

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ
УНІВЕРСИТЕТ «ХАРКІВСЬКИЙ
ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ»

В. В. Дмитрик

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНІ МЕТОДИ У ЗВАРЮВАННІ

КОНСПЕКТ ЛЕКЦІЙ

для самостійного вивчення курсу дисципліни
студентами спеціальності 131 «Прикладна механіка» зі
спеціалізації 131-11 «Зварювання та споріднені
процеси і технології» денної і дистанційної форм
навчання

Рекомендовано вченою радою НТУ «ХПІ» Харків

НТУ «ХПІ» 2023

Лекція 1. Підготовка експерименту

1.1 Етапи досліджень

На даному етапі вивчення дисципліни „Експериментальні методи у зварюванні” необхідно провести межу між поняттями – **метод та методика** проведення експерименту.

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

Методика експериментального дослідження розділяється на три етапи:

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

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

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

Початковою точкою експериментального дослідження є підготовка експерименту.

Підготовка експерименту включає ряд підетапів:

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

3. Розробка робочої гіпотези.
4. Планування експерименту.

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

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

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

Вибір методу дослідження визначається, головним чином, кількістю та якістю інформації, яку необхідно отримати.

Вибір дослідницького обладнання, у більшості, залежить від вибраного методу дослідження. Прагнення вибрати складне, високоточне, дороге обладнання не є гарантом успіху при проведенні досліджень. Головне, щоб вибране експериментальне обладнання, точність вимірювальної апаратури дозволяли отримувати потрібну інформацію, яка відповідає необхідній достовірності результату. Більш висока точність вимірювань веде до додаткових витрат на обладнання та збільшення часу на повторення дослідів. У кожному конкретному випадку необхідно знаходити раціональне зерно, золоту середину. Ефективність експериментальних досліджень в більшості буде залежати і від правильного сполучення кількості натурних досліджень (на реальних об'єктах) і на моделях. Цей етап підготовки досліджень повинен бути ретельно продуманий та обґрунтований.

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

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

На завершальному етапі експериментальних досліджень:

- спочатку знаходять функціональні зв'язки між експериментальними даними, що отримані, і які можуть бути представлені в вигляді таблиць або графіків;
- після відповідної обробки ці дані вивчають з метою встановлення (розкриття) можливих закономірностей у розвитку процесу, що досліджується, його зв'язок та взаємодія з супутніми явищами;
- після встановлення функціональних зв'язків між окремими параметрами, переходять до аналізу процесу у цілому, його теоретичного узагальнення та вираження дослідницьких закономірностей емпіричними формулами.

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

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

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

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

1.2 Визначення предмету досліджень та формування його мети

Перед розробкою нових технологій, способів зварювання та зварювального обладнання дослідник знайомиться з технічним завданням. Це один з перших кроків ознайомлення з проблемою, яка поставлена перед дослідником.

В залежності від конкретної проблеми технічне завдання дає початкову інформацію, яка може включати, наприклад, при розробці нового зварювального обладнання:

- 1) креслення та призначення обладнання, яке потрібно виготовити;
- 2) технічні вимоги, яким повинно задовольняти обладнання;
- 3) можливість використання тих або інших матеріалів для виготовлення обладнання;
- 4) продуктивність;
- 5) обсяг випуску продукції;
- 6) строк експлуатації;
- 7) спеціальні вимоги по: трудомісткості, техніці безпеки, екології, собівартості тощо.

Після аналізу технічного завдання дослідник, виходячи з особистого досвіду та консультацій з іншими дослідниками, окреслює галузі науки та техніки, в яких вже вирішувалися подібні питання. Починається етап вивчення прототипів. В ході вивчення та аналізу прототипів дослідник визначає позитивні та негативні їх якості, можливість використання отриманої інформації для вирішення своєї проблеми. На цьому етапі вирішуються стратегічні питання, в якому напрямку надалі проводити дослідження, формулюється їх ціль.

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

Загальні положення та рекомендації по цьому питанню достатньо повно викладаються в курсі „Основи наукових досліджень” [1-3]. В даному випадку відзначимо вузлові моменти з переломленням інформації, що викладаються, у бік проведення досліджень у галузі зварювання.

Метою інформаційно-патентних досліджень є отримання даних для забезпечення високого технічного рівня та здатності до конкуренції об'єкта дослідження, використання сучасних науково-технічних досягнень та виключення невиправданого дублювання досліджень та розробок.

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

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

- 1) описання об'єкта дослідження;
- 2) розробка регламенту пошуку;
- 3) пошук та відбір патентної та іншої науково-технічної інформації;
- 4) систематизація та аналіз відібраної інформації;
- 5) узагальнення результатів та визначення напрямків досліджень – формулювання задач досліджень.

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

- 1) періодичні видання, до яких відносять журнали („Автоматическая сварка”, „Сварочное производство” та інші) – дозволяють отримати відносно “свіжу” інформацію по питаннях, що цікавлять.

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

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

- 4) Сигнальна інформація, наприклад, типу „Сварка и родственные технологии”, бібліографічний покажчик (Київ, ІЕЗ ім. Є.О.Патона).

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

1.4 Розробка робочої гіпотези

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

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

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

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

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

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

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

1.5 Планування експерименту

1.5.1 Розробка плану експерименту

План експерименту може бути:

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

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

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

1.5.2 Вибір методу дослідження

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

- об'єму інформації;
- достовірності інформації;
- часу проведення експерименту;
- трудомісткості проведення експерименту;
- економічним витратам на проведення експериментальних досліджень.

При виборі методу необхідно враховувати в якому вигляді ми бажаємо отримати необхідну інформацію. В свою чергу вид інформації, що отримується, в більшості буде залежати від мети експерименту. Бажано, щоб вид інформації, що отримується, дозволяв автоматизувати процес обробки первинних даних, що отримуються.

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

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

2. Фізичним і математичним плануванням експерименту, які дозволяють зменшити строки проведення науково-дослідницьких робіт і збільшити їх ефективність. Додатково дивись п. 8.

1.5.3 Групи методів досліджень

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

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

Методи теоретичного дослідження.

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

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

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

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

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

Методи експериментально-теоретичного дослідження.

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

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

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

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

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

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

Методи емпіричного (експериментального) дослідження.

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

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

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

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

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

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

Частіше усього це зварні (паяні) з'єднання, через які дослідник прямо або не прямо отримує необхідну йому інформацію про процес, що вивчається.

Дана дисципліна уділяє значну увагу методам експериментального дослідження зварних і паяних з'єднань.

Вибір методу експериментального дослідження буде залежати від багатьох факторів:

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

Прикладами напрямків можуть бути:

- розробка та дослідження джерел енергії при зварюванні, які в свою чергу можуть відноситися до:
 - термічних;
 - термічних не дугових джерел енергії;
 - термопресових процесів;
 - пресово-механічних процесів;
- розробка питань, що відносяться до теорії дугового розряду або інших джерел енергії;
 - теплових процесів при зварюванні;
 - термодформаційних процесів при зварюванні;
 - металургійних процесів при зварюванні;
 - дослідження здатності металів та неметалів до зварювання;
 - кристалізації металу шва та технологічної міцності зварних з'єднань та інші.

Велика кількість напрямків досліджень визначає і різноманітність методів експериментального дослідження процесів зварювання.

1.5.4 Методи експериментального дослідження процесів зварювання

При експериментальному дослідженні процесів зварювання на практиці використовується достатньо широка гамма напрямків наукових досліджень та методів, що визначається різноманітністю цілей, задач, що вирішуються.

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

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

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

3. Методи дослідження тонких шарів поверхні та структури. Об'єктами досліджень є спеціально приготовлені зразки, злами зварних і паяних з'єднань. Найбільше використання отримали: мікроскопія, рефрактометрія, рефлектометрія, спектроскопія, оже-спектроскопія, радіоспектроскопія, рентгенографія, радіографія тощо.

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

- **інтерференційний** – оптичний мікроскоп для спостереження прозорих об'єктів по методу інтерференційного контрасту (може, використовуватися, наприклад, для дослідження залишкових напружень в нероз'ємних з'єднаннях з прозорих скла та ситалів, які отримані зварюванням та паянням);

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

- **металографічний** – оптичний мікроскоп для спостереження різноманітних поверхонь в світлі, що відбивається, та використовується для дослідження мікроструктури з'єднань, які отримані зварюванням або паянням;

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

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

- **поляризаційний** – оптичний мікроскоп, який використовує зміни в поляризації світла, що пройшло крізь об'єкт або відбилося від нього;

- **проекційний** – оптичний мікроскоп, який призначено для проектування зображення мікроскопічних об'ємів;

- **ультрафіолетовий** – мікроскоп для дослідження мікрооб'ємів в ультрафіолетових променях;

- **електронний** – мікроскоп, у якому для отримання зображення використовують пучок електронів.

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

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

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

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

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

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

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

Рентгенографія – сукупність методів дослідження фазового складу та побудови речовини, які засновані на вивченні розсіювання рентгенівського випромінювання.

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

- **рентгеноструктурний аналіз**, який дозволяє дослідити структуру речовини та засновано на дифракції рентгенівських променів;

- **рентгеноспектральний аналіз** – дозволяє визначити хімічний склад речовини по характеристичному рентгенівському спектру його атомів;

- **спектральний аналіз** – для визначення хімічного або ізотопного складу речовини шляхом аналізу його спектрів;

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

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

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

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

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

6. Методи для дослідження напружено-деформаційного стану зварних з'єднань та конструкцій. Ці методи поділяють на:

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

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

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

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

1.5.6 Аналіз погрішності апаратури та методу досліджень

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

При проведенні дослідів необхідно фіксувати як кількісні, так і якісні ознаки. Кількісні ознаки – основа для наступної математичної обробки експерименту. В основі кількісної ознаки лежить вимірювання – визначення фізичної величини дослідницьким шляхом за допомогою спеціальних технічних засобів. Основні метрологічні показники вимірювальних приладів: діапазон вимірювань, ціна поділки, погрішність вимірювання,

збіжність результатів вимірювань та здатність їх до відтворення, чутливість та точність вимірювань. Величина того або іншого параметру, що отримана, в результаті проведення досліду завжди випадкова величина, яка відрізняється від істинного значення. Отримане відхилення – погрішність спостереження, яке теж є випадковою величиною. Розрізняють: погрішність вимірювального приладу та погрішність результату вимірювання.

Погрішність вимірювальних приладів може бути пов'язана з:

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

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

Погрішність реального результату містить помилки:

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

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

1.5.7 Вибір засобів обробки експериментальної інформації

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

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

У загальному випадку методи обробки результатів експерименту поділяють на:

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

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

1.5.8 Ефективність проведення дослідів, витрат часу та заходів

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

2 Методи дослідження поверхні

В основі процесів зварювання та паяння лежать топохімічні реакції, тобто реакції на поверхнях твердих тіл та між поверхнями тіл, що з'єднуються. Тому на отримання якісного нероз'ємного з'єднання (паянням, термокомпресійним зварюванням, дифузійним зварюванням у вакуумі, в електростатичному полі тощо) важливу роль відіграє стан поверхні:

- мікросоротккість;
- якість очищення поверхонь, що зварюються;
- фізико-хімічні властивості поверхні та приповерхневого шару матеріалів, що зварюються.

2.1 Дослідження мікросоротккості поверхні

При деяких процесах зварювання (дифузійне у вакуумі, в електростатичному полі тощо) мікросоротккість поверхонь (рисунок 2.1), що зварюються, чинить значний вплив на якість зварного з'єднання. Так, наприклад, при зварюванні в електростатичному полі (ЗЕП), мікросоротккість поверхні діелектрика, що зварюється, повинна бути $R_a \leq 0.02$ мкм – оптичне полірування. Якщо ця умова не виконується, то отримання якісного зварного з'єднання неможливо і в багатьох випадках зварювання заготовок взагалі не відбувається.

Менш важливу, але теж достатньо вагому роль, відіграє мікросоротккість поверхні при дифузійному зварюванні у вакуумі. У даному випадку мікросоротккість поверхні повинна становити не менше 6 – 7 класу шорсткості (R_a складає 1 – 3 мкм), що відповідає обробці поверхні шліфуванням.

У загальному випадку мікросоротккість поверхні відповідає за отримання фізичного контакту при зварюванні в твердій фазі.

Основні параметри шорсткості поверхні твердого тіла наведені нижче.

1. R_a – середнє арифметичне відхилення профілю, мкм;

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

де l – довжина базової лінії $m-m$;

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

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

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

або

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

В загальному випадку величина R_z складає 10 – 300 мкм (1 – 5 класи шорсткості) та 0.025 – 0.1 мкм (13 – 14 класи шорсткості), а величина R_a складає 0.02 – 3 мкм (6 – 12 класи шорсткості), тобто для отримання якісного зварного з'єднання при зварюванні в електростатичному полі потрібно поверхню твердого тіла, що зварюється, обробляти поліруванням та суперфінішуванням (не менше 12 класу шорсткості).

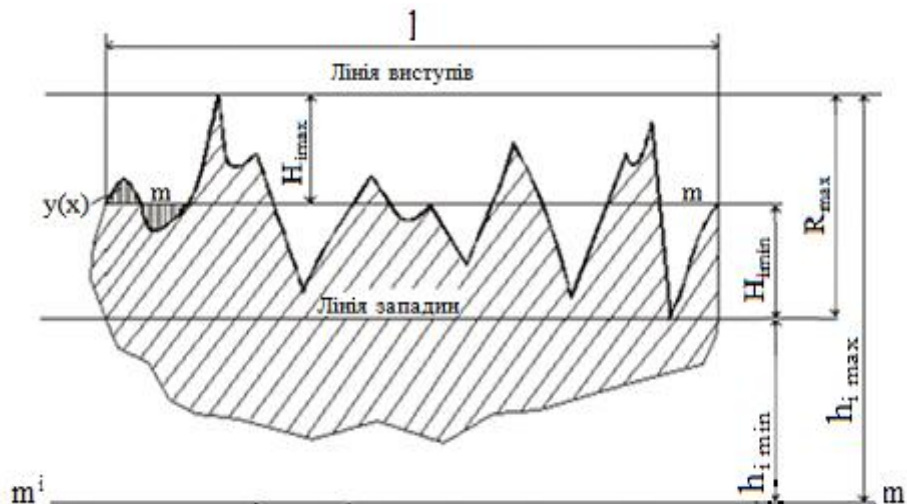


Рисунок 2.1 – Профіль мікрощорсткості поверхні твердого тіла (профілограма)

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

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

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

1) цифрове відображення інформації на електронному табло у вигляді величини параметру, що вимірюється, наприклад, R_a ;

2) шляхом запису профілограми у прямокутній системі координат.

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

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

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

Технічні дані профілографа-профілометра типу А1 моделі 252:

1) параметри шорсткості поверхні, що відображаються на електронному табло:

R_a , мкм;

H_{max} , мкм – висота найбільшого виступу профілю, яка відраховується відносно базової лінії $m-m$;

H_{min} , мкм – глибина найбільшої западини профілю, яка відраховується відносно базової лінії $m-m$;

t_p , % – відносна опорна довжина профілю;

n – кількість кроків нерівностей в межах довжини траси ощупування при вимірюванні (по базовій лінії);

2) вид приладу, що реєструє (що записує) – прилад з електротермічним записом у прямокутній системі координат;

3) діапазон вимірювання:

профілографа, мкм – 0.02...250;

профілометра за параметрами:

R_a , мкм – 0.02...100;

H_{max} , H_{min} , мкм – 0.1...100;

t_p , % – 0...100;

n – до 1000;

4) вертикальне збільшення профілографа – 200; 500; 1000; 2000; 5000; 10000; 20000; 50000; 100000;

5) горизонтальне збільшення профілографа – 0.5; 1; 2; 5; 10; 20; 50; 100; 200; 500; 1000; 2000;

б) основна приведена погрішність, %:

а) вертикальне та горизонтальне збільшення профілографа:
межа допустимої систематичної складової – 2.5;

межа допустимого систематичного середньоквадратичного відхилення випадкової складової – 0.6;

б) профілометра:

межа допустимої систематичної складової при виміру:

R_a – 5;

H_{max} , H_{min} , t_p , n – 15;

межа допустимого систематичного середньоквадратичного відхилення випадкової складової при вимірюванні:

R_a – 1;

H_{\max} , H_{\min} , t_p , – 4;

- 7) максимальна довжина траси ощупування профілографа, мм – 50;
- 8) ширина запису, мм – 50;
- 9) швидкість трасуючого датчика, мм·хв⁻¹ – 0.6; 6; 60;
- 10) довжина траси ощупування профілометра, мм – 1.5; 3; 6;
- 11) зусилля на голку для ощупування, Н – 0.016;
- 12) рід струму мережі для живлення приладу – змінний;
- 13) напруга живлення, В – 220 ± 10% ;
- 14) частота напруги живлення, Гц – 50;
- 15) споживана потужність, Вт – 100;
- 16) маса приладу, кг – 117.

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

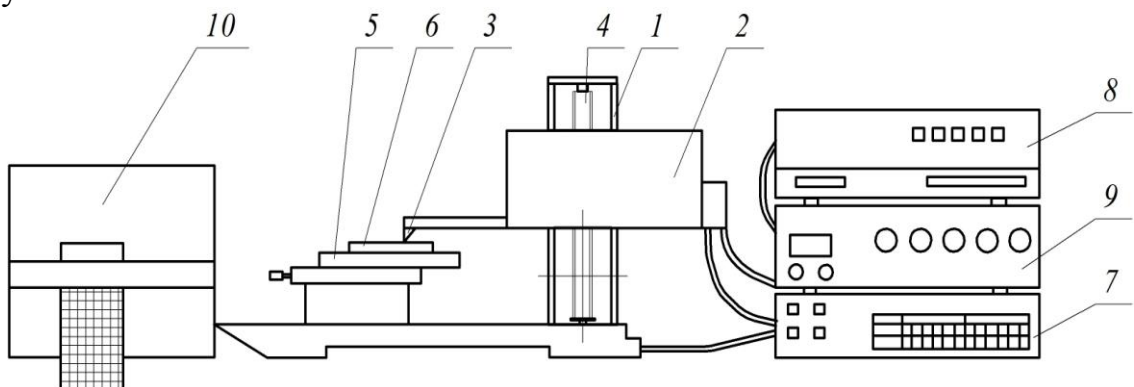


Рисунок 2.2 – Профілограф-профілометр типу А1 моделі 252

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

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

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

призначений для запису на діаграмну стрічку результатів вимірювання шорсткості поверхні, що досліджується.

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

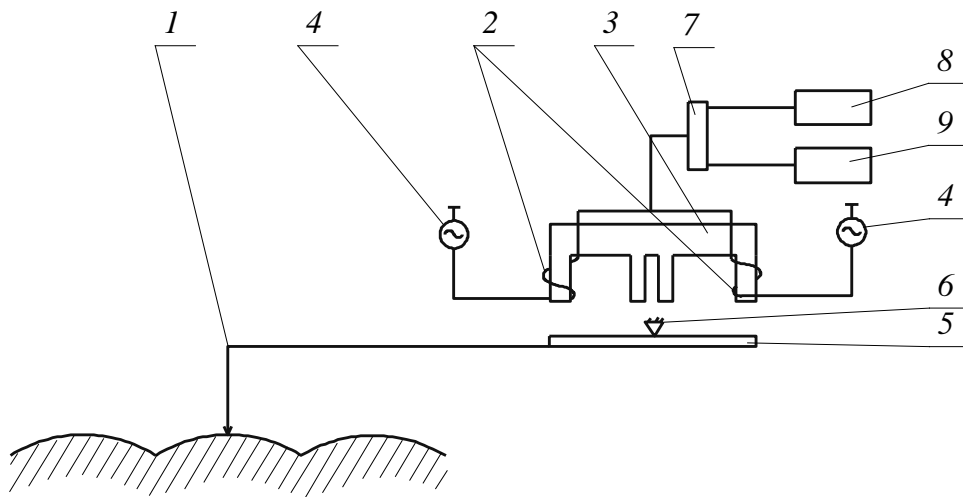


Рисунок 2.3 – Принципова схема профілографа-профілометра типу А1 моделі 252

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

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

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

2.2 Дослідження якості очищення поверхонь, що зварюються

Якість очищення поверхонь, що зварюються, має особливо велике значення при використанні прецизійних методів зварювання, наприклад, таких як дифузійне зварювання в вакуумі, зварювання в електростатичному полі тощо.

Практичне використання різних методів визначення якості очищення поверхонь, що зварюються, показало, що для отримання достовірних, повноцінних результатів необхідно застосувати в експерименті декілька методів (тобто три, чотири і т.д.) для вирішення поставленої задачі. Особливо, це важливо при зварюванні та паянні таких матеріалів, як скло, ситали, кераміки, де при очищенні відбувається не тільки віддалення з поверхні бруду, а й розтравлення її. Все це призведе до зменшення міцності зварного з'єднання.

Для визначення якості очищення поверхонь, що зварюються в твердій фазі, необхідно використовувати комплекс критеріїв, наприклад:

- здатність поверхні матеріалу після очищення до змочування дистильованою водою, методом розриву водної плівки, де визначається час розриву водної плівки t_p [10];
- здатність поверхні матеріалу після очищення до змочування дистильованою водою, яке визначається по крайовому куту змочування $\theta_{ш}$, методом лежачої краплі [11];
- зміна ваги зразків, забруднених контрольованим складом, до та після очищення (ΔM);
- візуальний огляд контрольованої поверхні неозброєним оком та за допомогою мікроскопа МБС-9 (x16, x100);
- зміна мікрошорсткості (для виявлення залишкового забруднення на контрольованій поверхні та можливого її розтравлення хімічними розчинами).

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

Оцінка здатності поверхні матеріалу після очищення до змочування дистильованою водою за методом розриву водної плівки проводиться шляхом визначення часу t_p через який відбудеться руйнування водної плівки на поверхні зразка після його занурення у дистильовану воду (добре очищення, коли водна плівка не руйнується на протязі 60 с та більше після витягнення зразка з води).

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

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

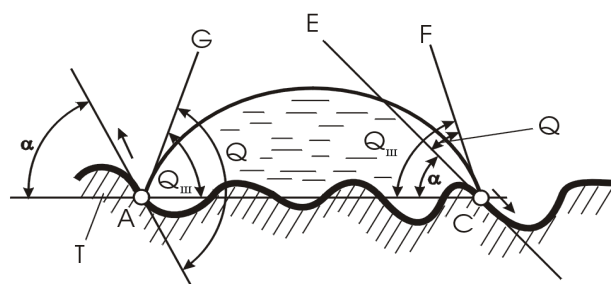


Рисунок 2.4 – Капля на шорсткій твердій поверхні

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

Макроскопічний крайовий кут змочування $\theta_{ст}$ (у подальшому просто крайовий кут) завжди відраховується від дотичної AG (рисунок 2.4) в сторону рідини. Вершина крайового кута знаходиться в точці А.

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

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

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

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

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

При визначенні зміни ваги зразків до та після очищення вимір ваги можна проводити на рівноплечих вагах моделі ВЛР-200 з, які мають ціну

поділки шкали 1 мг, ціну поділки ділильного приладу – 0.05 мг, погрішність виміру маси по шкалі – не більш 0.15 мг.

Ефективність очисної дії миючого засобу оцінюється параметром ΔM :

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

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

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

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

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

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

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

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

Про якісне очищення поверхні зразків можуть свідчити наступні результати:

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

2.3 Дослідження фізико-хімічних властивостей поверхні та приповерхневих шарів

Знання фізико-хімічного складу та окислювально-відновних властивостей поверхонь, що зварюються, дозволяє спрогнозувати

імовірність утворення монолітного з'єднання кераміки, скла, ситалів з металами та між собою і поліпшувати якість зварного з'єднання. Наприклад:

1) у загальному випадку максимальна адгезія між поверхнями при зварюванні неметалів буде у тому разі, коли має місце сильна взаємодія кислота-основа [12];

2) при ЗЕП в повітряному прошарку між поверхнями, що з'єднуються, під час утворення фізичного контакту велика імовірність виникнення в мікропустотах електричних розрядів. В цих зонах, як правило, будуть непровари, а то і повна відсутність утворення монолітного з'єднання. В цьому, і в багатьох інших випадках, важливо знати фізичні характеристики поверхні, наприклад, роботу виходу Φ електронів з поверхні матеріалу, що зварюється.

Властивості поверхні та приповерхневих шарів можна поділити на дві групи:

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

Механічна обробка поверхонь, як правило, веде до їх наклепу. Очищення поверхонь, що зварюються, може привести до їх розтравлення і, як наслідок, до збільшення мікрошорсткості, зміни фізико-хімічного складу і зміни окислювально-відновних властивостей (наприклад, поверхня оксиду кремнію в результаті впровадження іонів алюмінію набуває кислотних властивостей, оксид кремнію стає більш кислим).

Зміна механічних властивостей, хімічного складу поверхні та приповерхневих шарів, як правило, веде до погіршення якості зварних швів.

Для попереднього дослідження властивостей поверхні твердих тіл можна використовувати метод крайового кута змочування. Крайовий кут змочування поверхні твердого тіла залежить від багатьох факторів: природи матеріалу, на який нанесено краплю, попередньої хімічної обробки поверхні, мікрошорсткості поверхні, ступеня забрудненості поверхні, величини краплі, часу вимірювання крайового кута змочування після нанесення краплі на поверхню, ступеня кислотності (основності) поверхні тощо. Так, використання крайового кута змочування дозволяє оцінити ступінь кислотності (основності) поверхні твердого тіла, шляхом нанесення кислих (основних) рідин на поверхню твердого тіла [12] – це якісний метод дослідження.

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

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

На практиці найбільше використання знайшли якісно-кількісні методи визначення властивостей поверхні та твердого тіла в цілому. До таких методів відносять:

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

Розглянемо методи, що можуть використовуватися для дослідження поверхонь та приповерхневих шарів за схемою:

- фізична сутність методу;
- принцип роботи обладнання;
- галузі застосування методу, в тому числі і дослідженні процесів зварювання.

2.3.1 Емісійні методи аналізу

На практиці використовуються наступні емісійні методи аналізу поверхні:

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

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

- атомної та електронної структури твердого тіла в об'ємі і на поверхні;
- структурного та фізико-хімічного стану поверхні твердого тіла;
- дефектів структури поверхні;
- природи та кількості адсорбованих домішок (наприклад, кисень, галогени, метали з Φ більшою, ніж Φ основи, збільшують роботу виходу);
- атомного радіусу;
- атомного номеру;
- першого потенціалу іонізації атома;

- коефіцієнта стиснення;
- енергії кристалічної решітки;
- електронегативності;
- теплоти адсорбції;
- енергії міжатомної взаємодії;
- енергії високотемпературного окислення [5].

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

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

еталонного стану поверхні.

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

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

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

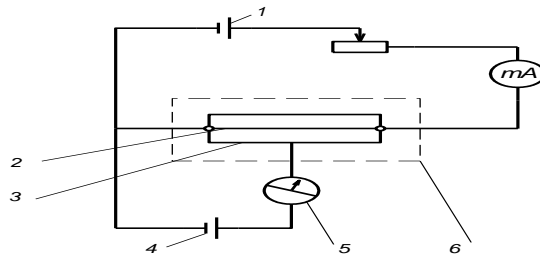
Різні ТЕП мають у більшості однаковий принцип вимірювання струму, однак відрізняються:

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

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

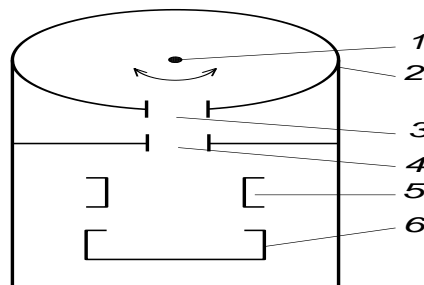
Потік електронів (термоелектронний струм) з катоду до аноду вимірюється гальванометром 5. Струм насичення визначають по графіку залежності струму емісії від різниці потенціалів між катодом та анодом (ВАХ).

На рисунку 2.6 зображена принципова схема приладу для вимірювання роботи виходу монокристалів. Електрони, які проходять через щілини 3, 4, що колимують (для отримання паралельного променя), збираються на позитивно зарядженому колекторі 6. Електрод 5 має негативний потенціал відносно колектора і служить для усування вторинних електронів. Монокристалічний дротик 1 легко повертається, щоб можна було виміряти ϕ на різних кристалічних гранях.



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

Рисунок 2.5 – Принципова електрична схема приладу для вимірювання термоелектронного струму



1 – катод (зразок); 2 – концентричний анод;
3, 4 – щілини, що колимують;
5 – електрод; 6 – колектор електронів

Рисунок 2.6 – Принципова схема приладу для вимірювання роботи виходу монокристалів

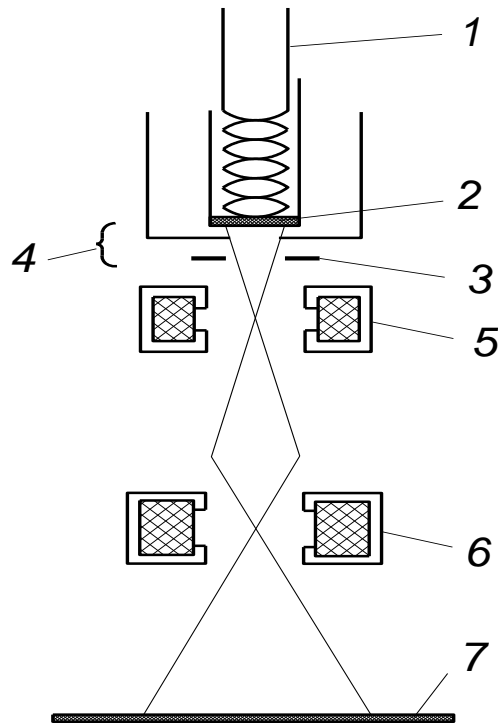
Метод термоелектронної мікроскопії. Метод термоелектронної мікроскопії (ТЕЕМ) має багато спільного з електронною мікроскопією, але відрізняється тим, що:

- при ТЕЕМ зразок служить джерелом електронів, які формують зображення його поверхні;

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

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

Принципова схема ТЕЕМ зображена на рисунку 2.7.



