА; 38ХН3МА). Также обозначаются и конструкционные рессорно-пружинные стали, такие как 60С2А, 65Г, где первые цифры показывают углерод в сотых долях процента. (0,60 и 0,65 соответственно).

Расшифровка сталей конструкционных подшипниковых, производится так, они обозначаются также как и легированные, маркировка начинается с буквы Ш (например, ШХ4; ШХ15; ШХ15СГ). Цифра 15 говорит о содержании легирующего хрома, примерная доля которого равна 1,5%, в стали ШХ4 0,4% соответственно. Существует множество других марок, подробнее о наличии в них элементов и примесей можно узнать в марочнике, для этого достаточно воспользоваться поиском.

Качественные стали - для производства паровых котлов и сосудов высокого давления, обозначают как конструкционные нелегированные стали, с добавлением буквы К (например, 20К; 22К).

Литейные конструкционные стали обозначаются как качественные и легированные, но в конце наименования ставят букву Л, (35ХМЛ; 40ХЛ и т.п.).

Стали строительные обозначают буквой С и цифрами, соответствующими минимальному пределу текучести стали. Дополнительно применяют обозначения: Т — термоупрочненный прокат, К — повышенная коррозионная стойкость, (например, С345Т; С390К и т. п.). Аналогично буквой Д обозначают повышенное содержание меди, (С345Д; С375Д).

Стали инструментальные нелегированные, делят на качественные, обозначаемые буквой У и цифрой, указывающей среднее содержание углерода (например, У7; У8; У10) и высококачественные, обозначаемые дополнительной буквой А в конце наименования (например, У8А; У10А; У12А) или дополнительной буквой Г, указывающей на дополнительное увеличение содержания марганца (например, У8ГА).

Стали инструментальные легированные, обозначаются также как и конструкционные легированные. Возьмем такую марку как ХВГ, расшифровка этой марки показывает наличие в ней основных легирующих элементов: Хрома, Вольфрама, Марганца. Эта сталь отличается от 9ХВГ, повышенным содержанием в ней углерода, примерно 1%, поэтому цифра в начале марки не ставится.

Стали быстрорежущие расшифровываются следующим образом - такие марки имеют букву Р (с этого начинается обозначение стали), затем следует цифра, указывающая среднее содержание вольфрама (например, Р18; Р9), затем следуют буквы и цифры, определяющие массовое содержание элементов. (например, сталь Р6М5) цифра 5 показывает долю молибдена в этой марке. Содержание хрома не указывают, т. к. оно составляет стабильно около 4% во всех быстрорежущих сталях и углерода, т. к. последнее всегда

пропорционально содержанию ванадия. Следует заметить, что если содержание ванадия превышает 2,5%, буква Ф и цифра указывается (например, стали Р6М5Ф3).

Сталь электротехническая нелегированная АРМКО, как ее еще называют: технически чистое железо (например, 10880; 20880 и т.д.) Такие марки содержат минимальное количество углерода, менее 0,04%, благодаря чему имеют очень малое удельное электрическое сопротивление. Первая цифра указывает на вид обработки (1- кованый или горячекатаный, 2- калиброванный). Вторая цифра 0 говорит, что сталь нелегированная, без нормируемого коэффициента старения; 1 с нормируемым коэффициентом старения. Третья цифра указывает на группу по основной нормируемой характеристике. Четвертая и пятая - количество значения основной нормируемой характеристики.

Алюминиевые сплавы маркируются по следующему принципу: марки литейных сплавов имеют первую букву А, за ней Л. Сплавы дляковки и штамповки за буквой А имеют букву К. После этих двух букв ставится условный номер сплава.

Принятые обозначения деформированных сплавов такие: сплава авиаль - АВ, алюминиево-магниевого - АМг, алюминиево-марганцового - АМц. Дуралюмины обозначаются буквой Д с последующим условным номером.

Используя эти нехитрые правила довольно легко определить из чего состоит та или иная сталь. Поэтому для опытного специалиста по металлам расшифровка марок сталей представляет собой простое и понятное занятие.

Маркировка сталей была разработана в СССР и действует по настоящее время на территории России и СНГ.

САРАТОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ Н. Г. ЧЕРНЫШЕВСКОГО