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

Рисунок 2.7 – Принципова схема термоелектронного емісійного мікроскопа

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

Нагрів зразків можна проводити:

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

До складу ТЕЕМ входить катодна лінза, у якої катодом є сам зразок. Електрони прискорюються і монохроматизуються за допомогою електричного поля, яке створюється між катодом і анодом. Катодна лінза колимує, фокусує промінь електронів та є об’єктивом мікроскопу й визначає його основні оптичні параметри. Оптичне роздільня ТЕЕМ становить 50 – 100 *нм* (збільшення ділянки поверхні, що досліджується). Удосконалення

оптичної системи дозволить наблизитися до роздільної здатності 10 – 15 нм (теоретичне значення).

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

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

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

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

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

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

На КРП впливає:

- температура;
- поверхневі рівні енергій;
- прошарки різних речовин на поверхні;
- адсорбовані гази;
- зміна рівней Фермі в результаті введення домішок.

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

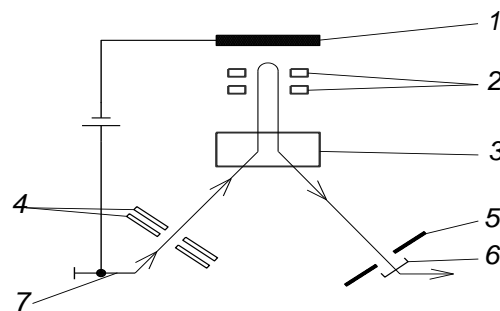
- дослідження природи адсорбції різних речовин на поверхні твердого тіла;
- дослідження механізму окислення;
- корозійних процесів;
- каталітичної здатності різних за своєю природою поверхонь;

- визначення антифрикційних властивостей конструкційних матеріалів;
- визначення мастильних та адгезійних властивостей різних речовин;
- визначення властивостей мастил в процесі їх експлуатації.

Вимірювання КРП проводиться різними методами:

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

Прилади для вимірювання КРП. Різноманітність методів вимірювання КРП визначає велику кількість відповідних приладів. За допомогою метода КРП визначення φ по поверхні з розділенням до 8 нм проводять за допомогою мікроскопів з електронним дзеркалом (рисунки 2.8), де в електронній гарматі 4 використовується напруга прискорення 7.5 кВ.



- 1 – зразок, що досліджується; 2 – об'єктив;
 3 – магнітна призма, що збирає; 4 – електронна гармата;
 5 – люмінесцентний екран; 6 – колектор відбитих електронів;
 7 – катод

Рисунок 2.8 – Принципова схема мікроскопа з відбитим пучком електронів

Прискорений пучок електронів після проходження через магнітні лінзи, що збирають, проникає в зону рівномірного поля, де знаходиться зразок, що досліджується, та діє потенціал, що затримує.

При негативному значенні потенціалу, що затримує, електрони відбиваються не досягнувши поверхні зразка. При позитивному значенні – пучок електронів співударяється з поверхнею. Пучки електронів, що падають та відбиваються, розділяються призмою 3. Електрони, що відбиваються, досягають проекційної лінзи, яка і дає збільшення зображення на екрані 5. По зміні струму пучка електронів визначають зміну φ зразка.

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

Кількісною характеристикою процесу П є її ступінь:

$$\alpha = \frac{n^+}{n^0} = A^+ \exp[e(\varphi - U_i)/kT], \quad (2.6)$$

де n^+ та n^0 – потоки відповідних іонів та нейтральних частинок, що мають однаковий хімічний склад, та які одночасно десорбують;

A^+ – відношення статичних сум для станів позитивного іона та нейтрального атома для тієї ж температури;

U_i – потенціал іонізації атомів, що падають на поверхню;

T – температура поверхні.

Рівняння (2.6) відповідає стану термодинамічної рівноваги взаємодіючих частинок з поверхнею при відсутності поля, що прискорює.

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

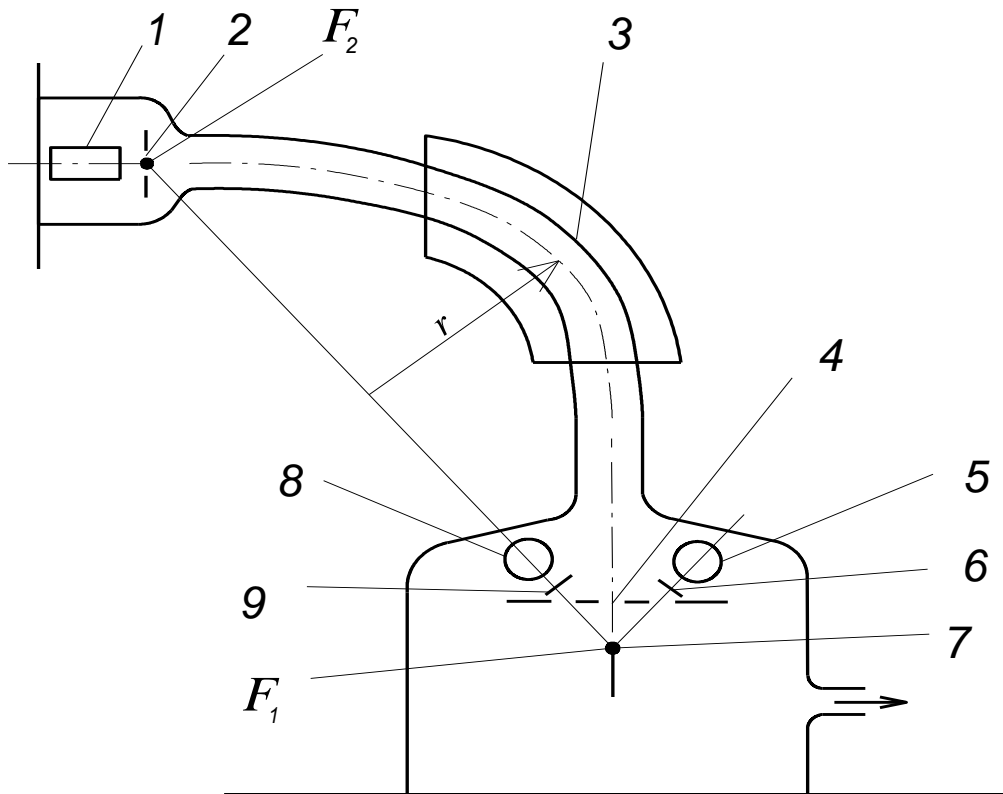
Метод П використовують для:

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

Для виміру іонних потоків по методу П використовують мас-спектрометри, які забезпечують можливість проконтролювати склад та величину власної термоіонної емісії зразків, а також ступінь чистоти атомних та молекулярних потоків, що досліджуються; розділити іони по відношенню маси до заряду частинок (m/g); вивчити спільну поверхневу іонізацію декількох елементів.

В приладах такого типу (рисунок 2.9) в одному з фокусів F_1 мас-аналізатора розташовано емітер 7 і вхідна щілина 4. В другому фокусі F_2 знаходиться вихідна щілина 2, за якою встановлено колектор іонів 1. Між

заземленим електродом з щілиною 4 і емітером подається різниця потенціалів, що прискорює іони.



1 – колектор іонів; 2 – вихідна щілина;
 3 – магнітний мас-аналізатор; 4 – вхідна щілина; 5, 8 – випаровувачі;
 6, 9 – заслінки; 7 – емітер

Рисунок 2.9 – Принципова схема секторного магнітного мас-спектрометра для виміру поверхневої іонізації

В поперечному магнітному полі мас-аналізатора 3 з кутом відхилення іонного пучка 90^0 відбувається поділ загального іонного потоку по m/g з роздільною здатністю, яка приблизно дорівнює P :

$$P = \frac{r}{d_1 + d_2}, \quad (2.7)$$

де r – радіус кривизни середньої траєкторії іонів в мас-аналізаторі;
 d_1, d_2 – відповідно ширина щілин 4 та 2 в фокальних площинах.

Атомні та молекулярні пучки, які перекривають окремими заслінками 6 та 9, направляють на емітер, який складається з незалежних випаровувачів 5 та 8.

Метод термічної десорбції. В основі метода термічної десорбції (ТД), який ще має назву метода “спалаху”, лежить явище випаровування у вакуум з поверхні металів адсорбованих газів. У простішому випадку цього методу інформацію про процеси ТД отримують із аналізу залежностей тиску в замкнутому об’ємі від температури зразка.

Баланс газу в об’ємі V та на поверхні зразка площею S в процесі спалаху описується рівнянням:

$$-\frac{dN_q}{dt} = \frac{1}{skT_0} \left[V \frac{dp}{dt} + S \Delta p \right], \quad (2.8)$$

де N_q – кількість частинок;
 T_0 – початкова температура;
 S – швидкість відкачування;
 $\Delta p = p - p_0$ (p_0 – початковий тиск).

Швидкість десорбції залежить від швидкості нагріву, чим більша швидкість нагріву, тим більша швидкість десорбції. В такому випадку швидкість десорбції можна розрахувати за рівнянням Арреніуса:

$$-\frac{dN_q}{dt} = N_q^n C_0 \exp\left(-\frac{E_0}{kT}\right), \quad (2.9)$$

де C_0 – постійна швидкість десорбції;
 E_0 – енергія активації десорбції;
 n – порядок поверхневої реакції виникнення десорбованих частинок, наприклад $n = 2$ – два адсорбованих атома, які десорбували у вигляді двоатомної молекули.

Тобто між характером кривих $\Delta p(t)$ та нагрівом $T(t)$ є певна залежність (рисунок 2.10) при заданих значеннях C_0 , E_0 , n та S .

При великих швидкостях нагріву зразка спалах відбувається за малі долі секунди і величиною $S \Delta p$ (газом, який відкачується з об’єму за час спалаху) з рівняння (2.8) нехтують. Тобто швидкість десорбції прямо пропорційна наростанню тиску газу в об’ємі V . При дуже великих швидкостях відкачування S рівняння (2.8) приймає вигляд:

$$-\frac{dN_q}{dt} = \frac{1}{skT_0} \Delta p. \quad (2.10)$$

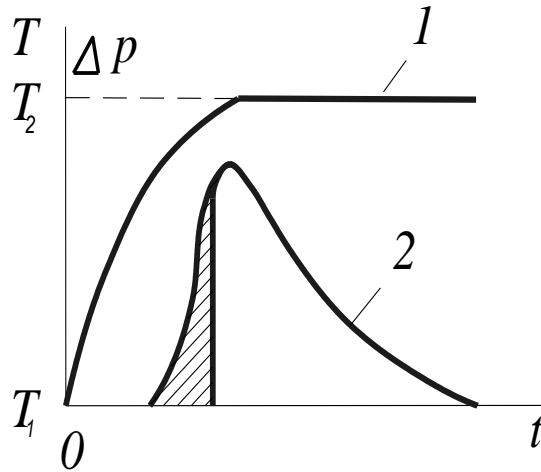


Рисунок 2.10 – Криві нагріву 1 та десорбції 2

З (2.10) випливає, що швидкість десорбції змінюється протягом спалаху пропорційно швидкості зміни тиску Δp газу, що десорбує, в об'ємі v .

Кількість молекул N_o , які десорбували з 1 см^2 за час t з початку спалаху визначають за формулою:

$$N_o(t) = N_1 - N_q(t) = \frac{1}{skT_o} (v\Delta p + S \int_0^t \Delta p dt), \quad (2.11)$$

де N_1 – число адсорбованих частинок до десорбції.

Величина інтегралу в рівнянні (2.11) дорівнює площі, що заштрихована на рисунку 2.10. При відомій швидкості відкачування по формулі (2.11) та кривій десорбції визначається N_o для будь-якого часу t від початку спалаху. При $t = \infty$ формула (2.11) переходить в (2.12):

$$N_{o\infty} = N_1 - N_2 = \frac{S}{skT_o} \int_0^{\infty} \Delta p dt, \quad (2.12)$$

де N_2 – число адсорбованих частинок після десорбції.

При достатньо високій температурі T_2 та $N_2 = 0$ за формулою (2.12) розраховують повне число адсорбованих на поверхні зразка молекул перед спалахом.

Метод ТД дозволяє визначити:

– енергію зв'язку адсорбованих молекул та атомів (або енергію активації адсорбції);

- абсолютну величину покриття поверхні адсорбованими речовинами;
- порядок кінетики процесу адсорбції.

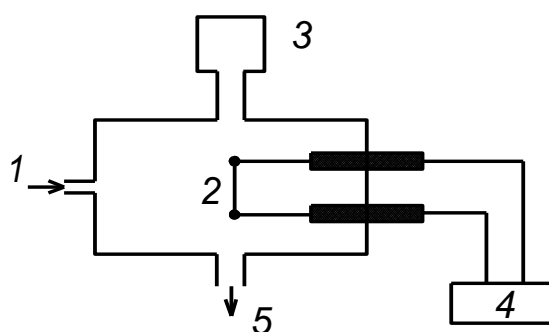
Чутливість методу при реєстрації продуктів десорбції досягає 10^{-5} моношарового покриття адсорбенту, який десорбує у вигляді газу, та 10^{-3} моношарового покриття адсорбенту, який десорбує у вигляді конденсованої речовини при площі поверхні адсорбенту близької до 0.1 см^2 . Найбільш ефективними галузями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

Прилади для використання методу ТД. Схема простішого приладу для використання методу ТД зображена на рисунку 2.11.

Дротяний або стрічковий зразок нагрівається у вакуумі по заданій програмі шляхом пропускання електричного струму від джерела напруги 4. Характеристика десорбції вимірюється за допомогою датчика тиску 3 в якості якого використовуються іонізаційні манометри або мас-спектрометри. Вакуумна апаратура повинна забезпечувати вакуум не нижче ніж $1.33 \cdot 10^{-7} \text{ Па}$.

Прилади з іонізаційними манометрами служать для вивчення адсорбції тільки простих газів. Прилади з використання мас-спектрометрів більш сучасні і дозволяють вимірювати парціальні тиски суміші газів, які десорбували та встановити хімічну природу частинок, що десорбували. Вони дозволяють також проводити кількісну оцінку продуктів десорбції, як у нестационарному режимі (метод спалаху), так і у стаціонарному режимі (метод постійного потоку).

Дротяний або стрічковий зразок нагрівається у вакуумі по заданій програмі шляхом пропускання електричного струму від джерела напруги 4. Характеристика десорбції вимірюється за допомогою датчика тиску 3 в якості якого використовуються іонізаційні манометри або мас-спектрометри. Вакуумна апаратура повинна забезпечувати вакуум не нижче ніж $1.33 \cdot 10^{-7} \text{ Па}$.



- 1 – напуск газу; 2 – зразок;
 3 – датчик тиску; 4 – джерело напруги;
 5 – відкачування газу

Рисунок 2.11 – Схема приладу для використання методу ТД

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

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

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

По характеру стимулюючих факторів розрізняють фотостимулюючу ЕЕЕ та термостимулюючу ЕЕЕ. На практиці часто використовують одночасно світлове та теплове збудження. ЕЕЕ без додаткових збуджуючих факторів називають „темною” емісією.

Після збудження поверхні зразка ЕЕЕ при постійній температурі струм швидко затухає (як правило по гіперболічному закону (2.13)):

$$n_e = \frac{1}{t}, \quad (2.13)$$

- де n_e – число екзоелектронів, що емітували за 1 с;
 t – час, який пройшов після збудження зразка, с.

Затухання процесу ЕЕЕ залежить від:

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

Важливою характеристикою ЕЕЕ є енергія екзоелектронів, яка не велика і дорівнює від десятих часток до кількох електрон-вольт. Механізми багатьох процесів, які приводять до ЕЕЕ ще не повністю вивчені. В той же час ЕЕЕ має високу структурну чутливість, що дає широкі можливості для застосування методу екзоелектронної емісії для вивчення та контролю без руйнування ряду фізичних та фізико-хімічних явищ.

Найбільш перспективні галузі застосування методу ЕЕЕ є:

- тертя;
- спрацювання;
- пластична деформація;
- адсорбція;
- десорбція;
- втомне руйнування;
- окислення;

- корозія;
- гетерогенно-католітичні реакції;
- радіаційні порушення;
- структурні та фазові перетворення.

Прилади для використання методу ЕЕЕ. В залежності від об'єкту та задач досліджень чи контролю, вимог до складу та тиску атмосфери в камері для вимірювання, конструкції приладів та схеми вимірювання струмів ЕЕЕ можуть бути різні. Так як струми ЕЕЕ малі ($10^{-16} - 10^{-19}$ А) і їх вимірюють в режимі підрахунку окремих електронів, то в якості колекторів використовують газонаповнені лічильники відкритого типу чи вторинно-електронні помножувачі.

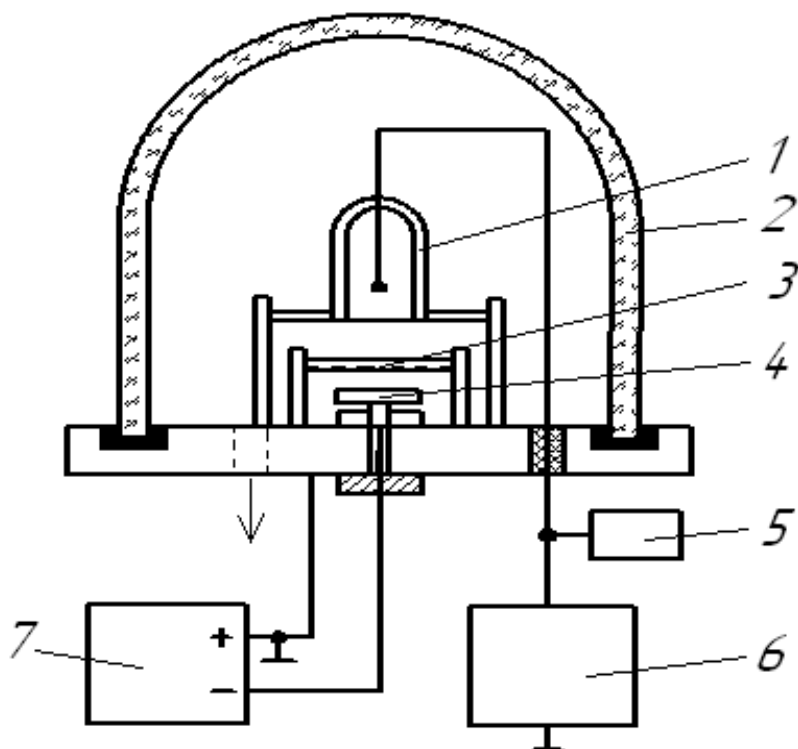
В якості робочої суміші в газонаповнених лічильниках використовують: гелій, аргон, водень з невеликою добавкою метану чи парів етилового спирту.

Лічильники відкритого типу простіші, мають можливість швидкої підготовки до роботи, але можуть використовуватися тільки для зняття кривих затухання та отримання якісних характеристик процесу, що досліджується.

Для вилучення впливу повітря на вимірювання струму ЕЕЕ лічильник попередньо відкачують до глибокого вакууму, а потім наповнюють сумішшю газів, склад яких може суттєво вплинути на величину струму, що вимірюється. Шкідливий вплив повітря та робочих газів усувають за допомогою торцевого лічильника з відкритим вікном, який розташовують в камері зі зразком.

Схема приладу для використання методу ЕЕЕ зображена на рисунку 2.12. В приладі (для дослідження ЕЕЕ з поверхні деформованих металів у вакуумі) торцевий лічильник 1 з мінімальною товщиною слюдяної фольги, яка закриває вікно, знаходиться під скляним вакуумним ковпаком 2. Під вікном лічильника розміщена сітка 3 з нікелю, під якою на підставці 4 закріплюється зразок. Між сіткою та зразком прикладають напругу, яка необхідна для прискорення екзоелектронів. Екзоелектрони, отримавши необхідну енергію, проходять скрізь фольгу і попадають в лічильник. Напругу на сітку та лічильник подають від високостабілізованих джерел живлення 6 та 7.

Чутливість вимірювання струму ЕЕЕ суттєво підвищується при дії на поверхню оптичного випромінювання. В якості джерел стимулюючого освітлення часто використовують ультрафіолетові лампи в комбінації з монохроматорами чи інтерференційними світлофільтрами, для яких довжина хвиль лежить в межах 200 – 350 нм.



1 – торцевий лічильник; 2 – скляний вакуумний ковпак; 3 – сітка;
4 – підставка зі зразком, що досліджується; 5 – перерахунковий
прилад; 6, 7 – джерела живлення

Рисунок 2.12 – Схема приладу для дослідження ЕЕЕ

Методи автоелектронної емісії. Автоелектронна емісія (АЕЕ) виникає, коли емітер знаходиться у зовнішньому електричному полі високої напруженості $10^7 - 10^8 \text{ В} \cdot \text{см}^{-1}$. Емісія електронів у даному випадку є результатом тунельного проходження електронів твердого тіла крізь потенційний бар'єр на границі поверхня – вакуум і відбувається без енергетичних втрат на збудження електронів, які мають місце при інших видах емісії.

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

Найбільше використання знайшли наступні методи діагностики поверхні металів та напівпровідників:

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

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

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

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

Прилади для використання методу АЕЕ. В залежності від об'єкту та задач досліджень конструкції приладів та схеми вимірювання струмів АЕЕ можуть бути різні:

- прилади для вимірювання автоелектронної роботи виходу;
- автоелектронні спектрометри для вимірювання енергорозподілення автоелектронів;
- зображення поверхні в автоелектронах в електронних проекторах (ЕП).

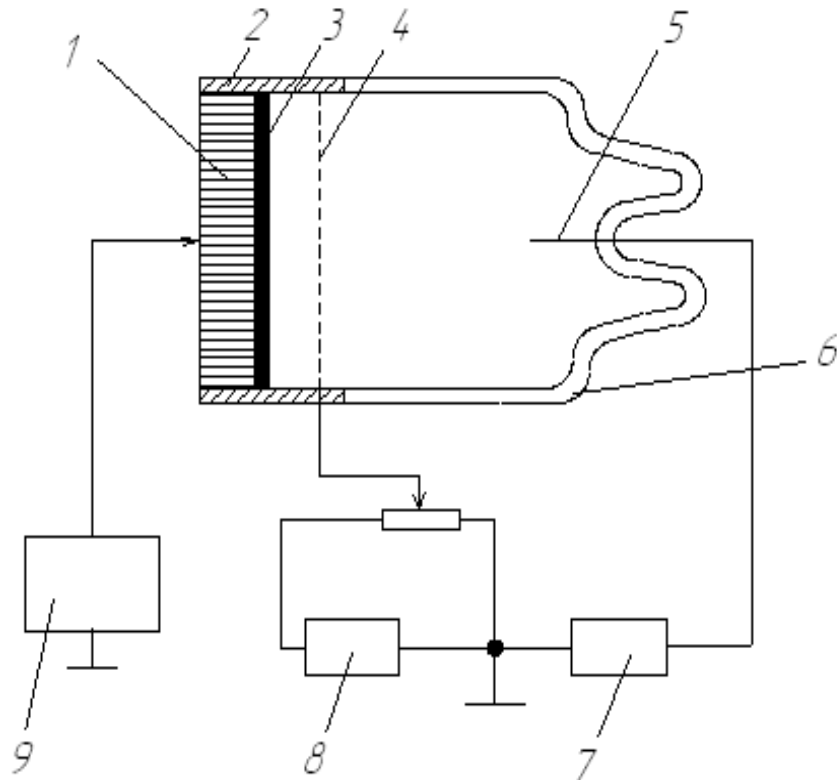
Один з приладів для зображення поверхні в автоелектронах наведено на рисунку 2.13. Це ЕП з колектором, в якості останнього використовується металоволоконна шайба діаметром 70 мм. Вона представляє собою сукупність правильно розміщених паралельних коварових введів діаметром 0.1 мм, які ізольовані один від одного склом. Відстань між окремими вводами дорівнює приблизно 0.2 мм.

Анодом служить вольфрамова сітка 4 з нікелевим покриттям, яка приварена до коварового кільця. Сітка розміщена від шайби на відстані 0.8 – 1 мм і на внутрішню поверхню якої нанесено люмінофор 3.

Для вимірювання струму із заданої ділянки шайби (центру визначеної грані вістря 5) з'єднуються усі вводи. Струм, що фіксується, є сумарним струмом усіх введів ділянки. По величині струму визначають його густину на ділянці вводу з відомою площею і електронною прозорістю системи сітка-шайба. Особливість пристрою у тому, що можливо отримувати зображення на електронно-чутливому папері за допомогою контактного експонування і, таким чином, більш точно індукувати грані монокристалу. Для стримування вторинної електронної емісії з сітки та екрану на сітку подається напруга зміщення, яка дорівнює 300 В, при напрузі, що прискорює, 6 кВ.

Іскрова мас-спектроскопія. В основі методу іскрової мас-спектроскопії (ІМС) лежить явище розпилення та іонізації речовини у вакуумі в результаті дії електричного іскрового розряду. Якщо поміж двома електродами у вакуумі прикласти високу напругу (25 – 100 кВ), то на мікронерівностях катоду виникають локальні поля великої напруженості

(наприклад, $5 \cdot 10^6 \text{ Вт} \cdot \text{см}^{-1}$). В залежності від чистоти та якості поверхні катоду ефективно локальне поле на ньому може збільшитися на два порядки. В результаті з центру сильних локальних полів виникає автоелектронна емісія з густиною струму до $1 \cdot 10^9 \text{ А} \cdot \text{см}^{-2}$. Сильний електронний струм призводить до розігріву окремих ділянок катоду до температури випаровування матеріалу електродів, та виділенню адсорбованих і розчинених в металі газів у вигляді пару в результаті гідродинамічного викиду з локальних ділянок.



- 1 – металоволоконна шайба; 2 – коварове кільце;
 3 – люмінофор; 4 – сітка – анод; 5 – вістря;
 6 – балон зі молібденового скла; 7 – джерело високої напруги;
 8 – джерело напруги зміщення;
 9 – підсилювач постійного струму

Рисунок 2.13 – Прилад та схема включення ЕП з металоволоконною шайбою

Цей пар та газів створюють середовище з достатньо великим локальним тиском, в якому можлива іонізація частинок. За рахунок інтенсивної іонізації молекул пари та газу виникає плазма та дуговий розряд. Пробій простору між електродами відбувається за $1 \cdot 10^{-8} - 10^{-9} \text{ с}$ (іскрова стадія розряду), а перехід до дугового відбувається за час не більше 10^{-7} с . Тобто в приладах для іскрової мас-спектрометрії відбувається викид з електродів у простір між катодом та анодом деякої кількості речовини у

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

2.3.2 Зондування поверхні швидкими електронами та позитронами

Використовуються наступні методи:

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

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

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

сканується. Отримане зображення фотографується безпосередньо з екрану ЕПТ.

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

- розглядати поверхню зразка з роздільною здатністю до 3 нм;
- отримувати зображення у вторинних частинках з корисним збільшенням до 250000;
- вивчати структуру на просвічування і топографію поверхні при пошаровому стравленні;
- визначати хімічний склад на локальних ділянках при пошаровому аналізі і в процесі хімічної реакції;
- спостерігати за кінетикою росту мікрокристалів, пластичної та крихкої деформаціями, сублімацією та іншими фізичними та хімічними процесами, які відбуваються на поверхні;
- вимірювати величину магнітних полів та поверхневих потенціалів, активності центрів люмінесценції, основні характеристики напівпровідників (час життя не основних носіїв струму, глибину залягання р-п переходів тощо);
- отримувати електроннограмми та спектри характеристичних втрат енергії електронів.

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

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

На практиці використовуються наступні види РЕМ:

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

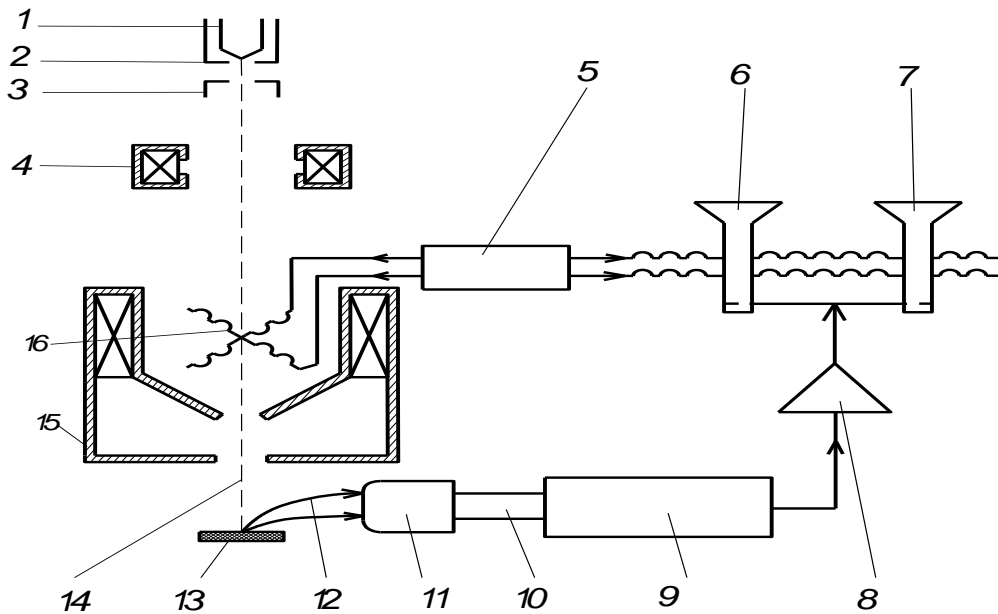
РЕМ для дослідження мікроструктури. Для створення зображення структури поверхні в РЕМ частіше реєструються пружнорозсіяні первинні електрони чи вторинні електрони.

Електронно-оптична система РЕМ (рисунок 2.14) включає в себе електронну гармату, електромагнітні лінзи та котушки системи, що відхиляє. Електронна гармата являє собою трьохелектродну електростатичну лінзу, яка складається з аноду 3, електроду 2, що фокусує, та термоемісійного катода 1, який працює при високій температурі. Катод (емітер електронів) зроблено у вигляді тонкої V-подібної вольфрамової нитки діаметром 100 мкм. Анод заземлено. Катод і електрод 2, що фокусує, який має негативний потенціал відносно катода, з'єднані з джерелом високої негативної напруги (декілька десятків кіловольт). Електрони, що імітуються катодом, прискорюються та формуються в пучок, який проходить через отвір у центрі аноду та через конденсорну 4 (може бути дві) та об'єктивну лінзи 15, які фокусують його на поверхні зразка. Діаметр сфокусованого пучка лежить в межах від 50 мкм до 10 нм. В середині об'єктивної лінзи розміщені дві пари відхиляючих котушок 16, які з'єднані з генератором пилоподібних сигналів, які забезпечують синхронну розгортку в квадратний растр пучка електронів і променя ЕПТ.

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

ЕПТ для візуального спостереження володіє тривалим післясвітінням. Для фотографування передбачається додаткова ЕПТ з короткочасним післясвітінням та оздоблена фотокамерою. Збільшення приладу можна плавно змінювати від 20 до 100000. За допомогою V-подібних вольфрамових катодів в РЕМ та РЕМ, що просвічують, можна отримувати розділення 10 нм і 5 нм відповідно, використовуючи дві або три електромагнітні лінзи. Роздільна здатність підвищується до 5 нм при використанні катодів на основі металоподібних з'єднань (LaB_6). Найкраще розділення (3 нм) досягається в РЕМ з автоемісійними катодами, але при дослідженні малоконтрастних зразків, які потребують великих струмів первинних електронів, роздільна здатність таких приладів значно погіршується. Струм вторинної електронної емісії дуже малий (10^{-11} - 10^{-13} А). У такому випадку для підвищення роздільної здатності збільшують час бомбардування зразка та реєстрації вторинних електронів колектором, шляхом введення повільної розгортки, але більш повільні розгортки потребують більш стабільної роботи електронної гармати та інших вузлів мікроскопу. Найкращі можливості надають РЕМ, в яких поєднується термо- та автоемісія. Вони мають велику роздільну здатність, як і РЕМ з автоемісійним катодом та дозволяють дослідити широке коло об'єктів, які доступні тільки РЕМ з термоемісійним катодом.

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



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

Рисунок 2.14 – Принципова схема РЕМ

Растровий електронний мікроскоп-мікроаналізатор дозволяє спостерігати композиційний контраст, реєструє рентгенівське випромінювання матеріалу зразка, яке виникає при електронному зондуванні його поверхні. Виділяючи при цьому те або інше характеристичне рентгенівське випромінювання, можна сформувати на екрані ЕПТ зображення розподілення хімічних елементів в межах ділянки поверхні, що аналізується. Реєструючи інтенсивність рентгенівського випромінювання від зразка та еталона за допомогою одного чи декількох спектрометрів та лічильникового приладу можна здійснити якісний та кількісний аналіз хімічного складу в мікрооб'ємах поверхневого шару.

В РЕМ з кольоровим контрастом, останній використовується для отримання зображення катодолюмінісцентного або рентгенівського випромінювання, які несуть інформацію про хімічну неоднорідність поверхневого шару. Інформативність картини, яка спостерігається, на екрані ЕПТ, значно підвищується при заміні чорно-білого контрасту на кольоровий

завдяки високій чутливості ока до кольору. Просторове розділення катодолюмінісценції може бути порядку 0.1 мкм.

Дзеркальний та низьковольтний растрові електронні мікроскопи використовуються, коли при дослідженні властивостей деяких об'єктів (наприклад, тонкоплівкових інтегральних схем) або процесів на поверхні масивних тіл необхідно звести до мінімуму вплив первинних електронів на поверхню, що досліджується, і в той же час підвищити чутливість до рельєфу і потенціалу поверхні.

РЕМ, що просвічують, дозволяють реалізувати близьку до теоретичної (0.1 нм) роздільну здатність. В цих приладах зображення тонких зразків (плівок, фольг товщиною 0.2 – 0.01 мкм) формується в електронах. Електрони, які пройшли крізь зразок сортуються відповідно до втраченої енергії та потрапляють до колектора і формується зображення. Головним чином сигнал обумовлено пружнорозсіяними електронами. Ці електрони генерують електричний сигнал, який використовується для модуляції яскравості синхронізованої з електронним пучком. В РЕМ, що працює на просвічування, зображення формується фокусуванням діафрагмового потоку електронів після проходження його крізь зразок. Серійні РЕМ, що просвічують, мають напругу прискорення до 100 кВ і роздільну здатність 0.2 нм та дають збільшення 200000 *крат* (додатково див. п. 5.3).

РЕМ з електронно-обчислювальною машиною дозволяють вирішувати різноманітні задачі по обробці інформації:

- виявити та оцінити густину фаз на заданому полі будь-якої конфігурації;
- порівняти та визначити ступінь розбіжності рельєфу поверхні, що досліджується, з рельєфом, який закладено до пам'яті ЕОМ;
- виміряти, з прецизійною точністю, розміри мікроелементів по заданій програмі з вибором об'єкту вимірювання.

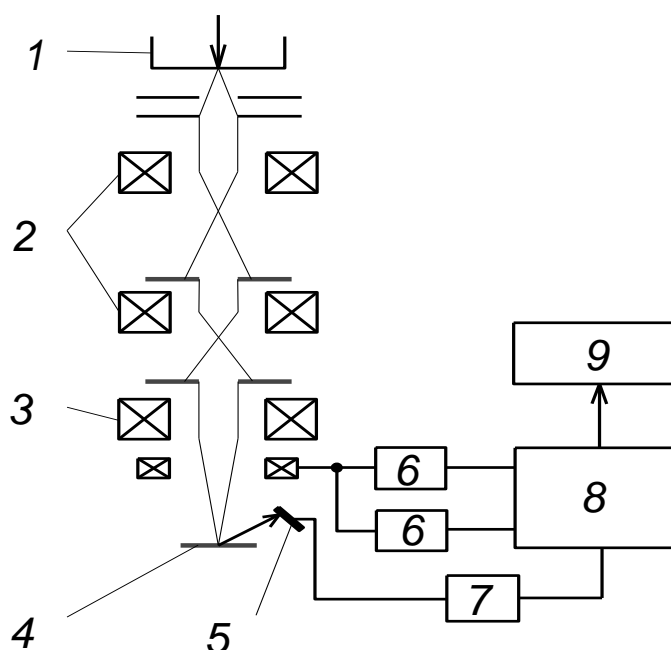
РЕМ з електронно-обчислювальною машиною дозволяє:

- підвищити швидкість обробки даних;
- підвищити точність результатів;
- проводити кількісний аналіз мікроструктур;
- проводити кількісний аналіз потенціалів та магнітних полів;
- автоматизувати процес отримання та обробки даних.

На рисунку 2.15 наведена блок-схема РЕМ для кількісних вимірювань.

Для точного відображення морфології реальної структури використовується цифрова розгортка пучка електронів („точковий растр”). Положення пучка у будь-якій точці зразка 4 при цьому визначається вузлами прямокутної сітки з кроком, який дорівнює кроку переміщення пучка. При переміщенні його від точки до точки у ланцюгу колектора 5 за рахунок вторинної електронної емісії виникає сигнал, який реєструється аналоговим дискримінатором 7, коли рівень сигналу перевищує задану величину. В пам'ять ЕОМ 8 заносяться координати цієї точки (x, y). Таким чином, при

вимірюванні, наприклад, ширини дефектів або мікрофаз до пам'яті ЕОМ заносяться координати тільки двох точок. Накопичена інформація може бути у подальшому використана для відображення на екрані відеоконтрольного пристрою 9 чи використана для необхідних розрахунків. Програма до ЕОМ вводиться з пульта керування чи за допомогою перфострічки, а виводиться з ЕОМ на перфострічку чи телетайп. Управління кроковим переміщенням пучка електронів і столом дозволяє проводити вимірювання у вибраній заздалегідь зоні на зразку та таким чином скоротити час на дослідження.



- 1 – електронна гармата; 2 – електронно-зондова система;
 3 – довгофокусна лінза; 4 – зразок; 5 – колектор;
 6 – цифро-аналогові перетворювачі;
 7 – аналоговий дискримінатор; 8 – ЕОМ; 9 – відеоконтрольний прилад

Рисунок 2.15 – Блок - схема РЕМ для кількісного виміру з використанням ЕОМ

Метод дифракції швидких електронів. Електрони, які проходять крізь речовину, проявляють хвильові властивості. При взаємодії з атомами речовини відбувається пружне розсіювання хвиль, в результаті чого виникають окремі дифракційні пучки, які є наслідком інтерференції розсіяних хвиль. Інтенсивності та розподілення дифракційних пучків у просторі відповідає атомній структурі речовини, розмірам та орієнтації окремих кристалів та іншим структурним параметрам.

Частина електронів, що взаємодіють з речовиною, розсіюється не пружно (з втратами енергії) і вносить дифузний вклад в інтенсивність фона дифракційної картини.

Метод дослідження будови речовини, який засновано на дифракції електронів, має назву електроннографією.

Фізичний зміст дифракційної картини полягає у наступному. Електроннограма – це плоский переріз простору, у якому строго однозначно зі структурою зразка розподіляються електрони після проходження крізь нього. Завдяки сильному розсіюванню електронів при майже повному їх поглинанні інтенсивність максимумів на електроннограмі значно вище їх інтенсивності на рентгенограмі.

Характер електроннограм залежить від властивостей і структури об'єктів, що досліджуються. Наприклад, електроннограми плівок, які складаються з кристалів з точною взаємною орієнтацією, являє собою точки чи плями з правильним взаємним розташуванням. При частковій орієнтації кристалів в плівках по визначеному закону чи при наявності текстури електроннограми отримуються у вигляді точкових дуг.

В електроннографії використовують два методи досліджень:

1. Метод, що засновано на розсіюванні електронів при проходженні пучка електронів крізь тонкий зразок (метод на просвіт).

2. Метод, що засновано на розсіюванні електронів при ковзанні пучка електронів по поверхні зразка під кутом в декілька хвилин (метод на відбиття). Цей метод більш ефективний для дослідження поверхонь.

Метод на відбиття швидких електронів достатньо широко використовується для вивчення:

- атомної структури та фазового складу багатокомпонентних матеріалів;
- механічно оброблених поверхонь;
- природи порушень та дефектів, які виникають при шліфуванні та терті;
- топографії поверхні;
- структури оксидних плівок на поверхні монокристалів тощо.

Електронно-зондова мас-спектрометрія. При взаємодії сфокусованого пучка електронів (зонда) достатньої потужності з поверхнею твердого тіла відбувається сильний розігрів останнього та видалення парів речовини і газів, що були розчинені у ньому. Направляючи ці пари в іонне джерело з електромагнітним бомбардуванням та іонізуючи речовину, що випаровується, можна за допомогою мас-спектрометра провести хімічний аналіз речовини з локальністю, яка визначається діаметром пучка електронів.

Метод електронно-зондової мас-спектрометрії (ЕЗМС) використовується головним чином для локального аналізу домішок впровадження в металах та сплавах, у тому числі і для зварних швів та для загального експресного аналізу металів, діелектриків та гірничих порід.

Прилади для локального визначення газових домішок складаються з мас-спектрометра та спеціального пристрою з електромагнітною гарматою. Процес відбувається у вакуумній камері, де зразок розміщується на спеціальному столику та є малогабаритна гострофокусна електронна гармата. Величина робочого статичного вакууму становить $1.33 \cdot 10^{-3} - 6 \cdot 10^{-4} \text{ Па}$. На катод гармати подається імпульс високої напруги (декілька десятків кіловольт) заданої тривалості ($0.3 - 3 \text{ с}$) та виникає пучок електронів малого діаметру (при 28 кВ величина діаметру становить 0.3 мм). При зустрічі з визначеною ділянкою поверхні електрони гальмуються, в результаті чого більша частина її кінетичної енергії переходить у теплову. Зазначена ділянка твердого тіла миттєво розігрівається до температури плавлення та випаровування. Гази, які знаходилися у твердому тілі, дифундують до поверхні та виходять у вакуумну камеру. Це приводить до зниження вакууму до $(6 - 9) \cdot 10^{-2} \text{ Па}$. Виникає перепад тиску між мас-спектрометром та робочою камерою. Гази скрізь діафрагму починають перетікати до камери іонізації іонного джерела мас-спектрометра. Якщо до подачі імпульсу мас-спектрометр було налаштовано на вимірювання інтенсивності іонного струму атомів заданої маси, то на колекторі іонів за час дії імпульсу виникає відповідний сигнал. Час екстракції становить приблизно 1 с .

Чутливість таких приладів по водню становить $1 \cdot 10^{-6} \%$, кисню $3 \cdot 10^{-5} \%$, точність аналізу до 8% .

Для загального елементарного аналізу пучок електронів високої енергії направляється на зразок, який розміщено поблизу вхідної щілини іонного джерела мас-спектрометра. Далі речовина, що випаровується, в іонному джерелі іонізується електронами, що емітували з розпеченого катода. Електронне бомбардування зразка відбувається протягом усього часу аналізу.

Метод електронно-позитронної анігіляції. Метод електронно-позитронної анігіляції (ЕПА) засновано на здатності електронів та позитронів речовини до анігіляції при взаємодії. Позитрони після входу в речовину практично повністю втрачають швидкість через втрати енергії на іонізацію електронно-діркових пар. Час життя позитрона у речовині дуже малий (для металів становить $(1 - 2) \cdot 10^{-6} \text{ с}$). ЕПА у металах відбувається при взаємодії, як з електронами провідності, так і із внутрішніми електронами іонних остовів. При анігіляції однієї пари електрон-позитрон можливе випромінювання одного, двох, трьох та більше жорстких γ -квантів (γ -фотонів). На практиці частіше відбувається 2γ -квантова анігіляція. Відповідно до закону збереження енергії після ЕПА енергія кожного γ -кванта становить приблизно енергію спокою ($mc^2 = 0.51 \text{ MeV}$, де m – маса електрона), тобто половину початкової енергії пари електрон-позитрон. Два γ -кванта, що утворилися, летять у двох протилежних напрямках, з кутом

розходження $\theta \approx \pi$ рад, що забезпечує збереження імпульсу пари для якої відбулася анігіляція.

На практиці для аналізу об'єму і поверхні використовується три характеристики процесу ЕПА:

- кутове розподілення анігіляційних γ - квантів;
- час життя позитронів по відношенню до ЕПА;
- енергетичний спектр γ - квантів.

Характеристики вимірюються за допомогою спеціальних приладів, які працюють у режимі індивідуальних подій.

Метод ЕПА можна використовувати для **спектрального аналізу поверхні**. Поверхня твердих тіл характеризується фізичними та хімічними неоднорідностями, які суттєво змінюють розподіл електронної густини на поверхні. Отримання прямих відомостей про електронну структуру необхідно для вивчення багатьох властивостей поверхні:

- термоелектронної емісії;
- адсорбційних властивостей (визначаються характером між атомної взаємодії атомів підложки та атомами адсорбенту);
- каталітичні властивості та інші.

Однак використання безпосереднього потоку швидких позитронів для діагностики поверхні малоефективне, так як на достатній глибині зразка (десь 30 нм), позитрони мають дуже малу імовірність повернутися до поверхні і анігілювати з електронами поверхневого шару.

Одним з методів, що дозволяють локалізувати позитрони на поверхні чи в тонкому поверхневому шарі є ЕПА порошкових зразків, коли час життя позитронів до ЕПА визначається в зразку, який здрібнено до дисперсного стану.

Поверхню також можна зондувати потоком повільних позитронів.

2.3.3 Зондування поверхні повільними електронами

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

Криву енергорозподілення (розподілення вторинних електронів по енергіям) можна умовно розділити на три області. Наприклад, при $E_n = 200$ eV (рисунок 2.16, а) область 1 відповідає власно вторинним електронам і характеризується великим піком з напівшириною 10 eV. Область 2 відповідає не пружно розсіяним первинним електронам, котрі втратили частину своєї енергії у процесі багатократних співударів, а тому

розподілені у широкому енергетичному інтервалі. В області 3 знаходиться вузький пік, який відповідає пружно розсіяним первинним електронам. Невеликий пік, який знаходиться на 10 – 20 eV ліворуч піка у області 3, пов'язаний з плазовими коливаннями. Тут також спостерігаються піки, які обумовлені не пружно розсіяними первинними електронами, які втратили свою енергію на іонізацію атомів приповерхневого шару. Такі піки, які відповідають дискретним значенням енергії, називають піками ХВЕ – характеристичні втрати енергії. Додаткові піки (тонка структура) в області 1 викликані власно вторинними електронами, які отримали визначені порції енергії в результаті оже-процесів. Ці електрони називаються оже-електронами. Більш чітко тонка структура проявляється при диференціюванні кривої енергорозподілення (рисунок 2.16, б).

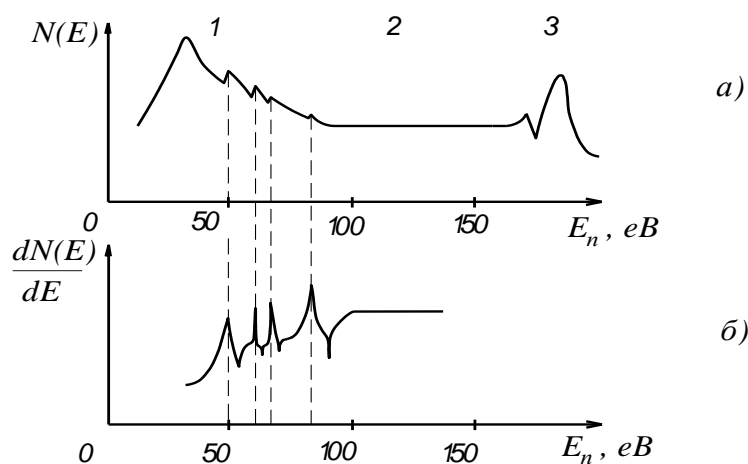


Рисунок 2.16 – Крива розподілення (а) та диференційована крива енергорозподілення (б) вторинних електронів

Для діагностики поверхні розроблені наступні методи зондування повільними електронами:

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

Метод дифракції повільних електронів (ДПЕ). Метод засновано на вимірюванні струму пружно розсіяних первинних електронів ($E_n = 10 - 500 \text{ eV}$), величина і напрямок якого обумовлені кристалічною структурою, зазвичай одного чи двох атомних шарів поверхні. Відносна кількість пружно

розсіяних первинних електронів залежить від E_n . Так при $E_n = 10 \text{ eV}$ їх доля в загальній кількості вторинних електронів становить 20 – 30 %, а при $E_n = 100 \text{ eV}$ десь до 1 %. Пружно розсіяні первинні електрони утворюють дифракційну картину (наприклад, на екрані електронографа у вигляді „дифракційних плям” – рефлексів), яка відповідає розподіленню інтенсивностей дифракційних пучків, що в свою чергу визначається трансляційною симетрією атомів поверхні, а також довжиною хвилі первинних електронів і відстанню між атомами.

Інформація за допомогою методу ДПЕ може бути отримана тільки при умові когерентного розсіяння, тобто у випадку упорядкованої структури поверхневих атомів.

На основі комплексного аналізу дифракційної картини (електронограми) отримують інформацію про структурні параметри поверхні.

Прилади для реалізації методу ДПЕ включають наступні основні елементи: електронну гармату, маніпулятор зі зразком, енергетичний фільтр, детектор пружно розсіяних первинних електронів, систему для очистки та підготовки зразків, дифракційну камеру та вакуумну апаратуру.

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

Вихід оже-електронів є наслідком іонізації внутрішніх атомних оболонок (вибивання електронів з цих оболонок). При бомбардуванні поверхні матеріалу електронами з енергією, яка достатня для іонізації однієї з внутрішніх оболонок атома, виникає первинна вакансія 1 (рисунок 2.17), котра миттєво (за $10^{-14} - 10^{-16} \text{ c}$) заповнюється електроном, який перейшов з зовнішньої оболонки атома 2 (рисунок 2.17). Виникає вторинна вакансія та надлишкова енергія, яка може піти на випромінювання кванта характеристичного рентгенівського випромінювання (радіаційний перехід) чи передається електрону 3 (рисунок 2.17) зовнішньої оболонки атома у валентній зоні (безвипромінювальний чи оже-перехід). Цей електрон емітується у вакуум і реєструється як оже-електрон. Енергія оже-електрона E_a приблизно визначається формулою (2.13):

$$E_a = \mathcal{E}_{L_{III}} - \mathcal{E}_k - \mathcal{E}_V, \quad (2.13)$$

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

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

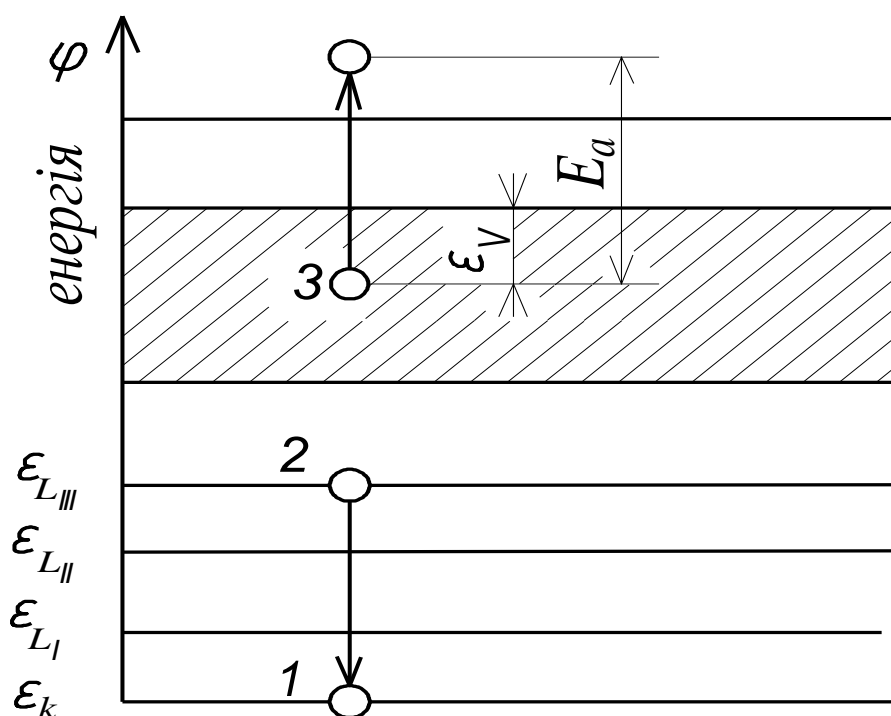


Рисунок 2.17 – Діаграма енергетичних рівнів в металі і оже-переходи

Оже-електрони на кривій енергорозподілення вторинних електронів проявляються у вигляді невеликих оже-піків при фіксованих значеннях енергії. В більшості випадків ці піки достатньо малі для надійного вимірювання, тому у всіх оже-спектрометрах, оже-піки реєструють та вимірюють не по кривим енергорозподілення, а за допомогою диференціальних кривих енергорозподілення (рисунок 2.16, б), на котрих оже-електрони виявляються більш чітко. Енергетичне положення оже-піка визначають по положенню його мінімуму на диференційованій кривій енергорозподілення.

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

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

Абсолютна чутливість методу $3 \cdot 10^{-3}$ моношару 10^{-14} з, інформаційна глибина 5 – 30 Å.

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

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

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

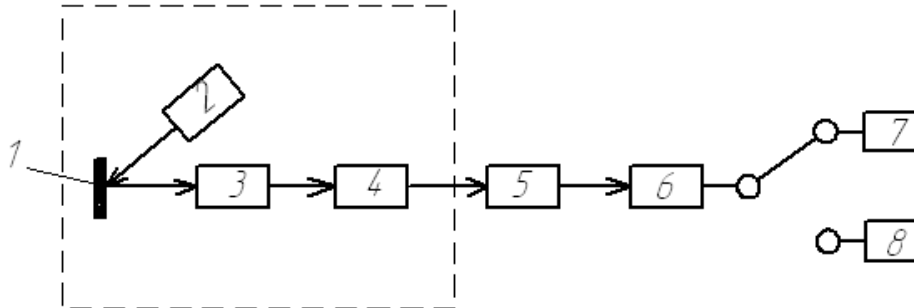
Оже-спектрометри. Простіший оже-спектрометр (рисунок 2.18) складається з надвисоковакуумної камери, у якій розміщена електронна гармата 2, зразок 1, енергоаналізатор 3 та система реєстрації. Так як вихід оже-електронів чутливий до стану поверхні, в робочій камері оже-спектрометра повинен бути вакуум не менше $1.33 \cdot 10^{-8}$ Па. Сучасні прилади мають маніпулятори для закріплення та юстування зразка, системи для іонного бомбардування та термічного очищення поверхні зразка, прилади для шлюзування та пристрої для розламування чи розколення зразка у вакуумі.

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

Оже-спектрометр для пошарового аналізу. У таких приладах проводять розпилення матеріалу пучком іонів інертного газу з одночасною реєстрацією оже-піків. Це дозволяє отримувати інформацію про хімічний склад зразків як на поверхні, так і по глибині. Головним вузлом оже-спектрометрів для пошарового аналізу є іонна гармата. Система електронної розгортки розгортає пучки електронів чи іонів в растр на поверхні зразка. Знімаючи сигнал зі зразка і подаючи його на відеоконтрольний прилад отримують зображення зразка в поглинених іонах чи електронах. Апаратура оже-спектрометрів для пошарового аналізу, що реєструє, доповнена багатоканальним приладом для автоматичного запису амплітуди оже-піків. Цей прилад має декілька ідентичних каналів і дозволяє послідовно вимірювати відповідну кількість різних оже-піків.

Різницевий оже-спектрометр. Різницева оже-спектрометрія заснована на використанні взаємної компенсації оже-піків основних компонентів сплаву. Це забезпечує більш високу чутливість до малої кількості розчиненої домішки. Різницева оже-спектрометрія використовується при вимірюваннях в низько енергетичних областях оже-спектрів, де диференціальна крива енергорозподілення має великий нахил, що знижує чутливість аналізу. В різницевій оже-спектрометрії відбувається

позмінне відхилення пучка первинних електронів на еталонний зразок та зразок з домішками, що аналізуються. Різницевий сигнал, що отримується, в результаті віднімання оже-пиків від цих двох зразків відповідає концентрації домішок.



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

Рисунок 2.18 – Функціональна блок-схема оже-спектрометра

Двоканальний оже-спектрометр. Двоканальний оже-спектрометр використовується для компенсації фону вторинних електронів.

Значно розширюються можливості оже-спектрометрів при використанні ЕОМ: зменшується трудомісткість досліджень; підвищується ефективність використання обладнання; з'являється можливість отримання додаткових видів інформації.

Спектроскопія характеристичних втрат енергії. При взаємодії первинних електронів з поверхнею відбуваються зміни енергії цих електронів. Методи характеристичних втрат енергії (СХВЕ) засновані на вимірюванні енергії і кількості тільки тих первинних електронів, котрі в результаті не пружного розсіювання втратили якісь дискретні значення енергії. Для того, щоб відрізнити піки енергій цих електронів від інших піків на кривій енергорозподілення, енергію первинних електронів E_n використовують як еталонну енергію. Піки, які обумовлені характеристичними втратами енергії, розміщені на визначеній відстані від значення E_n .

Є наступні види характеристичних втрат енергії та відповідні їм методи спектроскопії:

- втрати енергії, що викликані іонізацією атома;
- втрати енергії, що викликані одночастковими збудженнями;
- втрати енергії, що викликані колективним збудженням коливань електронного газу;
- втрати енергії, що викликані збудженням коливань атомів кристалічної ґратки.

Іонізаційна спектроскопія **характеристичних втрат** використовується для аналізу хімічного складу поверхні матеріалу та хімічної природи взаємодії поверхневих атомів.

Низькоенергетична спектроскопія **характеристичних втрат** використовує при збудженні поверхні низькоенергетичний електронний пучок (10 – 100 eV). З спектру втрат енергії електронів можна отримати інформацію про хімічний склад, плазмові коливання, електронні переходи на поверхні (при вивченні процесів адсорбції). Чутливість методу – 10^{-3} моношару адсорбата.

Плазмова спектроскопія **характеристичних втрат** використовується при вивченні процесів очищення, адсорбції та десорбції різних елементів на поверхні твердих матеріалів.

Колівальна спектроскопія **характеристичних втрат** характеризується дуже високою чутливістю (10^{-11} – 10^{-12} адсорбованих частинок на 1 см^2), але реалізація цього методу можлива тільки при використанні апаратури з високою роздільною здатністю (наприклад, електронних монохрометрів для пучка первинних електронів).

Спектроскопія потенціалів, що мають поріг. При бомбардуванні твердого тіла повільними електронами відбувається виникнення вакансій на внутрішніх оболонках атомів, тобто збудження атомів. Це збудження спостерігається завдяки оже-переходам або характеристичному рентгенівському випромінюванню. При $E_n = 100 - 1000 \text{ eV}$ в цих процесах приймають участь тільки атоми кількох поверхневих шарів (0.5 – 1 нм).

Визначення хімічного складу поверхні за допомогою спектроскопії потенціалів, що мають поріг, засновано на появі піків в спектрі потенціалів, що мають поріг, які відповідають характеристичному рентгенівському випромінюванню. По значенням потенціалів, що мають поріг, можна визначити енергію зв'язку електронів на внутрішніх оболонках атомів і по ним встановлюють хімічний склад поверхневого шару товщиною 0.5 – 1 нм.

Методи, які засновані на вимірюванні коефіцієнта вторинної електронної емісії. Дуже важливою характеристикою вторинно-емісійних властивостей речовини є залежність коефіцієнта вторинної електронної емісії від E_n . Повний коефіцієнт вторинної електронної емісії σ дорівнює відношенню струму усіх електронів, що емітували, до струму первинних електронів. Так, як до складу вторинних електронів входять три групи електронів, то розрізняють три коефіцієнти вторинної електронної емісії:

- коефіцієнт власно вторинної електронної емісії δ ;
- коефіцієнт не пружного розсіювання η ;
- коефіцієнт пружного розсіювання R ;

Повний коефіцієнта вторинної електронної емісії σ дорівнює:

$$\sigma = \delta + \eta + R. \quad (2.14)$$

Вторинно-емісійні властивості поверхні вимірюють у надвисокому вакуумі з використанням добре сфокусованого пучка первинних електронів, змінюючи E_n та кут падіння первинних електронів. Експериментальним шляхом визначають енергорозподілення вторинних електронів від E_n .

Встановлено зв'язок між вторинно-емісійними властивостями речовин (коефіцієнтом вторинної електронної емісії) та:

- типом міжатомного зв'язку;
- природою взаємодіючих компонентів;
- хімічним складом і структурою речовини;
- роботою виходу електрону;
- фізичними властивостями речовини (густиною, модулем пружності тощо).

Метод електронно-стимулюючої десорбції. В основі методу електронно-стимулюючої десорбції (ЕСД) лежить експериментальне визначення під дією повільних електронів кількості та складу частинок, які адсорбовані на поверхні матеріалу.

При бомбардуванні повільними електронами (10 – 1000 eV) поверхні твердого тіла, енергії цих електронів достатньо лише для того, щоб розірвати зв'язки між поверхневими атомами металу та частинками, які адсорбовані на поверхні. Первинні повільні електрони, в результаті не пружних взаємодій з адсорбованими частинками, збуджують адсорбовані молекули, відбувається їх дисоціація, іонізація та десорбція.

По методу ЕСД вимірюють кількість позитивних та негативних іонів, що десорбували (по густині струму). За допомогою мас-спектрометра визначають склад адсорбованої фази.

Різновидом методу ЕСД є метод ЕСД, що сканує, при якому пучок електронів розгортається на поверхні зразка в растр.

За допомогою методу ЕСД можна визначити:

- енергетичну структуру адсорбованих частинок;
- фізико-хімічні властивості речовини у адсорбованому стані;
- хімічний склад поверхні тощо.

Метод статичного скін-ефекту. Метод статичного скін-ефекту засновано на бомбардуванні поверхні власними електронами твердого тіла (електронами провідності). Характер взаємодії електронів провідності з поверхнею визначається по протіканню електричного струму в умовах статичного скін-ефекту, що засновано на дуже великій чутливості електричного опору до структури поверхні. Метод статичного скін-ефекту дозволяє отримувати дані про електронну структуру поверхні металу, який покрито тонкими плівками різної природи.

2.3.4 Зондування поверхні електромагнітним випромінюванням

Зондування поверхні електромагнітним випромінюванням може відбуватися наступними методами:

- метод фотоелектронної емісії;
- методи фотоелектронної спектроскопії;
- методи інфрачервоної спектроскопії;
- еліпсометрія;
- метод фотодесорбції;
- лазерна мас-спектрометрія;
- фотоакустична спектроскопія.

Метод фотоелектронної емісії. Метод фотоелектронної емісії (ФЕЕ) засновано на вимірюванні роботи виходу електрона з використанням явища зовнішнього фотоефекту – виникнення емісії валентних електронів (фотоелектрони) твердого тіла під впливом електромагнітного випромінювання. При створенні між зразком, що освітлено, (фотокатодом) та провідником (анодом) електричного поля виникає фотострум, за допомогою якого і визначають роботу виходу електрона.

Методи фотоелектронної спектроскопії. Методами фотоелектронної спектроскопії отримують фотоелектронні спектри (енергорозподілення фотоелектронів, що емітували з поверхні твердих тіл при опроміненні їх потоком монохроматичного електромагнітного випромінювання).

До методів фотоелектронної спектроскопії відносяться:

а) рентгенівська фотоелектронна спектроскопія заснована на отриманні фотоелектронних спектрів, які відображають розподіл, густину електронних станів, в результаті фотоемісії електронів внутрішніх оболонок атомів та валентних електронів під впливом рентгенівського випромінювання. Рентгенівську фотоелектронну спектроскопію використовують для:

- вимірювання енергії зв'язку електронів;
- кількісного хімічного аналізу складу поверхні та приповерхневого шару – засновано на визначенні енергії зв'язку електронів речовини, що досліджується, та порівнянні її з відомими значеннями енергії зв'язку для чистих елементів;

- аналізу адсорбованих шарів тощо;

б) спектроскопія поглинання рентгенівського випромінювання заснована на вимірюванні загального виходу фотоелектронів з урахуванням рентгенівського випромінювання, яке обумовлено явищем фотоефекту (можна визначити відстань між найближчими атомами);

в) ультрафіолетова електронна спектроскопія – аналогічна до рентгенівської фотоелектронної спектроскопії та відрізняється від неї величиною енергії збудження випромінювання. При ультрафіолетовій електронній спектроскопії енергія збудження випромінювання менша і

становить 40 – 50 eV, тому у даному випадку збуджуються тільки валентні електрони, а товщина приповерхневого шару, що аналізується, становить декілька атомних шарів. Тому ультрафіолетова електронна спектроскопія більш чутлива до стану поверхні, однак не може бути використана для визначення хімічного складу поверхні. В основному цей метод використовується для дослідження каталізу та адсорбції.

До методів інфрачервоної спектроскопії. За методами інфрачервоної спектроскопії отримують молекулярні спектри поглинання та відбиття інфрачервоного випромінювання.

Методи інфрачервоної спектроскопії відносяться:

а) інфрачервона спектроскопія поглинання заснована на отриманні інфрачервоного спектру поглинання з нанесеного шару речовини, що досліджується, на підложку, яка прозора до інфрачервоного випромінювання. Через зазначений шар пропускають інфрачервоне випромінювання, яке досліджується за допомогою монохроматометра;

б) відбивно-абсорбційна інфрачервона спектроскопія – найбільш універсальний метод дослідження зразків, які виготовлені в найрізноманітніших умовах. За допомогою цього методу можна вивчати молекулярну адсорбцію на поверхні монолітних зразків, як прозорих так і непрозорих. Метод засновано на виявленні в інфрачервоному спектрі випромінювання, яке відбилося від зразка, смуг поглинання.

Інфрачервона спектроскопія внутрішнього відбиття заснована на явищі порушеного повного внутрішнього однократного чи багатократного відбиття інфрачервоного випромінювання, яке падає під кутом на границю розділу двох середовищ – середовища з показником n_1 і середовища, що досліджується, показником $n_2 < n_1$.

Еліпсометрія. В основі еліпсометрії лежить явище зміни стану поляризації монохроматичного випромінювання при його відбитті від поверхні твердого тіла.

Еліпсометрія використовується для:

- визначення оптичних констант непрозорих матеріалів (особливо в тонких шарах);
- контролю стану поверхні напівпровідникових пластин;
- контролю параметрів тонких поверхневих шарів (1.0 – 1.5 нм);
- контролю границь розподілу між тонкими поверхневими шарами;
- контролюють параметри діелектричних плівок;
- електронних процесів в системі метал-адсорбований шар тощо.

Метод фото десорбції. Метод фотодесорбції засновано на явищі десорбції атомних (іонних) частинок з поверхні твердого тіла, що опромінено ультрафіолетовим випромінюванням в діапазоні довжин хвиль менше 300 нм. Фотодесорбція спостерігається в основному з поверхні напівпровідників, а з поверхні металів тільки у тому разі, коли вони покриті шаром оксиду напівпровідникового типу.

При дослідженні поверхні використовують мас-спектрометричну методику вимірювання інтенсивності фотодесорбції.

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

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

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

Фотоакустична спектроскопія. Фотоакустична спектроскопія заснована на фотоакустичному ефекті, суть якого в генерації акустичних коливань в газі у якому знаходиться тверде тіло, при дії на його поверхню імпульсів електромагнітного (ультрафіолетового, видимого чи інфрачервоного) випромінювання. Акустичні коливання (періодичні коливання тиску газу) виникають за рахунок періодичного розігріву та охолодження поверхні твердого тіла в результаті часткового поглинання ним випромінювання. Температурні зміни в газі зосереджені головним чином у прилеглому до поверхні шарі, товщина якого залежить від теплопровідності газу та частоти модуляції випромінювання. В основі фотоакустичного ефекту лежать три головні параметри: товщина, довжина оптичного поглинання та довжина термічної дифузії.

Фотоакустична спектроскопія використовується для вивчення адсорбції, хемосорбції та виявлення мономолекулярних шарів на металічних

і неметалічних поверхнях. Для цього використовуються фотоакустичні спектрометри.

2.3.5 Зондування поверхні іонними та молекулярними пучками

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

На практиці знайшли застосування наступні методи зондування поверхні іонними та молекулярними пучками:

- мас-спектрометрія вторинних іонів;
- спектрометрія розсіювання повільних іонів;
- метод резенфордського зворотнього розсіювання;
- метод ядерних реакцій;
- метод іонно-електронної емісії;
- мас-спектрометрія тліючого розряду;
- іонно-рентгенівська спектроскопія;
- оптична спектроскопія розпиленних частинок;
- метод розсіювання молекулярного пучка.

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

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

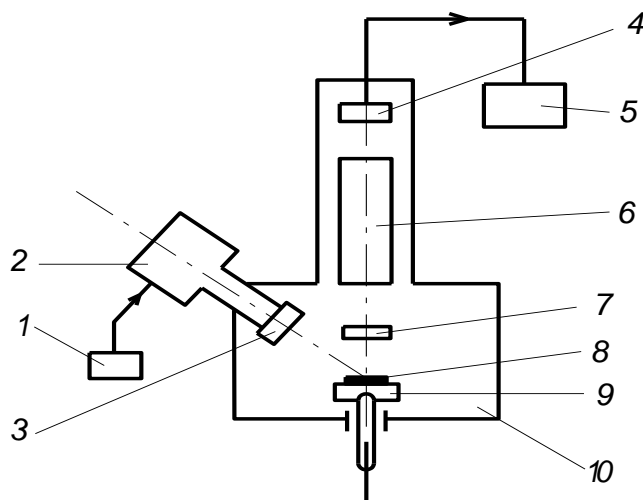
Метод мас-спектрометрії вторинних іонів дає інформацію про елементний, ізотопний склад поверхні твердого тіла з найвищою чутливістю (10^{-6} ат. %, 10^{-14} г, 10^{-6} моношару). Можливо аналізувати будь-які елементи. По появі в мас-спектрі молекулярних та кластерних іонів можна судити про фізико-хімічний стан поверхні. Великий вплив матричних ефектів

ускладнює прямий кількісний аналіз. Інформаційна глибина 5 – 15 Å. Можна проводити пошаровий аналіз.

Прилади для мас-спектрометрії вторинними іонами за призначенням розподіляють на три групи:

- для загального та пошарового аналізу масивних зразків, тонких плівок та є більш простіші за прилади інших двох груп (тиск у вакуумній камері $p = 10^{-4} - 10^{-6}$ Па);
- для вивчення поверхневих явищ (адсорбція, каталіз, окислення тощо), $p = 10^{-7} - 10^{-8}$ Па;
- для локального аналізу, $p = 10^{-4} - 10^{-6}$ Па.

Прилади для мас-спектрометрії вторинними іонами містять три основні елементи (рисунок 2.19): джерело первинних іонів 2; вакуумну камеру 10; мас-спектрометр, який складається з колектора іонів 4 та мас-аналізатора.



- 1 – електроживлення іонного джерела; 2 – джерело іонів; 3 – оптика первинного пучка; 4 – колектор іонів; 5 – система реєстрації;
6 – мас-аналізатор; 7 – оптика вторинного пучка; 8 – зразок;
9 – маніпулятор; 10 – вакуумна камера

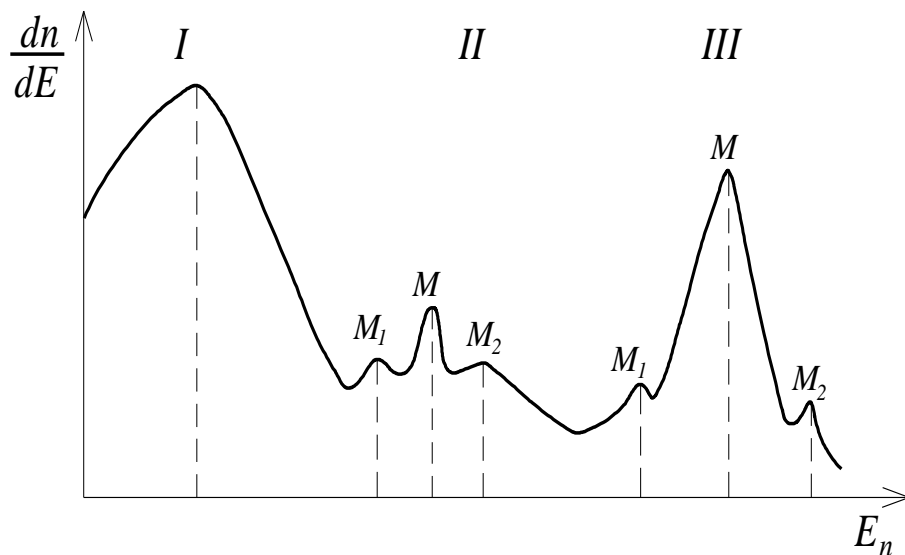
Рисунок 2.19 – Схема типового приладу для мас-спектрометрії вторинними іонами

Спектрометрія розсіювання повільних іонів. В основі спектрометрії розсіювання повільних іонів лежить явище розсіювання моноенергетичного пучка первинних повільних іонів (енергія 0.1 – 10 кеВ) при взаємодії його з поверхнею твердого тіла.

Вимірюючи енергорозподілення розсіяних іонів отримують їх енергетичний спектр, який обумовлено однократними чи послідовними пружними парними зіткненнями первинних іонів з окремими атомами поверхневого шару. Знаючи масу, величину енергії первинних іонів, кут

розсіювання та вимірявши енергію розсіяного іона визначають за відповідною формулою атомну масу зразка, що досліджується, і по ній ідентифікують поверхневий атом.

Енергетичний спектр розсіяних іонів (рисунок 2.20), який отримано при іонному бомбардуванні матеріалу багатокомпонентного складу відповідає розсіюванню іонів в результаті однократного пружного парного зіткнення (матеріал складається з атомів з масою M , а на поверхні присутні атоми домішок з масами $M_1 < M$ та $M_2 > M$). В області III пік M обумовлено первинними іонами, які були розсіяні від атомів з масою M , піки M_1 та M_2 – іонами від атомів домішок. В області II усі піки відповідають іонізованим атомам віддачі. Амплітуда піків залежить як від кількості атомів даного сорту на поверхні, так і від інших факторів, зокрема імовірності нейтралізації первинних іонів.



I – повільні іони; II – іонізовані атоми віддачі;
III – розсіяні первинні іони

Рисунок 2.20 – Схема енергетичного спектрів розсіяних іонів

При куті розсіювання більше 90° іонізовані іони віддачі не ускладнюють енергетичний спектр. Найкраще енергетичне розділення отримується при M в декілька разів більшим, ніж маса первинного іона. У реального енергетичного спектра піки розмиті та зміщені, з'являється фон і велика кількість повільних іонів (продуктів катодного розпилення). Розмиті піки та фон є наслідком присутності іонів, що зазнали не пружні та послідовні парні (багато кратні) зіткнення (області II та III).

На основі аналізу енергетичних спектрів можна судити про склад безпосередньо поверхні матеріалу, а на основі аналізу кутового розподілення розсіяних іонів (при невеликих кутах розсіювання) – про структуру поверхневого шару. За допомогою спектрометрії розсіювання повільних іонів можна визначити наявність та концентрацію того або іншого

елемента в першому атомному шарі та проводити пошаровий аналіз. Чутливість виявлення домішок підвищується, коли їх маса перевищує масу атомів матеріалу.

Метод резенфордівського зворотного розсіювання. Метод резенфордівського зворотного розсіювання (РЗР) засновано на явищі зворотного розсіювання пучка первинних іонів з енергією в межах $0.1 - 5 \text{ MeV}$ при взаємодії його з твердим тілом. Зробивши вимірювання енергорозподілення цих розсіяних іонів можна отримати їх енергетичний спектр.

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

Метод РЗР також дозволяє визначити товщину тонких плівок. Іони, що розсіяні на зовнішній товщині плівки мають максимальну енергію E_{max} (рисунок 2.21), а іони, що розсіяні від основи (матеріал зразка) мають мінімальну енергію E_{min} . При достатньо великій енергії первинних електронів E_n РЗР відбувається в результаті однократного кулонівського відштовхування ядер.

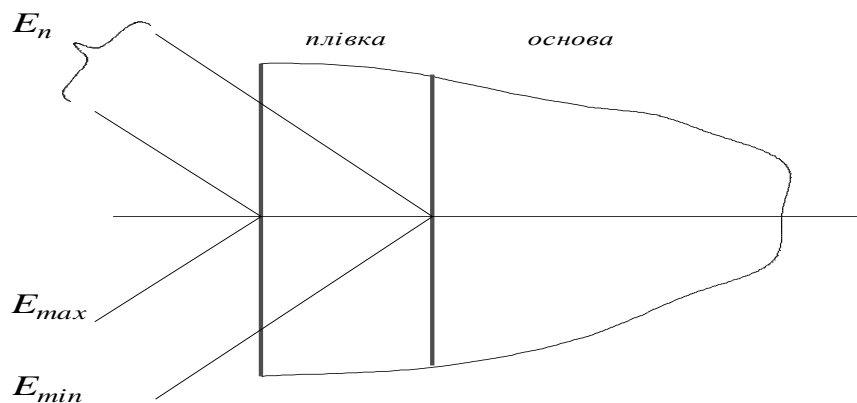


Рисунок 2. 21 – Схема розсіювання швидких іонів на зовнішній та внутрішній поверхні плівки

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

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

Для проведення аналізу використовуються відповідні спектрометри резенфордівського зворотного розсіювання.

Метод ядерних реакцій. Метод ядерних реакцій засновано на протіканні ядерних реакцій в твердому тілі, яке бомбардується швидкими первинними іонами ($E_n = 0.5 - 0.3 \text{ MeV}$). Це можливо, коли кінетична енергія іонів, що взаємодіють, та атомів твердого тіла дорівнює або більша висоти потенційного бар'єру, який обумовлено кулонівським відштовхуванням ядер. Продуктами ядерних реакцій, як правило, є протони, ядра ^4He , нейтрони та γ -кванти. Так як при взаємодії ядер виконується закони збереження енергії та імпульсу, то, знаючи масу і природу взаємодіючих ядер і кінцевих продуктів реакції, а також енергію первинних іонів, можна визначити енергію продуктів ядерної реакції, які вилітають під визначеним кутом по відношенню до пучка первинних іонів. Вимірюючи енергію продуктів ядерної реакції, можна ідентифікувати ядра атомів, що входять до складу зразка.

Межа виявлення легких елементів (C, N, O) складає $10^{13} - 10^{14} \text{ ат} \cdot \text{см}^{-3}$ при точності методу $0.1 - 1 \%$.

Метод ядерних реакцій використовується для пошарового аналізу. При використанні для аналізу пучків протонів та вузьких резонансів пошарове розділення складає $2 - 6 \text{ нм}$.

Резонансні ядерні реакції використовують при вивченні дифузії кисню скрізь оксидні плівки, а також для визначення профілю концентрації легованих елементів чи компонентів твердих розчинів у напівпровідникових матеріалах.

Якщо використовувати сфокусовані до декількох мікрометрів пучки швидких іонів, то вимірюють розподіл домішок по глибині та по поверхні тонких плівок. При цьому об'єми, що аналізуються, становлять $10^{-8} - 10^{-10} \text{ см}^3$, а абсолютна чутливість до 10^{-16} г .

Для реалізації методу ядерних реакцій використовують електростатичні прискорювачі заряджених частинок з напругою $2 - 4 \text{ МВ}$, які забезпечують високу стабільність по енергії ($0.02 - 0.1 \%$), малу кутову розбіжність пучка швидких іонів та можливість плавної зміни енергії у широких межах.

Методи іонно-електронної емісії. При бомбардуванні поверхні твердого тіла пучком первинних іонів з енергією від декількох електрон-вольт до десятків кілоелектронвольт можлива, як потенційна так і кінетична емісія електронів. Ці види іонно-електронної емісії відрізняються механізмами передачі енергії, її джерелами та категорією електронів, що приймають участь у емісії. Кінетична енергія первинних іонів практично не впливає на потенційну емісію електронів, яка відбувається приблизно з однаковою ефективністю і при достатньо великих енергіях первинних іонів (1 кеВ і вище), і при енергіях, що близькі до нуля. Умова протікання потенційної емісії:

$$eU_i > 2\varphi, \quad (2.15)$$

де U_i – потенціал іонізації первинного іона;
 φ – робота виходу електрона з матеріалу зразка.

На відміну від потенційної, кінетична емісія спостерігається при бомбардуванні твердих тіл іонами різної природи і не залежить від їх заряду. Крім того цей вид емісії відбувається при більш високих енергіях іонів (більше 1 *keV*) і суттєво підвищується при її збільшенні.

Кількісною характеристикою іонно-електронної емісії є коефіцієнт іонно-електронної емісії γ , який характеризує кількість електронів, що вибиваються, відносно одного первинного іона та енергетичний спектр вибитих електронів. Коефіцієнт γ представляє собою:

$$\gamma = \gamma_{\text{пот}} + \gamma_{\text{кін}}, \quad (2.16)$$

де $\gamma_{\text{пот}}$ – коефіцієнт потенційної емісії;
 $\gamma_{\text{кін}}$ – коефіцієнт кінетичної емісії.

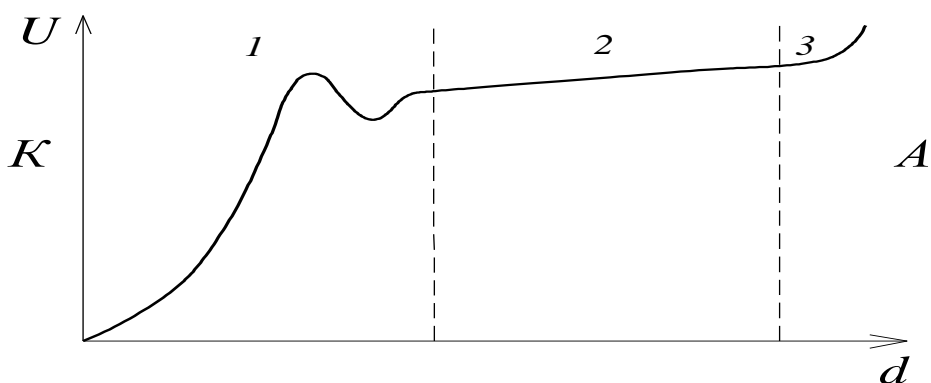
Методи іонно-електронної емісії (іоно-нейтралізаційна спектроскопія, іонна оже-спектроскопія, вимірювання коефіцієнта іонно-електронної емісії).

Іоно-нейтралізаційна спектроскопія. При сильному зіткненні первинного іона або збудженого атому з поверхнею твердого тіла виникає імовірність електронних переходів в єдиній системі, що утворюється, первинний іон – тверде тіло, які відбуваються шляхом резонансного тунелювання чи оже-ефекту. Іоно-нейтралізаційна спектроскопія використовується в основному для вивчення поверхневих станів електронів і молекулярних орбіталей при адсорбції різних частинок на поверхні металів.

Іонна оже-спектроскопія заснована на вивченні тонкої структури енергорозподілення електронів, які виникають при кінетичній емісії, яка починається при достатньо великих початкових енергіях первинних іонів ($1 \text{ keV} < E_n < 10 \text{ keV}$). Так як і електронну оже-спектроскопію іонну оже-спектроскопію використовують для виявлення на поверхні чи приповерхневому шарі зразка невеликої кількості якого-небудь елемента, але він більш трудомісткий та має меншу чутливість аналізу.

в) вимірювання коефіцієнта іонно-електронної емісії. Значення коефіцієнта іонно-електронної емісії дає інформацію про зміни фізико-хімічного стану кристалічної структури поверхні матеріалів. Метод не дозволяє однозначно визначити природу частинок, що знаходяться на поверхні.

Мас-спектрометрія тліючого розряду. Джерелом іонів при катодному розпиленні є плазма, що утворюється при тліючому розряді у середовищі інертного газу. Тліючий розряд утворюється у вакуумі (тиск декілька Па) між катодом та анодом (напруга декілька сотень вольт). Основна частина напруги падає в області темного катодного простору (рисунок 2.22). При досягненні критичної напруги між електродами відбувається пробій газového простору і утворюється потік автоелектронів. Енергія автоелектронів при їх русі до аноду збільшується і на границі з темним катодним простором стає достатньою для іонізації молекул газу і утворенню тліючого розряду, який веде до стабільного дифузного руху електронів та іонів між катодом та анодом. Іони, які проходять темний катодний простір, швидко прискорюються та зіштовхуються з катодом, що веде до іонно-електронної емісії та катодного розпилення – емісії атомів матеріалу катоду.



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

Рисунок 2.22 – Схема розподілення напруги, яка прикладена в між електродному просторі при тліючому розряді

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

Оптична спектроскопія розпиленних часток. При бомбардуванні поверхні твердого тіла швидкими іонами частина розпиленних часток покидає поверхню у вигляді збуджених атомів, молекул та іонів. В склад цих часток входять і первинні іони, які були попередньо впроваджені у зразок. Частинки, що збуджені складаються з повільних (з $E \approx 10 - 100 \text{ eV}$) та швидких іонів (енергія, яка порівнюється з енергією первинних іонів).

Повільні частинки викликані у результаті каскаду зіткнень, що викликані первинним іоном, швидкі виникають внаслідок однократних зіткнень первинних іонів з поверхневими атомами твердого тіла.

Оптична спектроскопія розпилених часток, в основі якої лежить оптичне випромінювання збуджених часток, які розпилені при іонному бомбардуванні, використовується для прямого визначення хімічного складу речовини, вивчення концентраційних профілів розподілення домішок по глибині, контролю хімічного складу поверхні, дослідження процесів окислення, дифузії, адсорбції газів. По чутливості визначення домішок оптична спектроскопія розпилених часток наближується до мас-спектрометрії вторинних іонів.

Іонно-рентгенівська спектроскопія. Іонно-рентгенівська спектроскопія заснована на дослідженні характеристичного рентгенівського випромінювання при бомбардуванні твердого тіла пучком іонів з енергією від десятків електронвольт до декілька мегаелектронвольт. В залежності від маси та енергії первинних іонів розрізняють два механізми характеристичного рентгенівського випромінювання. Легкі іони (протон, α – частинки) з енергією вище 100 keV вибивають електрон з внутрішньої оболонки атомів твердого тіла в результаті прямої кулонівської взаємодії. Вакансія, що виникає, заповнюється одним з електронів зовнішніх оболонок, що і веде до характеристичного рентгенівського випромінювання чи емісії оже-електрона.

При бомбардуванні твердого тіла більш важкими іонами також виникають електронні вакансії. Особливістю бомбардування важкими іонами, в порівнянні з легкими, є збільшення характеристичного рентгенівського випромінювання на три – п'ять порядків.

Вихід характеристичного рентгенівського випромінювання суттєво залежить від енергії первинних іонів та різко збільшується, коли ця енергія становить вище порогу, який зв'язано з початком збудження електрону на визначеній оболонці. Поріг та поперечний переріз для характеристичного рентгенівського випромінювання даної довжини хвилі визначається властивостями первинних іонів та атомів матеріалу, що бомбардується.

Спектри характеристичного рентгенівського випромінювання, які отримані в іонно-рентгенівських спектроскопах, використовують для хімічного аналізу приповерхневих шарів товщиною менше довжини пробігу первинних іонів у твердому тілі. Товщина шару, що аналізується залежить від типу енергії первинного іону та довжини хвилі характеристичного рентгенівського випромінювання.

Метод розсіювання молекулярного пучка. При взаємодії з поверхнею твердого тіла пучок первинних частинок (атомів чи молекул) з енергією, яка близька до E_n (2.16) і при кімнатній температурі становить приблизно 0.02 eV , розсіюється під дією потенціалу атомів первинного поверхневого шару:

$$E_n = \frac{3}{2} kT . \quad (2.16)$$

Якщо енергія пучка первинних частинок не перевищує енергію хімічного зв'язку атомів у твердому тілі, то зіткнення їх з атомами поверхні не призводять до розриву цих зв'язків.

За методом розсіювання молекулярного пучка вимірюють кількість, склад, швидкість та кутове розподілення розсіяних в результаті взаємодії з поверхньою первинних частинок або продуктів їх взаємодії з поверхневими атомами матеріалу, що досліджується.

Взаємодія первинних часток з поверхнею твердого тіла може бути пружною і не пружною. При пружній взаємодії, обміну енергіями між цими частинками та твердим тілом немає, а може виникнути дифракція. По дифракційній картині судять про стан поверхні, що досліджується. При відсутності дифракції інформацію про стан металевої поверхні отримують по зміні параметрів первинних частинок, що були розсіяні.

При не пружних взаємодіях пучка первинних часток з поверхнею відбувається обмін енергій, в результаті якого у твердому тілі виникають чи знищуються фонони. Первинна частинка може: втратити достатньо енергії і адсорбуватися на поверхні; втратити тільки частину енергії і одразу ж повернутися у газову атмосферу; втратити частину енергії, якої не достатньо для адсорбції, але і не повертатися одразу ж до газової фази. Через деякий час адсорбовані частинки десорбують і дають свій внесок до потоку розсіяного пучка. Характер розсіювання визначається відносними енергією та масою первинних часток, а також масою і температурою поверхневих атомів і енергією фононів.

Використовуючи спектрометри розсіювання молекулярного пучка також можна досліджувати адсорбцію газів на поверхні твердого тіла.

2.3.6 Особливості підготовки поверхні, що досліджується, у вакуумі

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

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

- високотемпературної обробки;
- хімічної реакції;
- іонної обробки;
- десорбції електричним полем;
- механічним діянням;
- отриманням зразка у вигляді тонкої плівки на основі шляхом випаровування, катодного розпилення, хімічного осадження тощо.

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

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

Максимальна температура, яка необхідна для дегазації металу визначається:

$$T_{\max} \approx 4.77 \cdot 10^{-3} \cdot \Delta H, \quad (2.17)$$

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

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

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

Метод хімічних реакцій. За методом хімічних реакцій зразки прогривають у контрольованому газовому середовищу до відповідної температури, яка стимулює протікання хімічних реакції між домішками і газовим середовищем. Продукти хімічних реакцій десорбують з поверхні під впливом нагріву. Газове середовище вибирається відповідно до властивостей домішок (це необхідно знати). Частіше вибирають активні гази, які взаємодіють з домішками по типу реакцій окислення - відновлення. Окислювальна обробка проводиться у середовищі кисню, а відновлювальна

– у атмосфері водню. Інколи використовують окис вуглецю, пари йоду. Для очищення поверхні, яку неможливо нагрівати, окислювальні реакції інтенсифікують за допомогою ультрафіолетового випромінювання.

Метод іонного бомбардування поверхні. При методі іонного бомбардування поверхню зразка обробляють іонами (з енергією від декількох сотень до декілька тисяч eV) інертних або активних газів. В основі такого очищення лежить катодне розпилення поверхні зразка, що дозволяє ефективно віддаляти з усієї поверхні різноманітні домішки: атоми елементів, жири, адсорбовані воду та гази, оксиди, карбіди, нітриди тощо, а також частину атомів поверхні самого зразка. Однак, при використанні цього методу очищення, потрібно мати на увазі, що може статися порушення кристалічної структури поверхні зразка та впровадження чужорідних іонів у кристалічну ґратку. Для уникнення цих ефектів після іонного очищення роблять відпал зразка у вакуумі.

Для іонного бомбардування використовують:

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

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

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

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

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

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

Лекція 3. Методи дослідження об'єму

3.1 Загальні зауваження

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

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

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

3.2 Використання рентгеноструктурних методів для визначення складу та структури зварних швів

3.2.1 Методи фазового аналізу

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

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

Чутливість рентгеноструктурного аналізу збільшується:

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

Визначення фазового складу речовини проводять наступним чином.

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

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

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

Для кількісного визначення фази використовують наступні методи:

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

Рентгеноструктурний аналіз проводиться на спеціальному обладнанні – рентгенівських дифрактометрах, наприклад: УРС-50И; апарати ДРОН-0.5; ДРОН-1; ДРОН-2 тощо.

3.2.2 Приготування зразків для рентгеноструктурного аналізу

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

- шліфи з масивних матеріалів;
- плоскі зразки з порошків;
- зразки циліндричної форми (типу „стовпчик”).

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

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

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

На практиці використовуються наступні методи зйомки зразків:

- прямий;
- зворотній;
- асиметричний.

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

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

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

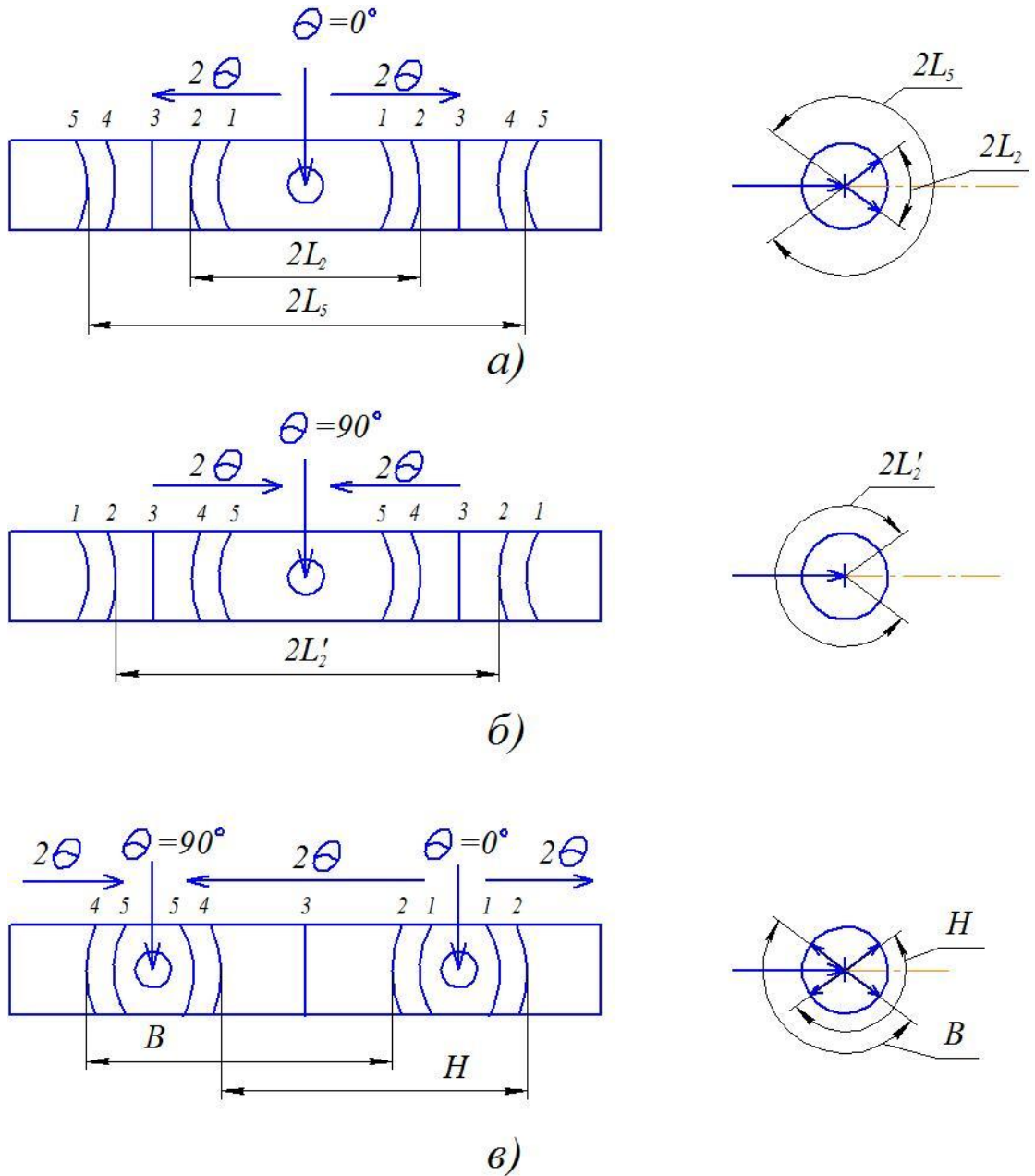
де D – номінальний діаметр камери ($D = 57.3$ мм).

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

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

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

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



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

Рисунок 3.1 – Схема зйомки стовпчика у циліндричній камері Дебая

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

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

При зйомці рентгенограми від плоского шліфа в циліндричній камері Дебая сфокусованими (не розмитими) є тільки ті лінії, що задовольняють співвідношенню Курдюмова (3.4):

$$tg\psi = \frac{Sin2\vartheta}{\frac{R}{b} + Cos2\vartheta}, \quad (3.4)$$

де ψ – кут повороту площини шліфа до первинного пучка;
 ϑ – кут відбиття Вульфа-Брегга для лінії, що фокусується;
 R – відстань від зразка до плівки;
 b – відстань від зразка до першої (зовнішньої) щілини діафрагми коліматора.

При звичайному співвідношенні $R/b = 0.5$ задовільне фокусування ліній при $\vartheta < 45^{\circ}$ можна досягти прийняв $\psi = 35^{\circ}$.

При використанні щілинної діафрагми замість круглої, розмивання ліній, що не задовольняє умовам фокусування, отримується меншим.

У випадку необхідності отримання системи сфокусованих ліній, які відповідають малим брегтовським кутам, зйомку проводять при меншому куті нахилу $\psi = 10^{\circ} - 5^{\circ}$.

Визначення міжплощинної відстані проводиться за формулою Вульфа-Брегга (3.5):

$$d_{HKL} = \frac{\lambda}{2Sin\vartheta}, \quad (3.5)$$

де λ – довжина хвилі випромінювання (наприклад, для K -випромінювання міді $\lambda_{\alpha} = 1.54178 \text{ \AA}$, $\lambda_{\beta} = 1.39217 \text{ \AA}$).

Випадкова похибка при визначенні міжплощинної відстані пов'язана з неточністю виміру відстані між лініями при усіх методах закладки плівки.

Випадкова похибка визначається за формулами (3.6) та (3.7).

$$\frac{\Delta d_{HLK}}{d_{HLK}} = Ctg\vartheta \cdot \Delta\vartheta, \quad (3.6)$$

$$\Delta \vartheta = \frac{1}{2D} (2\Delta L + 2\vartheta \cdot \Delta D), \quad (3.7)$$

де $\Delta 2L$ та ΔD – абсолютні помилки при визначенні відстані між лініями $2L$ та діаметром камери D .

3.3 Використання електронної мікроскопії для визначення складу зварних швів

3.3.1 Обладнання для електронної мікроскопії зварних швів

Електронна мікроскопія широко використовується для тонких досліджень у матеріалознавстві, хімії, кристалографії тощо, у тому числі і при дослідженні складу та структури зварних швів.

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

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

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

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

Додатково про галузі використання досліджень, види, принцип електронної мікроскопії дивись пункти: 2.2 та 5.3.

3.3.2 Особливості використання електронної мікроскопії та приготування зразків для дослідження зварних швів

В електронній мікроскопії використовуються методи: прямий, непрямий та напівпрямий. При прямому методі в пучку електронів, що проходить, досліджують безпосередньо зразок у вигляді тонкої металічної фольги, а при непрямому – тонкий зліпок (репліка) з поверхні зразка. Кращі

репліки дозволяють отримувати розділення $20 \overset{\circ}{\text{Å}}$ та передати будову рельєфу поверхні, а по методу дослідження фольг розділення досягає

$3 - 10 \overset{\circ}{\text{Å}}$, і можна дослідити внутрішню структуру металу.

При дослідженні звичайних металографічних зразків за допомогою електронних мікроскопів, що просвічують, особливо широко

використовується метод реплік – тонких плівок (напівпрямий), який дозволяє відтворити рельєф поверхні шліфа. Товщина таких плівок повинна бути порядку 0.01 *мкм*.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

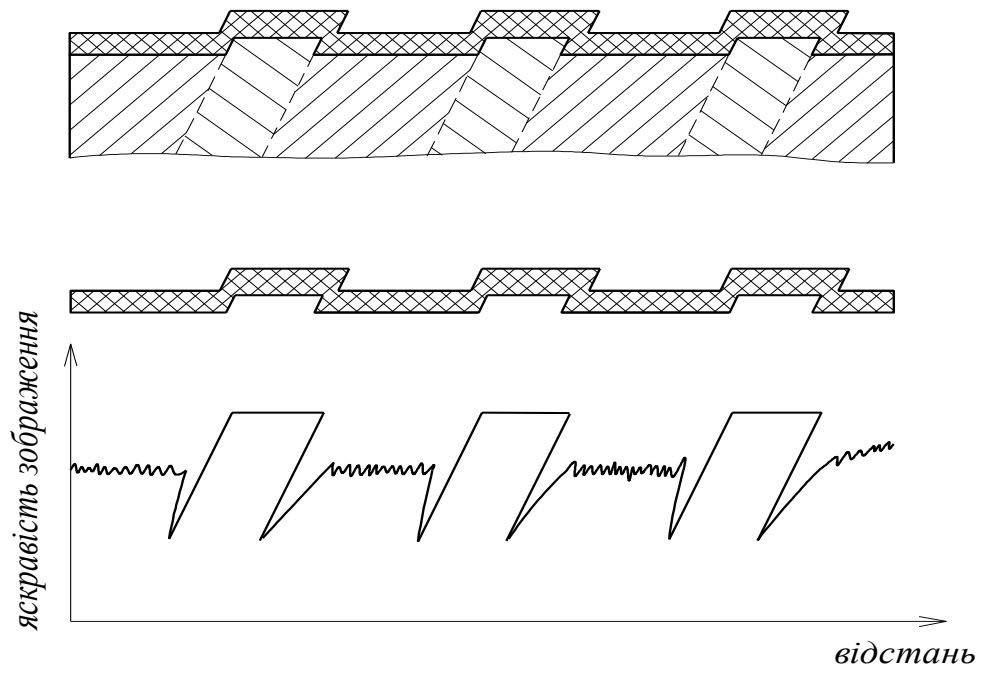
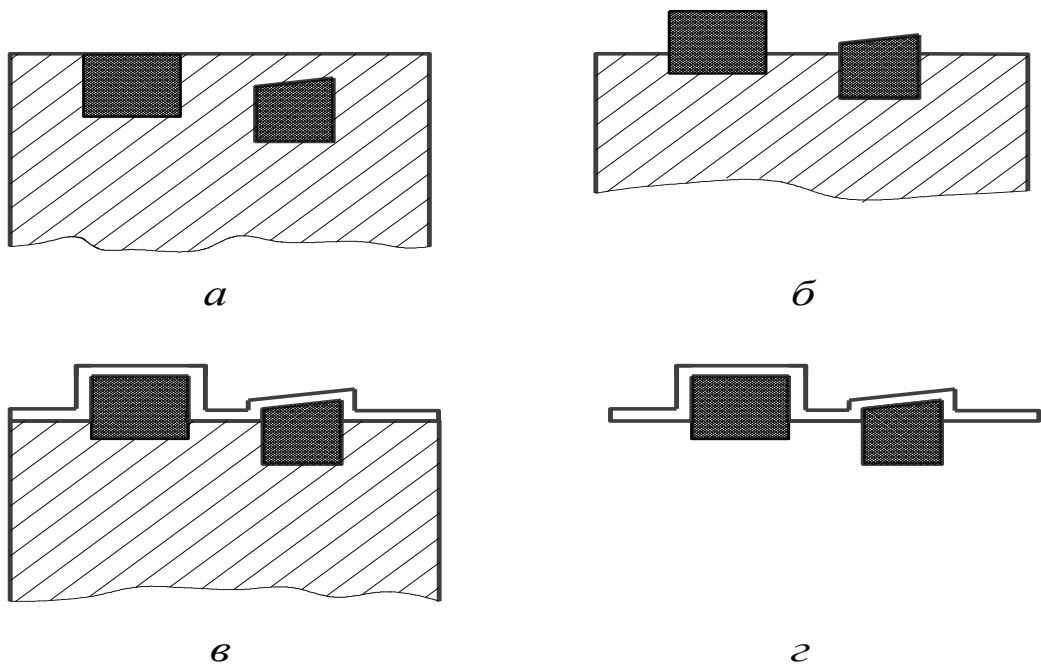


Рисунок 3.2 – Репліка рельєфної структури



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

Рисунок 3.3 – Схема фіксування частинок реплікою

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

Метод досліджень за допомогою оксидних реплік є напівпрямим, так як ці плівки є дуже тонким зліпком поверхні шліфа, а частинки фаз в них розташовуються у тих же місцях, в котрих вони знаходилися у сплаві. Оксидні репліки мають достатню густину, міцні, стійкі під електронним променем та не потребують додаткового відтінення. Метод дозволяє отримати розділення деталей поверхні шліфа у електронному мікроскопі не менше 100 Å .

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

Лакові репліки дозволяють виявити деталі рельєфу розміром більше $200 - 500 \text{ Å}$. Низька роздільна здатність цих реплік пояснюється:

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

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

3.4 Використання мікрорентгеноспектрального аналізу

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

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

Вузкий пучок електронів фокусується блоком електромагнітних лінз електронного мікроскопа та падає на об'єкт, що досліджується. Пучок іонізує внутрішні електронні оболонки атомів об'єкта. Електрони переходять з одного енергетичного стану в інший. При цьому виникає рентгенівське випромінювання, яке має лінійний спектр та має назву характеристичного випромінювання. Кожному виду атомів відповідає визначена енергія іонізації. По енергії кванту випромінювання E , що виходить з об'єкту, при зворотному переході можна встановити, якому атому цей квант належить. Енергія кванта пов'язана з довжиною хвилі випромінювання λ та частотою ν співвідношенням (3.8):

$$E = h\nu = \frac{hc}{\lambda}, \quad (3.8)$$

де h – постійна Планка, $h = 4.1 \cdot 10^{-15} \text{ eB}$;
 c – швидкість світла, $c = 3 \cdot 10^{10} \text{ см} \cdot \text{с}^{-1}$;
 λ – довжина хвилі, см ;
 ν – частота хвилі, с^{-1} .

При збудженні атому речовини зарядженою частинкою γ з енергією E_γ , остання може вибити з атому будь-який електрон (K , L , M або N - рівня). Якщо вибито K – електрон, то в K – оболонці виникає вакансія (дірка), яку може заповнити електрон з іншої оболонки (наприклад, для оболонки L : $L \rightarrow K$, $M \rightarrow L$, $N \rightarrow M$ і так далі). При переході електрону на більш високий рівень звільняється порція енергії (рисунок 3.4).

Це ілюструють формули (3.8) – (3.9):

$$\Delta E_1 = E_K - E_L, \quad (3.8)$$

$$\Delta E_2 = E_K - E_M, \quad (3.9)$$

$$\Delta E_3 = E_K - E_N, \quad (3.10)$$

де E_K – енергія зв'язку K - електронів з ядром.

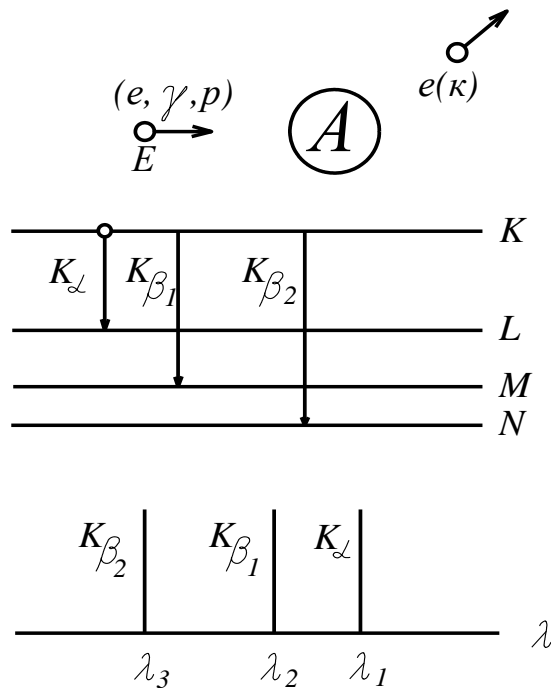


Рисунок 3.4 – Схема виникнення ліній характеристичного спектру

Якщо порції енергії ΔE_1 , ΔE_2 і так далі, звільняються у вигляді випромінювання, то виникає K – серія спектральних ліній відповідно до формул (3.11) – (3.13):

$$\Delta E_1 = h\nu_1, \quad (3.11)$$

$$\Delta E_2 = h\nu_2, \quad (3.12)$$

$$\Delta E_3 = h\nu_3. \quad (3.13)$$

Довжина хвилі променя визначається за формулами (3.14) та (3.15).

$$\lambda = \frac{hc}{\Delta E}, \quad (3.14)$$

$$\lambda = \frac{B}{\Delta E}, \quad (3.15)$$

де $B = const.$

Так як $\Delta E_1 < \Delta E_2 < \Delta E_3$, то $\lambda_1 < \lambda_2 < \lambda_3$.

Характеристичне випромінювання носить імовірний характер. Це значить, що при іонізації атому частинкою з енергією $E_\gamma > E_K$, може виникнути будь-яка лінія серії K , L , M з визначеною тільки для неї імовірністю. Імовірний характер випромінювання відображується в різниці інтенсивностей спектральних ліній.

Інтенсивність – це потік енергії по усім напрямкам за одиницю часу. Вона залежить від: порядкового номера елемента Z ; номера лінії спектра i ; енергії E_γ та сорту іонізуючої частинки γ ; імовірності переходу атома з стану i в стан f ; частоти кванта, що вийшов з речовини при переході $i \rightarrow f$.

Умова максимальної ефективності збудження первинних спектрів $E_1 \geq E_i$.

Енергія зарядженої частинки залежить від напруги, що прискорює, яка впливає і на інтенсивність ліній спектру (3.16):

$$I = \text{const} \cdot (U - U_i)^n, \quad (3.16)$$

де I – інтенсивність ліній спектру;
 U – напруга, що прискорює;
 U_i – напруга збудження i – лінії спектру;
 $n = 1.5 - 2$.

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

Якщо пучок монохроматичних рентгенівських променів з довжиною хвилі λ падає на першу атомну площину кристал-аналізатора під кутом θ , то частина пучка відбивається під тим же кутом, а решта пройде в глибину до наступних атомних площин. Для визначення результуючого відбиття необхідно скласти парціальні відбиття від багатьох площин. Якщо ці відбиття складаються в однаковій фазі, то в результаті виникає сильне відбиття. Довжина хвилі випромінювання λ , кут θ , під яким дане випромінювання падає на кристал-аналізатор, пов'язані рівнянням Вульфа-Брегга (3.17):

$$n\lambda = 2d \cdot \sin\theta, \quad (3.17)$$

де n – ціле число.

Рівняння Вульфа-Брегга означає, що із усього спектру випромінювання, яке впало під кутом θ на кристал-аналізатор з міжплощинною відстанню d , відбиватиметься від нього під тим же кутом випромінювання будуть тільки хвилі цілком визначеної довжини ($\lambda, 2\lambda, 3\lambda \dots$), які відповідають даним d та θ . Чим більше значення n , тим менша інтенсивність випромінювання та більший фон (рисунок 3.5 та рисунок 3.6).

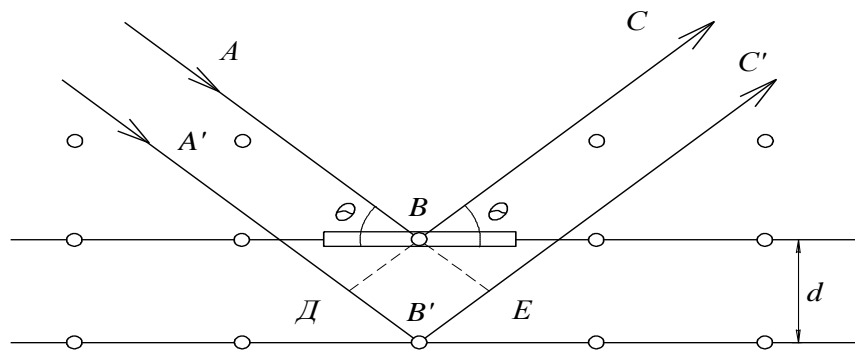
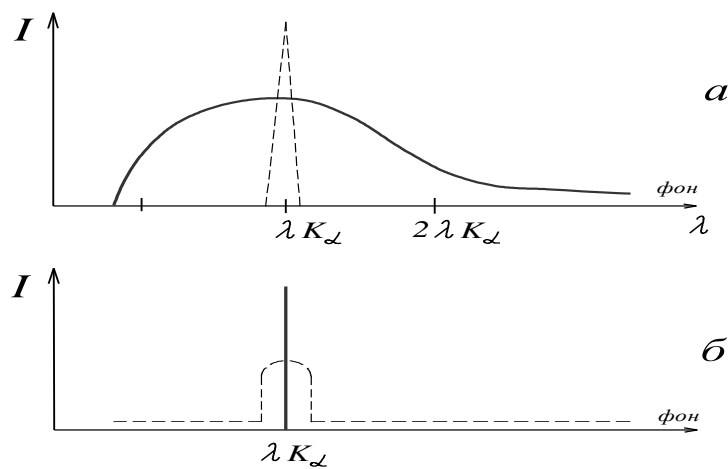


Рисунок 3.5 – Хід рентгенівських променів в кристал-аналізаторі



- а) – до кристал-аналізатора;
- б) – після кристал-аналізатора

Рисунок 3.6 – Спектральний склад випромінювання до та після кристал-аналізатора

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

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

Кількісний мікроаналіз вмісту речовини в електронно-мікроскопічних об'єктах заснований на вимірюванні інтенсивності однієї з аналітичних ліній характеристичного рентгенівського спектру цього елемента I_0 та фону

безперервного спектру I_H . Концентрація елемента A визначається за допомогою аналітичного виразу (3.18):

$$C_A = K (I_0 - I_H) = K I_A, \quad (3.18)$$

де C_A – концентрація елемента A в об'єкті, що аналізується;
 K – коефіцієнт пропорційності, який залежить від умов аналізу та визначається експериментально;
 I_0 – інтенсивність ліній, що виміряна спектрометром;
 I_H – інтенсивність фону.

Недоліком методу абсолютного вимірювання C_A є невизначеність коефіцієнту K .

На практиці прийнято визначати C_A за допомогою співвідношення інтенсивності аналітичних ліній елементів від об'єктів $I_{(A)}$ та від еталона I_A (3.19):

$$C_A = \frac{I_{(A)}}{I_A} \cdot \frac{m_{(A)}}{m_A}, \quad (3.19)$$

де m_A та $m_{(A)}$ маси речовини у зоні збудження рентгенівського випромінювання, відповідно в об'єкті та еталоні (для достатньо товстих зразків $\frac{m_{(A)}}{m_A} \approx 1$).

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

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

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

Мікрорентгеноспектральне зондування поверхні електронним пучком 0.1 – 3 мкм (електронним зондом) достатньо широко використовується для вивчення характеру дифузійних процесів при зварюванні.

Рентгенівські мікроаналізатори мають систему для сканування електронного пучка по поверхні, що досліджується та отримання на телеекрані зображення розподілу на деякій відстані хімічного елемента, що аналізується. В деяких мікроаналізаторах передбачене автоматичне налаштування спектрометра на лінію хімічного елемента, що визначається,

реєстрації її інтенсивності та розрахунку концентрації хімічного елемента за допомогою ЕОМ по заданій програмі [23, 24].

Для цього можна використовувати прилад MAP-1, який дозволяє визначити розподілення елементів в зоні зварного шва. Наприклад, на рисунку 3.7 приведено зміну концентрацій титану та ніобію при дифузії крізь стик при дифузійному зварюванні у вакуумі. Зокрема, з приведених кривих спостерігається переважна дифузія титану у ніобій (приклад переважної дифузії легкоплавкого елемента у більш тугоплавкий).

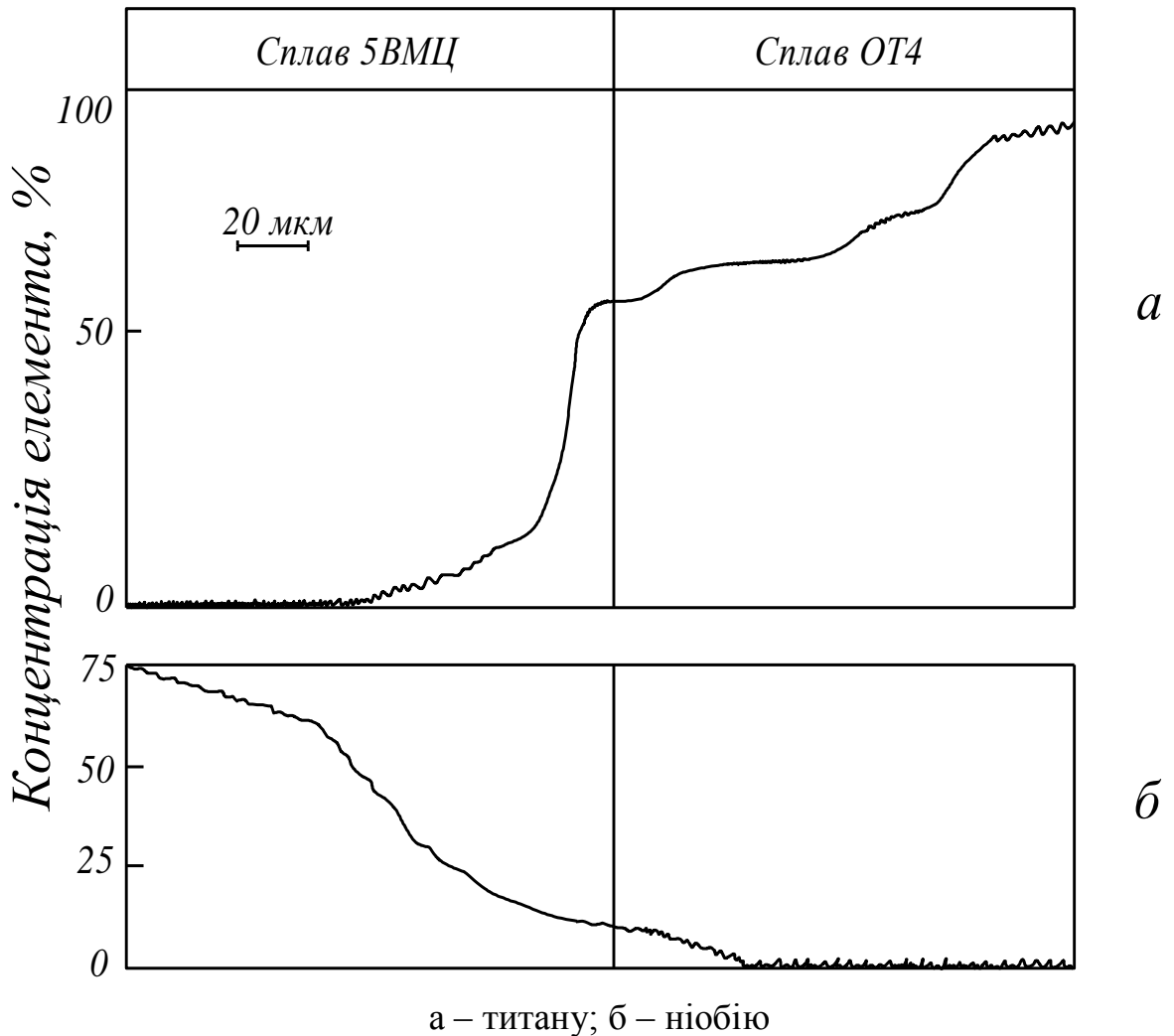


Рисунок 3.7 – Визначення дифузії основних компонентів сплавів крізь стик при дифузійному зварюванні у вакуумі

3.5 Використання металографічного аналізу для визначення складу зварних швів

В основі металографічного аналізу лежить зразок, що досліджується. Це може бути частиною зварного шва, перехідною зоною або основного металу визначених розмірів та оброблених у відповідності до виду досліджень та за стандартними методиками.

3.5.1 Визначення механічних властивостей зварних швів

Основними механічними характеристиками зварного шва, перехідної зони та основного металу являються: міцність, пружність, пластичність, в'язкість та твердість.

В залежності від відповідних факторів механічні властивості поділяють на групи:

- по характеру дії навантаження;
- по тривалості прикладання навантаження;
- по температурі, при якій проводяться випробування.

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

- статичними;
- динамічними;
- циклічними.

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

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

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

Основними видами досліджень для виявлення механічних властивостей зварних швів являються:

- випробування на розтяг (у загальному випадку визначають: межу пропорційності, межу пружності, межу текучості, тимчасовий опір (межу міцності), істинний опір розриву, відносне подовження після розриву, відносне звуження після розриву). В багатьох випадках обмежуються визначенням межі міцності (контрольні випробування проводять на стандартних зразках, форма та розміри яких наведені в ГОСТ 1497-73);

- ударні випробування – для виявлення стійкості зварних швів до динамічних (ударних) навантажень;

- вимірювання твердості (для визначення твердості застосовують методи вимірювання твердості по Роквеллу – ГОСТ 9013-59, Віккерсу – ГОСТ 2999-75, Бринеллю – ГОСТ 9012-59 та ударного відбитку);

- вимірювання мікротвердості, яка характеризує опір матеріалу пружному та пластичному деформуванню.

Метод мікротвердості застосовують для визначення твердості окремих фаз та структурних складових, окремих зерен та тонкого приповерхневого шару.

Випробування проводять у відповідності з вимогами ГОСТ 9450-76.

При визначенні мікротвердості в зразок, що досліджується, під дією навантаження P вдавлюється алмазний наконечник (індентор), який має форму піраміди. При вимірюванні величина навантаження може бути в межах $0.05 - 5 \text{ Н}$ ($0.005 - 0.5 \text{ кгс}$). Після зняття навантаження на поверхні залишається відбиток у вигляді піраміди з квадратною основою (рисунок 3.8).

Для визначення твердості H ($\text{кгс}\cdot\text{мм}^{-2}$) навантаження P ділять на умовну площу бокової поверхні відбитку (3.20):

$$H = \frac{2P \cdot \sin \frac{\alpha}{2}}{d^2} = 1.8544 \frac{P}{d^2}, \quad (3.20)$$

де P – навантаження на піраміду;

α – кут між боковими гранями піраміди, який дорівнює 136° ;

d – діагональ відбитку.

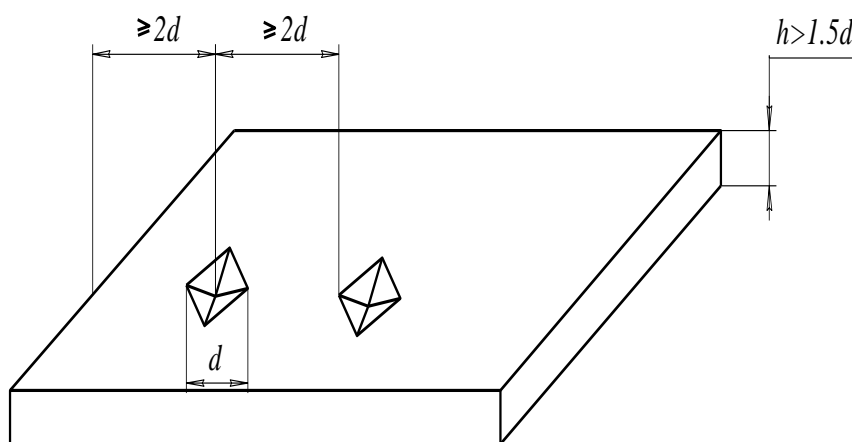


Рисунок 3.8 – Схема розташування відбитку при вимірюванні мікротвердості

Щоб не проводити розрахунки використовують таблиці (доповнення до ГОСТ 9450-76), в яких наведені значення мікротвердості в залежності від навантаження, що прикладається та довжини діагоналі відбитку (чим більша довжина діагоналі, тим менша твердість металу). Довжина діагоналі відбитку звичайно становить $3 - 300 \text{ мкм}$, а глибина $0.5 - 40 \text{ мкм}$. Число мікротвердості записується так: H з позначенням величини навантаження та отриманого результату (наприклад, $H_{10} - 180$, це означає, що визначення

проводилося при навантаженні 10 кгс (100 Н) і мікротвердість металу складає 180 кгс мм⁻²).

Мікротвердість визначають на відполірованій поверхні. При виготовленні зразка для досліджень, потрібно щоб не відбувся наклеп чи нагрів поверхні, що приведе до викривлення величини мікротвердості.

Навантаження вибирається відповідно до величини площі ділянки, на якій будуть вимірювати мікротвердість, та товщини зразка (шару). Мінімальна товщина зразка повинна бути більше діагоналі відбитку в 1.5 рази. Відстань від центру відбитка до краю зразка чи краю сусіднього відбитку повинна бути не менше 2d.

Вимірювання мікротвердості проводять на спеціальному приладі, наприклад, настільному приладі ПМТ-3 з предметним столиком, на якому розміщується зразок, що досліджується. Вимірювання потрібно проводити з особливою старанністю, так як коливання приладу, поштовхи, різке навантаження, невірна підготовка зразка, тріщина та сколи алмазної піраміди приводять до викривлення форми відбитку, а отже і результатів вимірювань.

Випробуванням на мікротвердість підлягає широке коло матеріалів: від дуже м'яких (твердість менше 1 кгс·мм⁻²) до дуже твердих типу алмазу (твердість більш 10000 кгс·мм⁻²).

Випробування на мікротвердість широко використовується при фізико-хімічному аналізі. Крім визначення твердості окремих фаз та структурних складових, окремих зерен та тонкого приповерхневого шару, метод мікротвердості дозволяє дослідити:

- розподіл легованих елементів і домішок в зварному шві та перехідній зоні;
- вивчати дифузію в металах та сплавах, зокрема в зварному шві та перехідній зоні;
- досліджувати рух дислокацій;
- зміни властивостей приповерхневих шарів та перехідних зон в зварних з'єднаннях.

3.5.2 Використання оптичного металознавства для визначення складу зварних швів

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

Для виявлення мікроструктури сплавів використовують наступні методи:

- хімічне травлення (травлення поверхні зразка відбувається під дією хімічних реактивів);

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

Особливості, рекомендації та техніка виявлення мікроструктури за вище переліченими методами наведено в [25].

При використанні металографічного аналізу поверхні та об'єму зварних швів збільшення складає до 1000 *крат* (мікроскопи МІМ-7, МІМ-8, МІМ-9 та інші), а при використанні ультрафіолетових променів або імерсії збільшення до 1800 – 2000 *крат*.

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

Розглянемо просторову мікроструктуру двофазового сплаву, одиниця об'єму якого у вигляді куба з ребром, що дорівнює 1 *мм*, схематично зображена на рисунку 3.9. Структура складається з мікрочастинок фази α всередині маточної фази β . Частку фази α у сплаві або сумарний об'єм всіх мікрочастинок цієї фази в одиниці об'єму мікроструктури позначаємо $\sum V_{\alpha}$, *мм*³·*мм*⁻³.

На передній грані куба, що розглядається, площа якої дорівнює 1 *мм*², ми бачимо двохмірну структуру сплаву, яка складається з тих самих фаз α та β . Частину площі, яка припадає на фазу α , тобто сумарну площу всіх перерізів мікрочастинок цієї фази на одиниці площі двомірної структури (на 1 *мм*² площі шліфа) позначимо $\sum F_{\alpha}$ *мм*²·*мм*⁻².

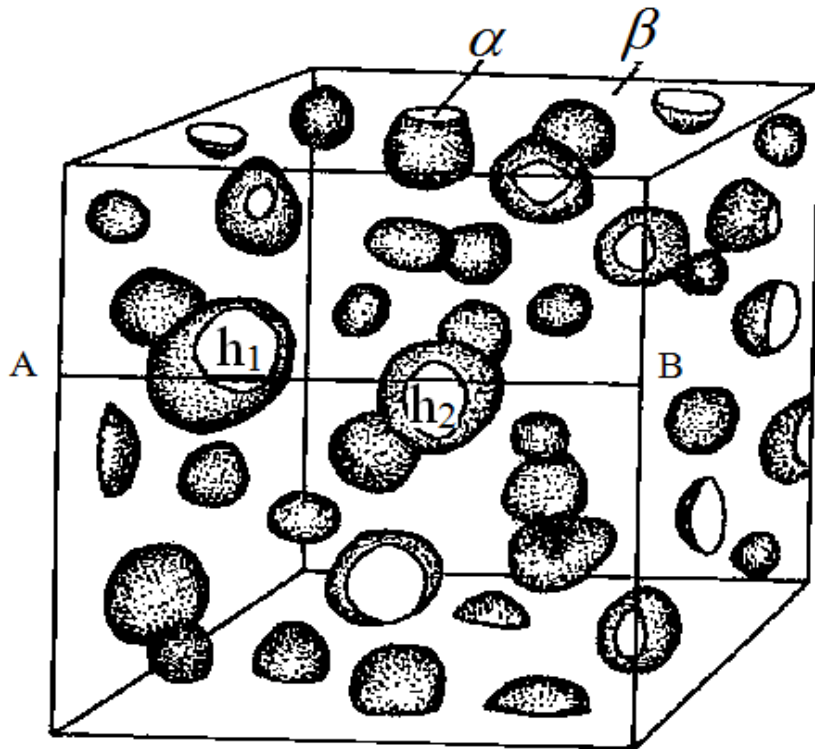


Рисунок 3.9 – Просторова структура, яка складається з мікрочастинок фази α у матричній фазі β

Проведемо велику кількість Z рівновідстаючих перерізів, паралельних передній грані куба (рисунок 3.9), та отримаємо Z плоскопаралельних пластинок товщиною $\Delta=1/Z$ кожна, та площею 1 мм^2 . Частину площі, яка припадає на фазу α на цих перерізах, позначимо $\sum F_{\alpha_1}, \sum F_{\alpha_2}, \dots, \sum F_{\alpha_Z}$. Оскільки кількість перерізів може бути як завгодно великою, а товщина пластинок Δ як завгодно малою, приймаємо, що об'єм фази α в середині першої пластинки дорівнює $\Delta \cdot \sum F_{\alpha_1}$, в другій $\Delta \cdot \sum F_{\alpha_2}$ і т.д. Тому сумарний об'єм фази α всередині всіх пластинок (1 мм^3 структури) буде дорівнювати (враховуючи, що $\Delta=1/Z$):

$$\begin{aligned} \sum V_{\alpha} &= \Delta \cdot \sum F_{\alpha_1} + \sum F_{\alpha_2} + \dots + \Delta \cdot \sum F_{\alpha_Z} = \\ &= \frac{(\sum F_{\alpha_1} + \sum F_{\alpha_2} + \dots + \sum F_{\alpha_Z})}{Z} = \sum F_{\alpha}, \end{aligned} \quad (3.21)$$

де $\sum F_{\alpha}$ – середня величина площі, зайнятої фазою α на одиниці площі двовірної структури, $\text{мм}^2 \cdot \text{мм}^{-2}$.

Отримане співвідношення (3.21) показує, що частина фази в об'ємі сплаву та частина площі двомірної структури (шліфа), зайнята цією фазою, чисельно рівні (М. Делес, 1847).

Перейдемо до розгляду двомірної структури, яка спостерігається на передній грані куба (рисунок 3.9). Проведемо на цій грані велику кількість рівновідстаючих горизонтальних прямих (січних) і отримаємо Z вузьких смужок шириною $\Delta=1/Z$ та довжиною 1 мм кожна (на рисунку 3.9 показана одна така січна АВ). Позначимо сумарну довжину відрізків цих прямих, які проходять по фазі α , як $\sum h_{\alpha_1}$, $\sum h_{\alpha_2}$ і т.д. оскільки ширина смужок дуже мала, приймаємо, що площа фази α на першій смужці дорівнює $\Delta \cdot \sum h_{\alpha_1}$, на другій $\Delta \cdot \sum h_{\alpha_2}$ і т. д. Тоді сумарна площа фази α на всіх Z смужках, тобто на 1 мм^2 двомірної структури, буде однаковою:

$$\begin{aligned} \sum F_{\alpha} &= \Delta \cdot \sum h_{\alpha_1} + \Delta \cdot \sum h_{\alpha_2} + \dots + \Delta \cdot \sum h_{\alpha_Z} = \\ &= \frac{(\sum h_{\alpha_1} + \sum h_{\alpha_2} + \dots + \sum h_{\alpha_Z})}{Z} = \sum h_{\alpha} \end{aligned} \quad , \quad (3.22)$$

де $\sum h_{\alpha}$ – середня сумарна довжина відрізків, які проходять по фазі α на одиниці довжини січної, $\text{мм} \cdot \text{мм}^{-1}$.

Із співвідношення (3.22) випливає, що доля фази на площі двомірної структури (шліфа) чисельно дорівнює довжині січної лінії, яка проходить через цю фазу (А. Розіваль, 1898).

Нанесемо на ту ж двомірну структуру (рисунок 3.9) велику кількість точок Z , які розташуються на площі структури хаотично, але статистично рівномірно. Із загального числа точок Z деяка доля точок Z_{α} потрапляє на ділянки фази α , а ті що залишилися – на фазу β . З теорії ймовірності відомо, що, якщо на деяку площину кинути „на удачу” точку, то ймовірність попадання точки на яку-небудь частину цієї площі пропорційна площі цієї частини і не залежить від її форми та розташування (загалом вона може складатися з ряду ділянок). У нашому випадку вся площа дорівнює 1 мм^2 , а та частина площі, яка нас цікавить, яка зайнята фазою α , дорівнює $\sum F_{\alpha}$, $\text{мм}^2 \cdot \text{мм}^{-2}$.

Звідси випливає:

$$\frac{Z_{\alpha}}{Z} = \frac{\sum F_{\alpha}}{1} \quad , \quad (3.23)$$

тобто

$$\Sigma F_{\alpha} = \frac{Z_{\alpha}}{Z}, \text{ мм}^2 \cdot \text{мм}^{-2}. \quad (3.24)$$

Згідно з отриманим співвідношенням (3.24) доля фази на площі двовірної структури (шліфа) чисельно дорівнює долі числа випадкових точок, які потрапили на цю фазу (А. Глаголев, 1931).

Звівши співвідношення (3.21) – (3.24), отримаємо *перше основне стереометричне співвідношення*, згідно якого доля фази в об'ємі сплаву, на площі шліфа, на січній лінії і доля випадкових точок, які потрапили на фазу, дорівнюють одне одному (3.25):

$$\Sigma V_{\alpha} = \Sigma F_{\alpha} = \Sigma h_{\alpha} = \frac{Z_{\alpha}}{Z}. \quad (3.25)$$

Співвідношення (3.25) виведено математично строго. Воно показує, що вимірювання відносного об'єму фази (або структурної складової) у сплаві можна замінити вимірюванням та підсумовуванням площ на одиниці площі шліфа, довжин відрізків на одиниці довжини січної лінії або підрахунком числа випадкових точок на шліфі. Визначення об'ємної долі фаз сплаву можна робити по одному з цих трьох варіантів, незалежно від загального числа фаз або структурних складових сплаву.

Лінійний метод визначення об'ємної частки фази або структурної складової у сплаві засновано на точному рівнянні (3.22), яке є частиною першого основного стереометричного співвідношення (3.25), згідно якого об'ємна доля структурної складової (або фази) у сплаві дорівнює долі довжини січної лінії, яка проходить через цю складову в об'ємі (або на шліфі). Тому лінійний метод зводиться до вимірювання та підсумовування довжин відрізків прямої, яка проходить через дану структурну складову (або фазу), на відповідній довжині січної лінії.

Вимірювання довжин відрізків (лінійний метод), на відміну від вимірювання площин, значно знижує трудомісткість визначення, а також дозволяє механізувати та автоматизувати цей метод визначення, в цьому його перевага перед планіметричним.

Простіший варіант застосування лінійного методу при спостереженні структури показано на рисунку 3.10. Осьова лінія лінійки окуляр мікрометра поділена на 100 частин. Сумарна довжина відрізків цієї лінії, які лежать на структурній складовій α (на рисунку заштрихована), при показаному положенні дорівнює 42 поділки (12+2+19+9). Звідси, по цьому визначенню об'ємна доля складової α в сплаві дорівнює 0.42, або 42 %. Повторюючи вимірювання у достатньо великій кількості полів зору, отримаємо результат бажаної точності.

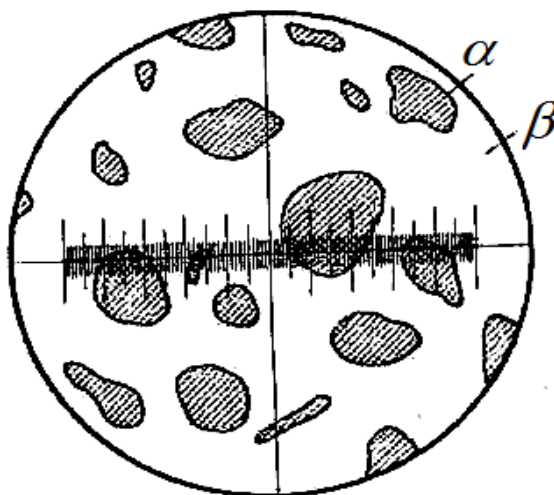


Рисунок 3.10 – Схема визначення об'ємної частки фази α лінійним методом при нерухомому шліфі

Якщо число складових більше двох, вимірюють і складають довжини відрізків осьової лінії лінійки для кожної складової окремо, отримуючи долі об'єму кожної з них. При цьому можна не вимірювати відрізки, які лежать на складовій, об'ємна доля якої є найбільшою – її можна отримати по різниці, як додаток до 100 %.

Застосування інтеграційних столиків набагато прискорює процес аналізу, тому що в цьому випадку переміщення шліфа, вимірювання та підсумовування довжин відрізків йдуть одночасно. При використанні інтеграційних столиків відрізки вимірюються більш точно, тому що при використанні лінійки окуляр-мікрометра довжини відрізків не обов'язково виражаються цілими числами поділок. Перед цим для контролю кожної зі структурних складових, яких 6, вибирають окремий мікрометричний гвинт. Тому можна аналізувати структури, що мають до 6 різних складових. При аналізі користуються окуляром з хрестом штрихів.

На рисунку 3.11 схематично представлена процедура визначення об'ємного структурного складу сірого чавуну за допомогою інтеграційного столика. Шліф переміщують в одному й тому ж напрямку, послідовно обертаючи різні головки мікрометричних гвинтів. Рух шліфа, при якому перехрестя окуляра проходить через феритну ділянку (1-2), здійснюють гвинтом 1, через ділянку перліту (2-3, 4-5 і 6-7) – здійснюють гвинтом 2, через фосфористу евтектику (3-4) – гвинтом 3 і через графіт (5-6) – гвинтом 4. Після перегляду шліфа по одній січній прямій повторюють вимірювання по іншій січній, що паралельна їй, і т.д. В результаті сумарну довжину відрізків, що проходять по фериту, покаже гвинт 1, по перліту – гвинт 2, по фосфористій евтектиці – гвинт 3, по графіту – гвинт 4. Кожне з цих показань, поділене на їх суму, визначає об'ємну долю відповідної структурної складової в структурі сірого чавуну.

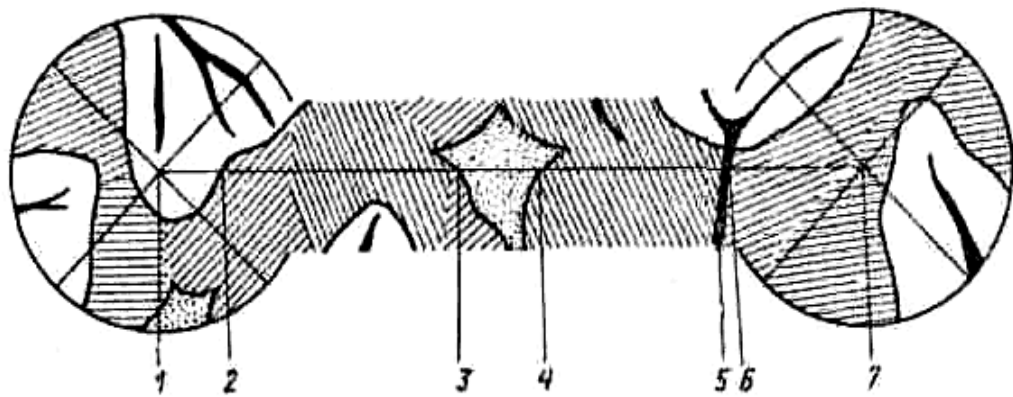


Рисунок 3.11 – Схема визначення об'ємних часток структурних складових сірого чавуна лінійним методом за допомогою інтеграційного столика

Електричні інтеграційні столики дозволяють механізувати процес аналізу, ще більше полегшуючи роботу спостерігача і підвищуючи продуктивність. В цьому випадку поступове переміщення шліфа здійснюється за допомогою електродвигуна і передачі, довжини відрізків сумуються лічильниками, а дослідник повинен натискати відповідну кнопку або клавішу при переході точки перехрестя окуляра з однієї структурної складової на іншу, тобто при перетинанні цією точкою граничної лінії між різними структурними складовими (чи фазами).

Повна автоматизація лінійного аналізу здійснюється скануванням структури на телевізійному мікроскопі. Тривалість імпульсів визначеної амплітуди пропорційна довжинам відрізків (хорд) ліній телевізійної розгортки, що проходять по даній структурній складовій. Тому об'ємна частка сумарної тривалості імпульсів відповідної амплітуди до тривалості розгортки всього поля зору (або визначеної ділянки цього поля). Лічильниково-розв'язуючий пристрій телевізійного мікроскопа автоматично сумує тривалість імпульсів визначеної амплітуди і видає готовий результат оцінки долі площі або об'єму, зайнятої в сплаві даної структурної складової.

Точність лінійного методу обумовлена числом відрізків (хорд), що вимірюються, в процесі аналізу. Вона залежить також від об'ємної долі структурної складової, її дисперсності і характеру структури.

Для розрахунку абсолютної помилки можна користуватися напівемпіричною формулою:

$$\varepsilon = k \cdot t \cdot \sqrt{\frac{\sum V \cdot (1 - \sum V)}{Z}}, \quad (3.26)$$

де $\sum V$ – об'ємна доля структурної складової у сплаві;

t – нормоване відхилення;

Z – число виміряних при аналізі відрізків (хорд);
 k – коефіцієнт, що залежить від характеру структури.

Нормоване відхилення t обирають по таблиці 3.1 в залежності від потрібної довірчої вірогідності P . Звичайно для оцінки точності аналізу користуються вірогідною помилкою при обчисленні якої $t=0.6745$. Коефіцієнт k залежить головним чином, від однорідності відрізків, що отримали, по довжині і може бути прийнятий рівним одиниці. Якщо перерізи мікрочастинок складової, що аналізується, рівновісні і розподілені рівномірно, коефіцієнт k можна знизити до 0.65. При смугастій структурі (наприклад, неметалічні включення на поздовжньому шліфі, смугасте розташування фериту або перліту і т.п.) коефіцієнт k дуже сильно змінюється в залежності від напрямку січних ліній відносно осі орієнтації структури. В цьому випадку найбільш невігідне розташування січних ліній паралельно осі орієнтації, яке використовувати не треба і краще розташування січних перпендикулярно до осі орієнтації, при якому k можна знизити до 0.4.

При визначенні похибки можливі два випадки :

- 1) аналізу, що вже зроблено;
- 2) числа відрізків, які необхідно виміряти для отримання аналізу заданої точності.

В першому випадку у формулу (3.26) підставляють отримані в ході аналізу значення ΣV та Z , відповідає до характеру структури значення коефіцієнта k і величину t , яка визначається в залежності від вимог, які висуваються до довірчої вірогідності аналізу. В цьому випадку для визначення вірогідної абсолютної похибки можна використовувати дані таблиці 3.3.

В другому випадку для попереднього розрахунку числа відрізків Z , які повинні бути виміряні для отримання заданої абсолютної похибки ε , необхідно визначити приблизно (на око) долю площі шліфа, яка зайнята складовою, що аналізується, задається величиною нормованого відхилення t і коефіцієнту k (в залежності від характеру структури) та, підставивши всі ці величини в формулу (3.26), знайти число відрізків Z . Для визначення числа відрізків Z , потрібного для отримання заданого значення абсолютної вірогідної похибки, при якій $t = 0.6745$, потрібно користуватися даними таблиці 3.2. Якщо після проведення аналізу отримаємо, що прийнята на око кількість структурної складової сильно відрізняється від результату аналізу, розрахунок слід повторити, підставивши в формулу (3.26) знайдене значення ΣV .

Слід мати на увазі, що абсолютна похибка ε виражається в долях чи відсотках об'єму сплаву і тому її допустима величина залежить від вмісту складової, що аналізується, у сплаві. Якщо, наприклад, об'ємна доля складової дорівнює 50 % і при визначенні цієї величини абсолютна похибка

дорівнює 1 %, дійсна кількість складової буде лежати в межах 49 % та 51 %. Відносна похибка в цьому разі складе 2 %, що загалом припустимо навіть при високих вимогах до результату аналізу. Але, якщо кількість складової дорівнює всього 2 % та вона визначена з такою ж абсолютною похибкою, що дорівнює 1 %, дійсна кількість складової буде лежати в межах між 1 % та 3 %, відносна похибка буде становити 50 %, що не припустимо. Таблиця 3.2 показує, що число відрізків, що вимірюються, швидко зростає зі зменшенням величини абсолютної похибки ε .

Точковий метод засновано на точному вираженні (3.24), котре є частиною першого основного співвідношення (3.25) стереометричної металографії. Сутність точкового методу можна проілюструвати наступним прикладом.

Уявимо собі поле, розділене на ряд нерівних ділянок, площі яких нам відомі. Все поле рівномірно засіяно, причому нам відомо загальне число зерен, затрачених на посів. Якщо потрібно визначити число зерен, які потрапили на кожну із ділянок поля, задача елементарно проста, так як очевидно, що ці числа пропорційні площам ділянок поля. Але також легко розв'язується і зворотна задача: знайти площі кожної з ділянок, якщо нам відомі числа зерен, що потрапили на кожну з них окремо, тому що площі ділянок пропорційні числу зерен, що потрапили на них. Це положення і складає основу точкового методу: структуру, що аналізується, вкривають багатьма точками і підраховують їх число, що потрапило окремо на кожну зі структурних складових. Площі складових на шліфі пропорційні числам точок, що потрапили на них, і тим самим числам пропорційні і об'ємні долі складових в сплаві (рисунок 3.12).

На рисунку 3.12 показана двохфазна структура з накладеною на неї квадратною сіткою, яка має 25 вузлових точок. З них 8 точок потрапили на ділянки шліфа, що зайняті фазою α (на рисунку заштрихована). Отже, при даному розташуванні сітки доля цієї фази дорівнює $8/25=0.32$, або 32 %. Повторні накладення сітки дозволяють визначити склад фази з будь-якою необхідною точністю і достовірністю. Якщо число структурних складових більше двох, підраховують числа вузлових точок, що потрапили окремо на кожну із складових. Ці числа, віднесені до їх суми, покажуть об'ємну долю кожної зі структурних складових в сплаві. Точки можна розташувати на площі шліфа в визначеному порядку (як на рисунку 3.12) і хаотично (випадково). Однак, як показує практика, при упорядкованому розташуванні точок досягається більш висока точність визначення (при однаковому загальному числі точок).

Таблиця 3.1 – Довірча вірогідність P для різних величин нормованого відхилення t

t	p	t	p	t	p
0.10	0.0796	1.40	0.8384	0.50	0.6745
0.20	0.1586	1.50	0.8664	0.60	0.8416
0.30	0.2358	1,60	0,8904	0,70	1,0364
0.40	0,3108	1,70	0,9108	0,80	1,2816
0.50	0,3830	1,80	0,9282	0,90	1,6449
0.60	0,4514	1,90	0,9426	0,95	1,9600
0.70	0,5160	2,00	0,9544	0,98	2,3263
0.80	0,5762	2,20	0,9722	0,99	2,5758
0.90	0,6318	2,40	0,9832	0,998	3,0902
1.00	0,6826	2,60	0,9906		
1.10	0,7286	2,80	0,9948		
1.20	0,7698	3,00	0,9973		
1.30	0,8064	4,00	0,99994		

Таблиця 3.2 – Мінімальне число точок або відрізків, необхідне для отримання вірогідної абсолютної похибки, не перевищує ε , при точковому і лінійному аналізах

Абсолютна похибка ε , %	Кількість фази α , %						
	199	298	397	496	595	1090	1585
0.1	4400	8700	12932	17065	21109	39996	56661
0.2	---	2178	3233	4266	5277	10000	14165
0.3	---	968	1438	1897	2347	4446	6299
0.4	---	---	809	1068	1321	2502	3545
0.5	---	---	518	684	846	1612	2270
1	---	---	----	---	----	400	567
2	---	---	----	---	----	-----	142
3	---	----	----	---	----	-----	----
4	---	---	----	---	----	-----	-----
0.1	71104	83325	93324	101101	106656	109989	111111
0.2	17776	20831	23331	25275	26664	27497	27775
0.3	7904	9263	10374	11239	11856	12222	12350
0.4	4448	5213	5838	6325	6672	6881	6950
0.5	2848	3338	3738	4050	4282	4406	4460
1	711	833	933	1011	1067	1100	1111
2	178	208	233	253	267	275	278
3	79	93	104	112	119	122	124
4	-----	---	58	63	67	60	70

Таблиця 3.3 – Вірогідна абсолютна похибка визначення ε при точковому і лінійному аналізах

Число точок (від-різків) Z	Кількість фази α , %													
	19 9	2 98	3 97	4 96	5 95	10 90	15 85	20 80	25 75	30 70	35 65	40 60	45 55	50
10	2,10	2,96	3,60	4,14	4,60	6,33	7,53	8,44	9,13	9,65	10,05	10,31	10,48	10,52
20	1,48	2,08	2,54	2,92	3,25	4,47	5,32	5,96	6,46	6,83	7,11	7,30	7,41	7,45
50	0,94	1,32	1,61	1,85	2,06	2,83	3,36	3,77	4,08	4,32	4,49	4,61	4,69	4,71
100	0,66	0,93	1,14	1,31	1,45	2,00	2,38	2,67	2,89	3,06	3,18	3,27	3,32	3,33
200	0,47	0,66	0,80	0,92	1,03	1,41	1,68	1,88	2,04	2,16	2,25	2,31	2,34	2,36
300	0,38	0,54	0,66	0,75	0,84	1,15	1,37	1,54	1,67	1,76	1,83	1,88	1,91	1,92
400	0,33	0,47	0,57	0,65	0,73	1,00	1,19	1,33	1,44	1,53	1,59	1,63	1,66	1,67
500	0,30	0,42	0,51	0,58	0,65	0,89	1,06	1,19	1,29	1,36	1,42	1,46	1,48	1,49
600	0,27	0,38	0,46	0,53	0,59	0,82	0,97	1,09	1,18	1,25	1,30	1,33	1,35	1,36
700	0,25	0,35	0,43	0,49	0,55	0,76	0,90	1,01	1,09	1,15	1,20	1,23	1,25	1,26
800	0,23	0,33	0,40	0,46	0,51	0,71	0,84	0,94	1,02	1,08	1,12	1,15	1,17	1,18
900	0,22	0,31	0,38	0,44	0,48	0,67	0,79	0,89	0,96	1,02	1,06	1,09	1,11	1,11
1000	0,21	0,30	0,36	0,41	0,46	0,63	0,75	0,84	0,91	0,97	1,00	1,03	1,05	1,05
2000	0,15	0,21	0,25	0,29	0,32	0,45	0,53	0,60	0,65	0,68	0,71	0,73	0,74	0,74
3000	0,12	0,17	0,21	0,24	0,27	0,37	0,43	0,49	0,53	0,56	0,58	0,60	0,61	0,61
4000	0,10	0,15	0,18	0,21	0,23	0,32	0,38	0,42	0,46	0,48	0,50	0,52	0,52	0,53
5000	0,09	0,13	0,16	0,18	0,21	0,28	0,34	0,38	0,41	0,43	0,45	0,46	0,47	0,47
10000	0,07	0,09	0,11	0,13	0,15	0,20	0,24	0,27	0,29	0,31	0,32	0,33	0,33	0,33
20000	0,05	0,07	0,08	0,09	0,10	0,14	0,17	0,19	0,20	0,22	0,22	0,23	0,23	0,24
30000	0,04	0,05	0,07	0,08	0,08	0,12	0,14	0,15	0,17	0,18	0,18	0,19	0,19	0,19
40000	0,03	0,05	0,06	0,07	0,07	0,10	0,12	0,13	0,14	0,15	0,16	0,16	0,17	0,17
50000	0,03	0,04	0,05	0,06	0,08	0,09	0,11	0,12	0,13	0,14	0,14	0,15	0,15	0,15

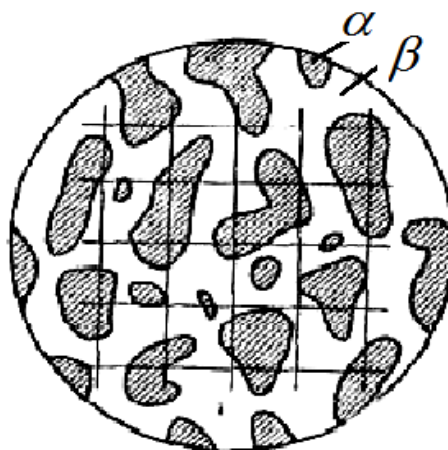


Рисунок 3.12 – Схема визначення об'ємних часток α та β точковим методом шляхом накладення квадратної сітки з 25 вузловими точками

Часто виникає необхідність визначення вмісту не всіх структурних складових сплаву, а тільки однієї з них (наприклад, неметалічної фази, карбідної фази і т.п.). При цьому може вийти, особливо при малому вмісті фази, що аналізується, або складової, що в деяких полях зору жодна вузлова точка сітки окуляра не припадає на цю складову. В такому випадку число вузлових точок сітки, помножене на число таких «порожніх» полів зору, обов'язково повинно ввійти в загальне число точок, використаних в процесі аналізу, і число точок, що потрапили на дану структурну складову, треба поділити на загальне число точок, щоб отримати об'ємну долю складової в сплаві.

Наприклад, при визначенні долі неметалічної фази по 100 полям зору з використанням сітки, що має 25 вузлових точок (рисунок 3.12), в 90 полях зору жодна вузлова точка не потрапила на неметалічні включення. В інших 10 полях зору на неметалічну фазу потрапили 13 вузлових точок. Тоді долю неметалічної фази знайдемо з відношення числа 13 до загального числа точок, використаних при аналізі, враховуючи «порожні» поля зору ($100 \cdot 25 = 2500$), і вона буде дорівнювати 0.0052, або 0.52 %. Необхідно зазначити, що для отримання достовірного результату при такому малому вмісті структурної складової використане загальне число точок (2500) є недостатнім.

Процедура підрахунку точок може бути механізована. Для цього використовують прилади, що називаються інтеграторами (ротор-інтегратори, пуш-інтегратори). Вони складаються з пристрою, що переміщує столик мікроскопа разом з розміщеним на ньому шліфом, і декількох механічних або електричних лічильників, що сумують число натискань на кнопку або клавіші. Одночасно з натисканням на клавіші столик мікроскопа переміщується в нове положення. Структуру при цьому спостерігають в окуляр з сіткою рисок. Робота дослідника зводиться до упізнавання структурної складової, котра знаходиться в даний момент в точці перехрестя окуляра, і натисканням на клавішу, відповідного цій складовій лічильника. Одночасно шліф переміщується в нове положення, спостерігач упізнає складову, що потрапила в точку перехрестя, і натискає відповідну клавішу і т.д. В результаті аналізу лічильники покажуть числа точок, що потрапили на кожну із структурних складових в окремоті. Відношення цих чисел до їх суми покаже об'ємні долі кожної із складових в сплаві.

Точність отриманого при точковому аналізі результату обумовлена загальним числом використаних точок і залежить від об'ємної долі структурної складової, що аналізується, в сплаві.

Теорія вірогідностей дозволяє встановити величину абсолютної похибки визначення ε , виражену в долях площі шліфа чи об'єму сплаву:

$$\varepsilon = t \cdot \sqrt{\frac{\sum V \cdot (1 - \sum V)}{Z}} \quad (3.27)$$

Як бачимо, формула (3.27) повністю співпадає з формулою (3.26) для лінійного методу, якщо коефіцієнт k останньої прийняти 1 (z – число точок).

Нормоване відхилення t визначає довірчу вірогідність отриманого результату аналізу у відповідності з даними таблиці 3.1 Роздивимось приклад розрахунку похибки проведеного точкового аналізу. Структура шліфу розглянута в 48 полях зору з використанням окулярної сітки з 25 вузловими точками (рисунок 3.12). Загальне число використаних точок дорівнює $48 \cdot 25 = 1200$. З них 452 точки потрапили на задану структурну складову. Отже, шукана об'ємна доля цієї складової дорівнює:

$$452 : 1200 = 0.3767, \text{ або } 37.67 \% \text{ по об'єму.}$$

Приймаючи $t = 0.6745$ (таблиця 3.1), отримаємо за формулою (3.27) вірогідну абсолютну похибку аналізу, що виражена в долях об'єму сплаву (або площі шліфа):

$$\varepsilon = 0.6745 \cdot \sqrt{\frac{0.3767(1-0.3767)}{1200}} = 0.0094.$$

Отже, істинна об'ємна доля структурної складової знаходиться в межах 0.3767 ± 0.0094 з довірчою вірогідністю 0.50, тобто між 0.3673 і 0.3861, або між 36.73 % і 38.61 % (від усього об'єму). Відносна похибка дорівнює 2.5 %.

Для полегшення розрахунків по формулі (3.27) в таблиці 3.4 наведена залежність між величинами $\sum V$ і $\sqrt{\sum V \cdot (1 - \sum V)}$. Оскільки формули (3.26) і (3.27) ідентичні, вірогідна абсолютна похибка аналізу може бути знайдена за таблицею 3.4 в залежності від числа використаних точок та об'ємної доли структурної складової, що аналізується.

Якщо потрібно заздалегідь, до виконання аналізу, визначити число точок, необхідне для отримання заданої вірогідної абсолютної помилки, можна використати дані таблиці 3.2. При цьому заздалегідь приймають приблизний склад складової в сплаві, що аналізується, визначивши його на око.

Якщо при розрахунку похибки або числа точок необхідно виходити не з вірогідної помилки, а з помилки з іншою довірчою вірогідністю, розрахунок слід вести за рівнянням (3.27), вибравши в таблиці 3.1 значення нормованого відхилення t , відповідної заданої довірчої вірогідності P .

Описані вище методи визначення об'ємної доли фази не підходять, якщо аналіз проводити не по шліфу, а по проекційному зображенню структури, отриманому шляхом просвічування електронним променем тонкого зрізу фольги.

Таблиця 3.4 – Залежність між величинами ΣV та $\sqrt{\Sigma V \cdot (1 - \Sigma V)}$

ΣV		$\sqrt{\Sigma V \cdot (1 - \Sigma V)}$	ΣV		$\sqrt{\Sigma V \cdot (1 - \Sigma V)}$
0.01	0.99	0.0995	0.26	0.74	0.4336
0.02	0.98	0.1400	0.27	0.73	0.4440
0.03	0.97	0.1706	0.28	0.72	0.4490
0.04	0.96	0.1906	0.29	0.71	0.4538
0.05	0.95	0.2179	0.30	0.70	0.4583
0.06	0.94	0.2375	0.31	0.69	0.4625
0.07	0.93	0.2551	0.32	0.68	0.4665
0.08	0.92	0.2713	0.33	0.67	0.4702
0.09	0.91	0.2862	0.34	0.66	0.4737
0.10	0.90	0.3000	0.35	0.65	0.4770
0.11	0.89	0.3129	0.36	0.64	0.4800
0.12	0.88	0.3250	0.37	0.63	0.4828
0.13	0.87	0.3363	0.38	0.62	0.4854
0.14	0.86	0.3470	0.39	0.61	0.4878
0.15	0.85	0.3571	0.40	0.60	0.4899
0.16	0.84	0.3666	0.41	0.59	0.4918
0.17	0.83	0.3756	0.42	0.58	0.4936
0.18	0.82	0.3842	0.43	0.57	0.4951
0.19	0.81	0.3923	0.44	0.56	0.4964
0.20	0.80	0.4000	0.45	0.55	0.4975
0.21	0.79	0.4073	0.46	0.54	0.4984
0.22	0.78	0.4142	0.47	0.53	0.4991
0.23	0.77	0.4208	0.48	0.52	0.4996
0.24	0.76	0.4271	0.49	0.51	0.4999
0.25	0.75	0.4330	0.50	0.50	0.5000

Правильний результат можна отримати лише в деяких випадках. Так об'ємна доля ΣV ($\text{мм}^3 \cdot \text{мм}^{-3}$) рівновеликих мікрочастинок може бути визначена за формулою (3.28) при тому, що накладання проєкцій мікрочастинок або не має місця, або воно незначне і їм можна знехтувати:

$$\Sigma V = \frac{\Sigma F}{1 + 3t / 2D}. \quad (3.28)$$

У формулу (3.28) входить сумарна площа проєкцій рівновеликих кулькоподібних мікрочастинок на одиниці площі проєкційного зображення $\Sigma F, \text{мм}^2 \cdot \text{мм}^{-2}$. Цю величину можна визначити: планіметричним, лінійним та точковим методом. Діаметр кулькоподібних мікрочастинок D дорівнює діаметру їх проєкцій, який вимірюють на проєкційному зображенні. Визначаючи ці величини і знаючи товщину зрізу t , визначають об'ємну долю фази мікрочастинок за формулою (3.28).

Вірогідна відносна похибка за формулою (3.28) не перевищує 5%, якщо витримане співвідношення (3.29):

$$\frac{t \cdot \Sigma V}{D} < 0.4. \quad (3.29)$$

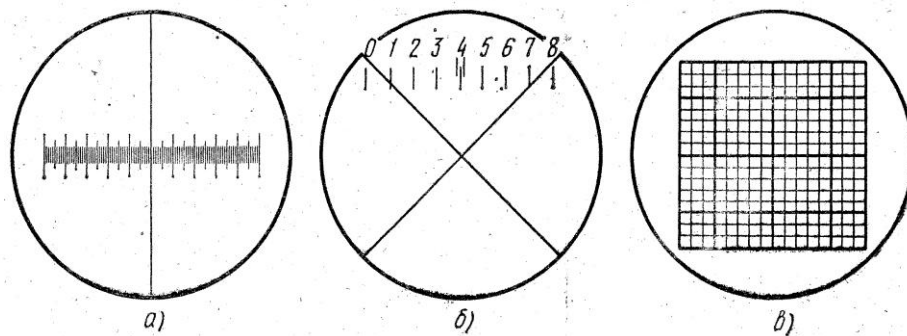
Якщо, наприклад, товщина зрізу приблизно дорівнює діаметру мікрочастинок, відносна вірогідна помилка визначення не перевищуватиме 5 %, якщо об'ємна доля фази мікрочастинок не більше 0.04, (тобто 4 % від об'єму).

Планіметричний метод визначення структурного складу сплаву по об'єму (М. Далес) засновано на точному виразі (3.21), який входить в перше основне стереометричне співвідношення (3.25). Відповідно до цього рівняння об'ємна частка структурної складової (чи фази) у сплаві дорівнює частці площі, яку вона займає на шліфі. Відповідно до цього планіметричний метод зводиться до вимірювання сумарної площі перерізу мікрочастинок даної структурної складової на визначеній площі металографічного шліфа. Треба відмітити, що вище наведені лінійний та точковий методи більш зручні та продуктивні. Більш того, в порівнянні лінійного та точкового методів, більш продуктивним є лінійний метод, але він менш точніший, ніж точковий.

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

Методи оптичного металознавства для проведення вимірювань. Проведення кількісних досліджень. При проведенні кількісних досліджень (визначення розміру зерна, структурної складової, товщини шару та т. і.) використовують окулярні вкладиші (рисунок 3.13). Це скляні пластинки, на які нанесена шкала (звичайно на 100 поділок), квадратна сітка, перехрестя та т. і. Ці пластинки вставляють в окуляр між лінзами.

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



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

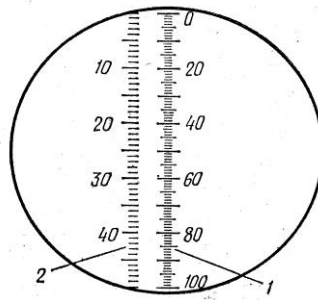
Рисунок 3.13 — Окулярні вкладиші

Об'єкт-мікрометр. Об'єкт-мікрометр являє собою пластинку зі шкалою. На шкалі нанесено 100 поділок, відстань між двома окремими поділками 0,01 мм, а загальна довжина шкали 1 мм. Об'єкт-мікрометр використовується для визначення збільшення мікроскопа і виконання абсолютних вимірювань з окулярами.

Ціну поділки окуляр-мікрометра при заданому збільшенні визначають наступним чином. На предметному столику розміщують об'єкт-мікрометр шкалою до низу. В тубус мікроскопа встановлюють окуляр-мікрометр і, шляхом переміщення окулярної лінзи в тубусі, отримують різке зображення шкали окуляра. За допомогою грубої та мікрометричної подач отримують різке зображення шкали об'єкт-мікрометра. Ретельно сфокусувавши, роблять суміщення зображення шкал об'єкт-мікрометра і окуляр-мікрометра. Повертаючи окуляр обидві шкали встановлюють паралельно (рисунок 3.14). Вибирають цілу кількість поділок шкали об'єкт-мікрометра m . По шкалі окуляр-мікрометра визначають скільки поділок n шкали окуляра займуть зображення вибраної кількості поділок шкали об'єкт-мікрометра. Ціна поділки окуляр-мікрометра (мм) визначається за формулою (3.30):

$$d_{ок} = D_{об} \frac{m}{n}, \quad (3.30)$$

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



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

Рисунок 3.14 – Суміщення шкали об'єкт-мікрометра зі шкалою окуляр-мікрометра при визначенні ціни поділки шкали окуляр-мікрометра

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

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

Для визначення розміру об'єкта $h_{ок}$ по шкалі окуляр-мікрометра використовують формулу (3.31):

$$h_{ок} = n \cdot d_{ок}. \quad (3.31)$$

Щоб перевірити збільшення при фотографуванні проводять аналогічні вимірювання, але при цьому визначають кількість поділок шкали об'єкт-мікрометра m , що встановлено на предметному столику, та кількість поділок шкали на матовому склі мікроскопу (при визначеному розтягненні камери). Ціна однієї поділки шкали на матовому склі дорівнює 1 мм. Наприклад, одна поділка шкали об'єкт-мікрометра розташувалася в 6 поділках шкали матового скла. Тоді збільшення при фотографуванні буде:

$$\beta_{\phi} = \frac{1 \cdot 6}{0,01 \cdot 1} = 600.$$

Перевірка збільшення мікроскопа. Для того, щоб перевірити збільшення мікроскопу дослідним шляхом за допомогою об'єкт-мікрометра, виконують наступне. Об'єкт-мікрометр встановлюють на предметний столик, а на відстані 250 мм від ока спостерігача встановлюють масштабну лінійку. Виконують суміщення шкали об'єкт-мікрометра, що спостерігається одним оком скрізь окуляр мікроскопу, з поділками масштабної лінійки, що спостерігається другим оком. Визначають, скільки поділок шкали об'єкт-мікрометра вміщується на визначеній довжині шкали масштабної лінійки.

Щоб визначити збільшення необхідно розмір зображення на масштабній лінійці поділити на дійсний розмір ділянки об'єкт-мікрометра. Наприклад, в 50 мм шкали масштабної лінійки вміщується 10 поділок шкали об'єкт-мікрометра. Збільшення мікроскопу в такому випадку дорівнює:

$$\beta_m = \frac{50}{0,01 \cdot 10} = 500.$$

Користування мікрометричним барабаном окуляр-мікрометра.
При користуванні мікрометричним барабаном окуляр-мікрометра для визначення розмірів об'єкта $h_{\bar{o}}$, що спостерігається, можна користуватися формулою (3.32):

$$h_{\bar{o}} = n \cdot d_{\bar{o}}, \quad (3.32)$$

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

Для визначення ціни поділки шкали барабана $d_{\bar{o}}$ окуляр-мікрометра потрібно перемістити барабаном “позначку” у вигляді двох паралельних ліній (на рисунку 3.13 вона знаходиться біля цифри 4) в нульове значення шкали окуляр-мікрометра. Перевірити, щоб шкала мікрометричного барабану знаходилася в нульовому положенні. Гвинтами переміщення столика мікроскопа поєднати нульове значення шкали об'єкт-мікрометра з нульовим значенням шкали окуляр-мікрометра. Обертаючи барабан окуляр-мікрометра встановити “позначку” напроти якої-небудь цифри (наприклад, 40) шкали об'єкт-мікрометра. По шкалі мікрометричного барабану визначити кількість поділок k . Ціна поділки шкали барабана окуляр-мікрометра визначається за формулою (3.33):

$$d_{\bar{o}} = D_{ob} \frac{m}{k}, \quad (3.33)$$

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

Лекція 4. Методи дослідження вмісту газів у металах

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

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

В загальному випадку гази можуть надходити до зони зварювання з: повітря; за рахунок дисоціації оксидів флюсів; покриття електродів; при зварюванні в захисних газах тощо. Детальніше дивись [13-16].

В зварному шві в залежності від способу зварювання гази можуть бути присутні у вигляді:

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

Наприклад, при електродуговому зварюванні у зварному шві, що закристалізувався, кисень присутній у твердому розчині $\alpha-Fe$ та у вигляді включень Fe_3O_4 .

Наявність газів в зварному з'єднанні значно погіршує його механічні і фізико-хімічні властивості. Так пористість є одним з основних дефектів зварних швів, що погіршує механічну міцність зварного з'єднання.

Розчинений у залізі кисень негативно впливає на властивості сталі. Цей вплив зводиться: окислюється залізо та легуючі елементи; знижуються механічні характеристики сталі; виникає синьо- та червоноламкість сталі; знижується стійкість проти корозії; підвищується омичний опір; знижується магнітна проникливість тощо. Детальніше дивись [13-15].

Враховуючи великий вплив присутності газів у зварному шві на його властивості і, в цілому, на працездатність зварного з'єднання, дослідження вмісту газів в зварному шві є достатньо актуальним.

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

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

адсорбенту, який десорбує у вигляді конденсованої речовини при відносній площі поверхні адсорбенту близької до 0.1.

Прилади з використанням мас-спектрометрів дозволяють вимірювати парціальні тиски суміші газів, які десорбували та встановити їх хімічну природу. Вони дозволяють також проводити кількісну оцінку продуктів десорбції, як у стаціонарному режим (метод „спалаху”), так і у нестаціонарному режимі (метод постійного потоку). Детальніше дивись п. 2.3.1.

Сліди присутності газів у твердому тілі можна визначити за допомогою **іскрової мас-спектроскопії**, яка теж є одним з емісійних методів (п. 2.3.1).

Для дослідження газів в об’ємі твердого тіла можна використовувати і методи зондування поверхні зразка, що вирізано з об’єму, швидкими електронами. Так, за методом електронно-зондової мас-спектроскопії при випаровуванні газів, які знаходилися у твердому тілі, дифундують до поверхні та виходять у вакуумну камеру. Це веде до зниження вакууму до $(6 - 9) \cdot 10^{-2}$ Па. Виникає перепад тиску між мас-спектрометром та робочою камерою. Гази скрізь діафрагму починають перетікати до камери іонізації іонного джерела мас-спектрометра. Чутливість таких приладів по водню становить $1 \cdot 10^{-6}$ %, кисню $3 \cdot 10^{-5}$ %, точність аналізу до 8% (п. 2.3.2).

Для дослідження вмісту газів у твердому тілі можна також використовувати :

- растрову електронну мікроскопію (п. 2.3.2);
- зондування повільними електронами (п. 2.3.3), в частковості:
- електронну оже-спектроскопію відповідно до якої спектри оже-електронів зареєстровані практично для усіх елементів періодичної системи Д.І.Менделєєва (водень і гелій не дає оже-спектрів);
- метод електронно-стимулюючої десорбції.
- зондування електромагнітним випромінюванням, наприклад лазерна мас-спектроскопія (п. 2.3.4);
- зондування поверхні іонами (п. 2.3.5), наприклад:
 - мас-спектроскопія вторинних іонів;
 - спектроскопія розсіяних повільних іонів;
 - методи іонно-електронної емісії.

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

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

Перед проведенням досліджень властивостей покриттів необхідно знати:

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

В [17, 18] надається достатньо повна класифікація методик дослідження структури та фізико-хімічних властивостей покриттів та матеріалів з покриттями.

При випробуванні (дослідженні) покриттів визначаються:

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

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

При випробуванні (дослідженні) матеріалів з покриттями визначаються:

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

- в) растрова мікроскопія;
- г) рентгеноструктурний аналіз;
- д) рентгеноспектральний аналіз.

5.2 Особливості визначення властивостей покриттів та матеріалів з покриттями

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

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

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

Межа міцності покриттів завжди нижче ніж межа міцності монолітного матеріалу з тієї ж речовини, так як міцнісні властивості покриттів обумовлені силами з'єднання між окремими частинками покриття – когезійними властивостями покриття. Для таких випробувань (міцність, відносне подовження, модуль пружності тощо) використовуються спеціальні машини – мікромашини та зразки і відповідні методи [17].

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

Контроль товщини проводиться в основному двома методами:

- а) як різниця між поперечними розмірами зразків з покриттям та без нього за допомогою товщиновимірювачів різних класів;
- б) за допомогою металографічних (оптичних) методів досліджень.

Для визначення мікрошорсткості покриття використовують профілограф-профілометри.

Для виявлення пор у покритті використовуються методи нанесення паст та змазування покриття реактивами, що дають з основою пофарбовані з'єднання [18].

При дифузійному зварюванні та зварюванні в електростатичному полі матеріалів скрізь шар, що попередньо нанесено на один з матеріалів, що з'єднується, дуже важливу роль відіграє, як міцність самого покриття – когезійні властивості покриття, так і міцність покриття з основою – адгезійні властивості покриття.

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

З методів, що не руйнують з'єднання, найкраще підходить ультразвуковий метод [18], який дозволяє виявити пори, тріщини, місцеві відшарування та зробити якісну оцінку адгезійної міцності. На практиці використовуються три варіанти ультразвукової дефектоскопії:

- дзеркально - тіньовий з відбиттям від границі розділу;
- дзеркально - тіньовий з відбиттям від донної поверхні;
- наскрізне прозвучування.

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

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

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

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

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

5.3 Структурні дослідження покриттів

Металографічний (мікроструктурний) аналіз дозволяє визначити мікроструктуру покриття, основи, перехідної зони, а також провести якісний та кількісний аналізи фазового складу. При використанні металографічного аналізу покриттів збільшення складає звичайно до 1000 *крат* (використовується мікроскопи МІМ-7, МІМ-8, МІМ-9 та інші), а при використанні ультрафіолетових променів чи імерсії збільшення до 2000 *крат*.

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

- необхідно використовувати роздільне травлення матеріалів покриття та основи, що ускладнює отримання якісного об'єкту дослідження;

– коли при напиленні утворюється перехідна зона, то її розміри зазвичай невеликі, і тому важко отримати достовірну інформацію про структуру приграничних шарів.

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

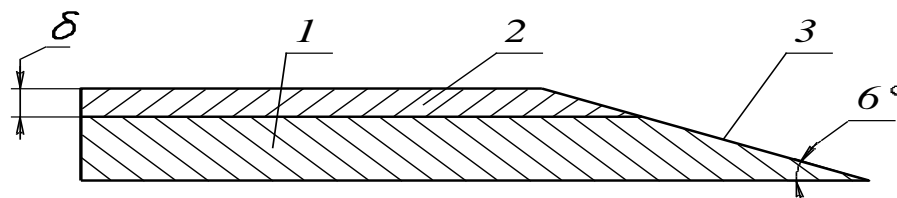
а) коли границя достатньо чітка, то зв'язок основи і покриття здійснюється за рахунок механічної взаємодії;

б) не суцільності на границі вказують на не якісне напилення;

в) виникнення перехідної зона вказує на хімічну взаємодію між покриттям та основою (на це вказує розмитість зображення границі).

Процес виготовлення зразків для оптичної мікроскопії включає в себе вирізку зразка з покриттям, шліфування, полірування (рахується як задовільне, коли при збільшенні в 300 *крат* не спостерігаються риски), травлення (при необхідності). Звичайно вирізають поперечні зразки, площина дослідження у яких розташована перпендикулярно до покриття. У випадку тонких покриттів для більш детального вивчення структури і підвищення точності вирізають косі шліфи (рисунок 5.1), площина яких розташована під гострим кутом до поверхні покриття.

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



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

Рисунок 5.1 – Схема косого шліфа для дослідження структури і заміру мікротвердості покриття

Електронна мікроскопія, що працює на просвічування (дивись п. 2.3.2), дає широкі можливості при дослідженні покриттів:

– встановлювати взаємозв'язок структури матеріалу з комплексом фізико-механічних характеристик (встановлювати кореляцію границі основа-покриття з рівнем міцності з'єднання та інше);

– вивчати дислокаційні особливості будови покриття, основи та перехідної зони;

– отримати пряму інформацію про морфологію, природу, розміри і кількість структурних складових у покритті та основи, отримувати

інформацію про структурні зміни в поверхневих шарах основи, які відбуваються при нанесенні покриття;

- вивчати злами деталей та зразків з покриттями з визначенням типу зламу, механізму руйнування та різноманітних міжкристалічних явищ;
- вивчати структуру поверхні покриттів при великих збільшеннях;
- на мікроскопах з додатковими приставками можна знімати електроннограми на просвіт з великої ділянки зразка та з мікроділянок;
- вивчати кінетику руйнування мікрозразків при тепловому і механічному навантаженні, спостерігати розмноження та переміщення дислокацій.

Мікроскопи в залежності від величини розділення ділять на три класи:

- 1) з розділенням менше 10^0 \AA ;
- 2) з розділенням $10 - 25^0 \text{ \AA}$;
- 3) більше 25^0 \AA .

Для вивчення зразків типу покриття-основа використовуються звичайно мікроскопи першого класу.

Розрізняють три методи електронно-мікроскопічного дослідження:

- 1) непрямий;
- 2) напівпрямий;
- 3) прямий.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Для вивчення тонких покриттів використовуються декілька прийомів. Так, за одним з них, дві однакові заготовки склеюють епоксидною смолою так, щоб поверхні покриття були звернені один до одного. З з'єднання, що отримали, виготовляють циліндр, який потім розрізають на диски, до складу яких входять основа, покриття та клей. Диски стоншують іонним зтравлюванням, потім проводять електронно-мікроскопічний аналіз для виявлення структури по всьому поперечному перерізу покриття і основи.

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

Растрова електронна мікроскопія, що сканує, достатньо широко використовується для дослідження матеріалів з покриттям. В основному це електронні мікроскопи зі збільшенням до 100000 *крат* та розділенням до $50 - 70 \text{ \AA}$.

Зображення формується тонким пучком електронів, який сканує по поверхні зразка, що веде до вторинної емісії. Вторинні електрони уловлюються спеціальними датчиками, сигнал від яких подається після підсилення на модулятор електронно-променевої трубки (додатково дивись п. 2.3.2).

Дослідження матеріалів з покриттям за допомогою растрових електронних мікроскопів дозволяє:

- проводити морфологічний аналіз зламів зразків з покриттям;
- оцінювати структурну неоднорідність в поперечних та повздовжніх перетинах покриття;

- виявити мікроструктуру перехідної зони покриття-основа;
- визначити кількісні характеристики пористості покриття;
- вивчити структуру поверхні покриття та основи після попередньої підготовки (наприклад, піскоструминної обробки);
- аналізувати зміни рельєфу поверхні.

Виготовлення зразків для дослідження за допомогою растрової електронної мікроскопії проводиться у відповідності до рекомендацій [22].

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

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

Розміри зразків повинні відповідати об'єктотримачу.

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

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

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

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

Рентгеноструктурний аналіз зразків з покриттям дозволяє:

- аналізувати фазовий склад покриття та основи;
- визначити пружні деформації ґратки;
- оцінювати рівень залишкових напружень в композиції покриття-основа;
- вивчати дислокаційну структуру та дефекти кристалічної побудови матеріалів;
- вирішувати деякі специфічні питання по відпрацюванню технологічних режимів нанесення покриттів;
- вибирати оптимальний склад порошкових матеріалів для наплавлення тощо.

Особливості проведення рентгеноструктурного аналізу покриттів та виготовлення зразків принципово не відрізняється від аналогічних методик для металів і сплавів [19, 20, 21].

Рентгеноспектральний аналіз дивись п. 3.2

Лекція 6. Вимірювання температури

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

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

На практиці використовують наступні види приладів для вимірювання температур:

1) газовий термометр постійного об'єму – промислового застосування не має, а використовується як еталон;

2) ртутні та спиртові термометри – для вимірювання температури рідин та газів в межах від -30 до 550 $^{\circ}\text{C}$ (на практиці до 200 $^{\circ}\text{C}$);

3) термопари (термоелектричні термометри) – найбільш широко використовуються для вимірювання температури в рідинах, газах та твердих тілах для вимірювання температури від 350 $^{\circ}\text{C}$ до 1300 $^{\circ}\text{C}$;

4) оптичні пірометри – для вимірювання температур тіл, які мають температуру не нижче початку випромінювання тіла, що нагрівається (діапазон температур, що вимірюються, в межах від 800 $^{\circ}\text{C}$ до 2000 $^{\circ}\text{C}$);

5) терморезистори (термометри опору) – для вимірювання температури використовується залежність опору провідника чи напівпровідника від температури;

б) на „око”.

При дослідження процесів зварювання на практиці часто використовують для вимірювання температур термопари.

6.1 Вимірювання температури термоелектричними термометрами

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

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

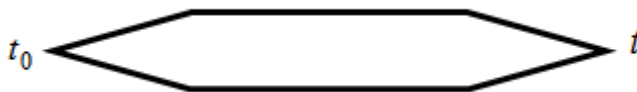


Рисунок 6.1 – Термоелектричний ланцюг, який складається з двох провідників

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

Розташування термопар при вимірюванні температур при дослідженні процесів зварювання залежить від способу зварювання та виду нагріву матеріалів, що зварюються. Так, наприклад, при дифузійному зварюванні найчастіше використовують наступні способи їх розташування в зоні зварювання:

- розташовують безпосередньо біля виробу, що зварюється;
- закарбовують в зварювальний столик.

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

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

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

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

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

Технічні характеристики стандартних термоелектричних термометрів наведені в таблиці 6.1.

Для термопар є таблиці, що містять залежність термо-е.р.с. від температури. Для хромель-алюмелевої термопари стандартна таблиця термо-е.р.с. приведена у таблиці 6.2, а для інших у таблиці 6.3.

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

Таблиця 6.1 – Технічні характеристики стандартних термоелектричних термометрів

Тип	Матеріал терморелектродів	Умовне позначення градусувальної характеристики	Термоелектроди		Діапазон температур, що вимірюються (тривало), °C	Межа короткочасного застосування, °C
			Позитивні	Негативні		
1	2	3	4	5	6	7
ТВР	Вольфрамрений-вольфрамрений	ВР5/20 – 1,2,3	5% <i>Re</i> 95% <i>W</i>	20% <i>Re</i> 80% <i>W</i>	0 – 1800	2500
ТПР	Платинородій-платинородій	ПР30/6	30% <i>Rh</i> 70% <i>Pt</i>	6% <i>Rh</i> 94% <i>Pt</i>	300 – 1600	1800
ТПП	Платинородій-платина	ПП	10% <i>Rh</i> 90% <i>Pt</i>	100% <i>Pt</i>	0 – 1300	1600
ТХА	Хромель-алюмель	ХА	Хромель	Алюмель	- 50 – 1000	1250
ТХК	Хромель-копель	ХК	Хромель	Копель	- 50 – 600	800

Таблиця 6.2 – Термо-е.р.с. хромель-алюмелевої термопар (градування ХА)

°C	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
	<i>mV</i> (абс.)									
0	0	0,04	0,08	0,12	0,16	0,20	0,24	0,28	0,32	0,36
10	0,40	0,44	0,48	0,52	0,56	0,60	0,64	0,68	0,72	0,76
20	0,80	0,84	0,88	0,92	0,96	1,00	1,04	1,08	1,12	1,16
30	1,20	1,24	1,28	1,32	1,36	1,41	1,45	1,49	1,53	1,57

Продовження таблиці 6.2

°C	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
	<i>mB</i> (абс.)									
40	1,61	1,65	1,69	1,73	1,77	1,82	1,86	1,90	1,94	1,98
50	2,02	2,06	2,10	2,14	2,18	2,23	2,27	2,31	2,35	2,39
60	2,43	2,47	2,51	2,56	2,60	2,61	2,68	2,72	2,77	2,81
70	2,85	2,89	2,93	2,97	3,01	3,06	3,10	3,14	3,18	3,22
80	3,26	3,30	3,34	3,39	3,43	3,47	3,51	3,55	3,60	3,64
90	3,68	3,72	3,76	3,81	3,85	3,89	3,93	3,97	4,02	4,06
100	4,10	4,14	4,18	4,22	4,26	4,31	4,35	4,39	4,43	4,47
110	4,51	4,55	4,59	4,63	4,67	4,72	4,76	4,80	4,81	4,88
80	3,26	3,30	3,34	3,39	3,43	3,47	3,51	3,55	3,60	3,64
120	4,92	4,96	5,00	5,04	5,08	5,13	5,17	5,21	5,25	5,29
130	5,33	5,37	5,41	5,45	5,49	5,53	5,57	5,61	5,65	5,69
140	5,73	5,77	5,81	5,85	5,89	5,93	5,97	6,01	6,05	6,09
150	6,13	6,17	6,21	6,25	6,29	6,33	6,37	6,41	6,45	6,49
160	6,53	6,57	6,61	6,65	6,69	6,73	6,77	6,81	6,85	6,89
170	6,93	6,97	7,01	7,05	7,09	7,13	7,17	7,21	7,25	7,29
180	7,33	7,37	7,41	7,45	7,49	7,53	7,57	7,61	7,65	7,69
190	7,73	7,77	7,81	7,85	7,89	7,93	7,97	8,01	8,05	8,09
200	8,13	8,17	8,21	8,25	8,29	8,33	8,37	8,41	8,45	8,49
210	8,53	8,57	8,61	8,65	8,69	8,73	8,77	8,81	8,85	8,89
220	8,93	9,97	9,01	9,05	9,09	9,14	9,18	9,22	9,26	9,30
230	9,34	9,38	9,42	9,46	9,50	9,51	9,53	9,62	9,66	9,70
240	9,74	9,78	9,82	9,86	9,90	9,95	9,99	10,03	10,07	10,11
250	10,15	10,19	10,23	10,27	10,31	10,35	10,40	10,44	10,48	10,52
260	10,56	10,60	10,64	10,68	10,72	10,77	10,81	10,85	10,89	10,93
270	10,97	11,01	11,05	10,09	11,13	11,18	11,22	11,26	11,30	11,31
280	11,38	11,42	11,46	11,51	11,55	11,59	11,63	11,67	11,72	11,76
290	11,80	11,84	11,88	11,92	11,96	12,01	12,05	12,09	12,13	12,17
300	12,21	12,25	12,29	12,33	12,37	12,42	12,46	12,50	12,51	12,58
310	12,62	12,66	12,70	12,75	12,79	12,83	12,87	12,91	12,96	13,00
320	13,04	13,08	13,12	13,16	13,20	13,25	13,29	13,33	13,37	13,41
330	13,45	13,49	15,53	13,58	13,62	13,66	13,70	13,74	13,79	13,83
340	13,87	13,91	13,95	14,00	14,04	14,08	14,12	14,16	14,21	14,25
350	14,30	14,34	14,38	14,43	14,47	14,51	14,55	14,59	14,64	14,68
360	14,72	14,76	14,80	14,85	14,89	14,93	14,97	15,01	15,06	15,10
370	15,14	15,18	15,22	15,27	15,31	15,35	15,39	15,43	15,48	15,52
380	15,56	15,60	15,64	15,69	15,73	15,77	15,81	15,85	15,90	15,91
390	15,99	16,02	16,06	16,11	16,15	16,19	16,23	16,27	16,32	16,36
400	16,40	16,44	16,49	16,53	16,57	16,63	16,66	16,70	16,74	16,79

Продовження таблиці 6.2

°C	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
	<i>mB</i> (абс.)									
410	16,83	16,87	16,91	16,96	17,00	17,01	17,08	17,12	17,17	17,21
420	17,25	17,29	17,33	17,38	17,42	17,46	17,50	17,54	17,59	17,63
430	17,67	17,71	17,75	17,79	17,84	17,88	17,92	17,96	18,01	18,05
440	18,09	18,13	18,17	18,22	18,26	18,30	18,34	18,38	18,43	18,47
450	18,51	18,55	18,60	18,64	18,68	18,73	18,77	18,81	18,85	18,90
460	18,94	18,98	19,03	19,07	19,11	19,16	19,20	19,24	19,28	19,33
470	19,37	19,41	19,45	19,50	19,54	19,58	19,62	19,66	19,71	19,75
480	19,79	19,83	19,88	19,92	19,96	20,01	20,05	20,09	20,13	20,18
490	20,22	20,26	20,31	20,35	20,39	20,44	20,48	20,52	20,56	20,61
500	20,65	20,69	20,74	20,78	20,82	20,87	20,91	20,95	20,99	21,04
510	21,08	21,12	21,16	21,21	21,25	21,29	21,33	21,37	21,42	21,46
520	21,50	21,54	21,59	21,63	21,67	21,72	21,76	21,80	21,84	21,89
530	21,93	21,97	22,01	22,06	22,10	22,14	22,18	22,22	22,27	22,31
540	22,35	22,39	22,44	22,48	22,52	22,57	22,61	22,65	22,69	22,74
550	22,78	22,82	22,87	22,91	22,95	23,00	23,04	23,08	23,12	23,17
560	23,21	23,25	23,29	23,34	23,38	23,42	23,46	23,50	23,55	23,59
570	23,63	23,67	23,72	23,76	23,80	23,85	23,89	23,93	23,97	24,02
580	24,06	24,10	24,15	24,19	24,23	24,28	24,32	24,36	24,40	24,45
590	24,49	24,53	24,57	24,62	24,66	24,70	24,74	24,78	24,83	24,87
600	24,91	24,95	25,00	25,04	25,08	25,13	25,16	25,20	25,24	25,28
610	25,33	25,38	25,42	25,47	25,51	25,55	25,59	25,63	25,68	25,72
620	25,76	25,80	25,85	25,89	25,93	25,98	26,02	26,06	26,10	26,15
630	26,19	26,23	26,27	26,32	26,36	26,40	26,44	26,48	26,53	26,57
640	26,61	26,65	26,70	26,74	26,78	26,83	26,87	26,91	26,95	27,00
650	27,04	27,08	27,12	27,17	27,21	27,25	27,29	27,33	27,38	27,42
660	27,46	27,50	27,54	27,58	27,63	27,67	27,71	27,75	27,80	27,84
670	27,88	27,92	27,96	28,01	28,05	28,09	28,13	28,17	28,22	28,26
680	28,30	28,34	28,39	28,43	28,47	28,52	28,56	28,60	28,64	28,69
690	28,73	28,77	28,81	28,86	28,90	28,94	28,98	29,02	29,07	29,11
700	29,15	29,19	29,23	29,28	29,32	29,36	29,40	29,44	29,49	29,53
710	29,57	29,61	29,65	29,70	29,74	29,78	29,82	29,86	29,91	29,95
720	29,99	30,03	30,07	30,12	30,16	30,20	30,24	30,28	30,33	30,37
730	30,41	30,45	30,49	30,54	30,58	30,62	30,66	30,70	30,75	30,79
740	30,83	30,87	30,91	30,95	30,99	31,04	31,08	31,12	31,16	31,20
750	31,24	31,28	31,32	31,37	31,41	31,45	31,49	31,53	31,58	31,62
760	31,66	31,70	31,74	31,79	31,83	31,87	31,91	31,95	32,00	32,04
770	32,08	32,12	32,16	32,20	32,24	32,29	32,33	32,37	32,41	32,45

Продовження таблиці 6.2

°C	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
	<i>mB</i> (абс.)									
780	32,49	32,53	32,57	32,62	32,66	32,70	32,74	32,78	32,83	32,87
790	32,90	32,94	32,93	33,03	33,07	33,12	33,16	33,20	33,24	33,28
800	33,32	33,36	33,40	33,41	33,48	33,52	33,56	33,60	33,64	33,68

Таблиця 6.3 – Термо-е.р.с. (*mB*) термоелектричних термометрів в залежності від температури робочого кінця при температурі вільних кінців 0 °C

Температура робочого кінця, °C	ТВР	ТПР	ТПІ	ТХА	ТХК
-50	-	-	-	-1,889	-3,110
-20	-	-	-	-0,777	-1,270
100	1,330	-	0,644	4,095	6,898
200	2,869	-	1,436	8,137	14,570
300	4,519	0,443	2,314	12,207	22,880
400	6,209	0,808	3,250	16,395	31,480
600	9,598	1,830	5,218	24,902	49,090
800	12,929	3,208	7,317	33,277	66,420
1000	16,136	4,916	9,550	41,269	-
1300	20,576	7,982	13,107	52,398	-
1600	24,590	11,429	16,658	-	-
1800	26,999	13,778	-	-	-
2500	33,636	-	-	-	-

6.2 Вимірювання температури з використанням оптичних методів

Взагалі вимірювання температури з використанням оптичних методів поділяють:

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

В процесах зварювання в широких межах використовуються різноманітні термічні джерела енергії для нагріву заготовок, що зварюються. Відповідно до технології зварювання, температура зварювання не повинна

перевищувати деяку межу (для кожного способу зварювання вона своя). У багатьох випадках зварювання заготовки нагріваються до температур $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ та вище, коли вони набувають свічення. При цьому кожному рівню свічення відповідає визначена температура (таблиця 6.4). Так, наприклад, при ковальському зварюванні бажано, щоб температура сталевих заготовок, що нагріваються, була не вище $1300\text{ }^{\circ}\text{C}$. При цьому, при визначенні температури заготовок, не можна порушувати їх цілісність (не можна закарбовувати в них термопари). Тобто потрібно використовувати опосередковані методи для виміру температури. У таких випадках знайшли використання оптичні методи вимірювання температури.

Таблиця 6.4 – Зміна кольору металу при нагріванні

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

Для визначення температури тіла, що нагріто вище $500\text{ }^{\circ}\text{C}$, за таблицею 6.4 необхідно мати великий досвід, тому на практиці для цього використовують спеціальні прилади, наприклад, оптичні пірометри.

Оптичний пірометр ОППР-09 з вбудованим пристроєм, що показує, відноситься до пірометрів часткового випромінювання монохроматичного типу зі зникаючою ниттю, змінного розжарювання. Він дозволяє виміряти температуру тіл, що нагріті, вище температури початку свічення, що бачимо, по їх спектральній (монохроматичній) яскравості, тобто по яскравості, що спостерігається в променях визначеного кольору (визначеного з достатньо вузького діапазону довжини хвиль), і оцінюється по значенню з еталонною регульованою яскравістю ниті електричної лампи розжарювання, що приводиться з нею в фотометричну рівновагу.

ОППР-09 переносний прилад і має шкалу з двома межами вимірювання: $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ – $1400\text{ }^{\circ}\text{C}$ та $1200\text{ }^{\circ}\text{C}$ – $2000\text{ }^{\circ}\text{C}$. ОППР-09 є приладом з наведенням і використовується тільки для періодичних вимірювань. Він показує достовірну температуру тільки тоді, коли умови випромінювання тіла, що розжарене і температура якого вимірюється, достатньо близькі до абсолютно чорного випромінювання. При інших умовах пірометр показує

температуру меншу ніж дійсна, тобто так звану чорну монохроматичну температуру.

До складу оптичного пірометра ОППР-09, наведеного на рисунку 6.2, входить: 1 – корпус; 2 – труба об’єктиву; 3 – тубус об’єктиву; 6 – поворотна головка світлофільтру, що ослаблює; 9 – кришка корпусу; 12 – поворотне кільце реостата; 13 – стрілка на кільці реостата; 14 – контрольна нульова відмітка на кільці реостата; 15 – контрольна нульова відмітка на кришці корпусу; 16 – вікно шкали на кришці корпусу; 19 – кришка реостату; 20 – тубус окулярної системи; 21 – напрямна трубка тубусу окуляра; 25 – вихідна діафрагма окулярної системи; 27 – поворотна обойма червоного світлофільтру; 31 – батарея акумуляторів; 34 – кожух рукоятки; 36 – провід з наконечниками; 37 – гвинти кожуха; 39 – перегородка; 40 – скоба; 41 – затискачі; 42 – ремінь сумки.

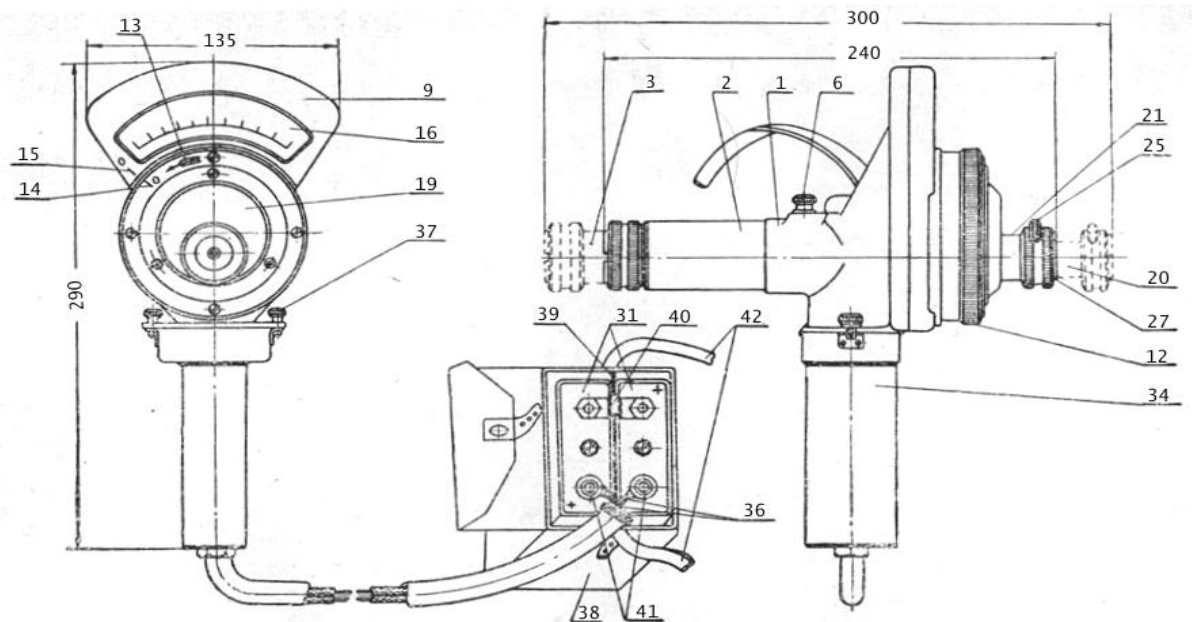


Рисунок 6.2 – Загальний вид оптичного пірометра ОППР-09

До складу оптичного пірометра ОППР-09 входять (рисунок 6.3):

1) оптична система, яка включає в себе: об’єktiv 2, окуляр 5, діафрагму 7, монохроматичний (червоного кольору) світлофільтр 6, який дозволяє бачити спостерігачу 7 в променях визначеного кольору нить лампи на фоні зображення тіла, що розпечене (при роботі на другій межі вимірювання додається світлофільтр, що ослаблює 3);

2) фотометрична лампа 4, яка є еталоном яскравості свічення та включена в електричну схему послідовно з реостатом 11 для регулювання струму розпечення ниті лампи, вимикачем живлення та акумулятором 12;

3) електровимірвальний прилад – вольтметр 9 магнітоелектричної системи, який включений паралельно лампі, з шкалою, яка має градування безпосередньо в градусах температури яскравості тіла 1, що розжарене.

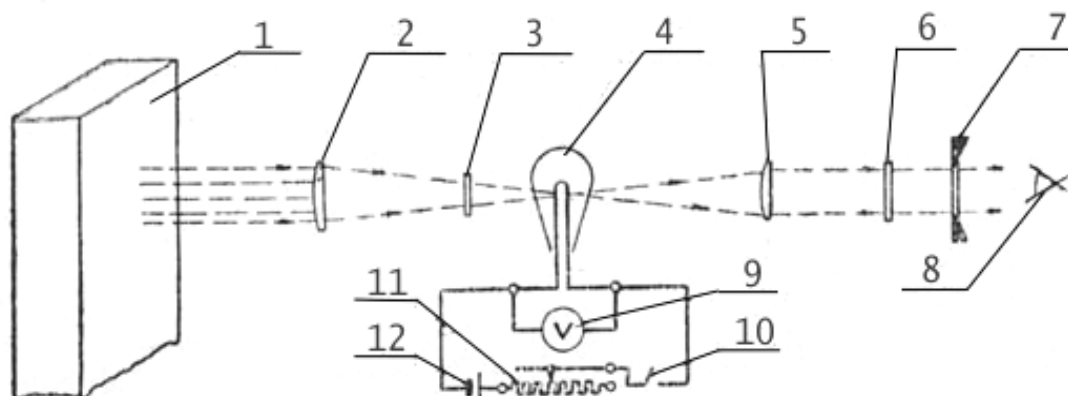


Рисунок 6.3 – Оптична та електрична схема ОППІР-09

Принцип дії оптичного пірометра ОППІР-09. Зі збільшенням температури розжареного тіла яскравість його свічення зростає, а колір змінюється. Тобто випромінювання розпеченого тіла змінюється в залежності від температури кількісно і якісно, а саме воно стає більше за абсолютною величиною та змінюється і за складом. Це вказує на те, що зі зміною температури змінюється відсоткове співвідношення променів різної довжини хвиль, які надходять від розпеченого тіла. Відповідна залежність між питомою потужністю випромінювання (тобто потужністю, що випромінюється одиницею поверхні тіла в одиницю часу), довжиною хвилі випромінювання (тобто кольором випромінювання) і температурою випромінювання описується законом Планка. Якщо порівнювати різні питомі потужності завжди в тих самих монохроматичних (тобто однокольорових) променях, то ці потужності будуть залежати від температури розпечених тіл, що випромінюють.

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

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

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

По досягненню фотометричної рівноваги виконують відлік температури, яка дорівнює чорній монохроматичній температурі об'єкту, що вимірюється. Цю температуру відраховують по шкалі приладу, яка має градування в градусах температури. В пірометрі ОППР-09 прилад, що показує, виконано як вольтметр, який підключено паралельно до фотометричної лампи.

Для збереження тривалого строку роботи фотометричної лампи заборонено нагрівати її нить вище 1400°C . Тому при вимірюванні температури вище 1400°C потрібно ослабити яскравість випромінюванні тіла, температура якого вимірюється, в визначене число разів. Ослаблення яскравості об'єкта вимірювання до температури нижче 1400°C досягається введенням на шляху променів між тілом та лампою світлофільтрів, що ослабляють. Найбільша температура тіла, яку допускається вимірювати за допомогою ОППР-09, не повинна перевищувати 2000°C .

Введення поправок до отриманих показань пірометра. При вимірюванні температури тіла, випромінювання якого близьке до абсолютного чорного тіла, температура, що вимірюється пірометром ОППР-09, при нормальному положенні пірометра у просторі (оптична вісь горизонтально, а шкала - вертикально) відрізняється від дійсної не більш ніж на $\pm 1\%$ від номінального значення шкали відповідної межі вимірювання.

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

Якщо випромінювання значно відрізняється від випромінювання абсолютно чорного тіла і необхідно знати не чорну монохроматичну температури, що вимірює пірметр, а дійсну, то треба користуватися графіком або таблицею поправок (таблиця 6.5).

Для використання графіків або таблиць необхідно знати величину відповідного коефіцієнта монохроматичної випромінювальної здатності ε_{λ} для променів тієї середньої довжини хвилі λ (яку звать ефективною), в яких працює пірметр і котра для приладу ОППР-09 може бути прийнятою 0.65 мікрона. Відповідне значення ε_{λ} для кожного металу надається в таблицях. В червоних променях з довжиною хвилі $\lambda = 0.65 \text{ мкм}$ і поверхнею, що не окислена, для:

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

Таблиця 6.5 – Дійсна температура, яка відповідає чорним яскравим температурам, що були виміряні оптичним пірметром при різних значеннях коефіцієнтів випромінювальної здатності (для $\lambda = 0.65 \text{ мкм}$)

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

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

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

6.3 Вимірювання температури терморезисторами

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

До матеріалів терморезисторів пред'являються наступні вимоги:

- як можна більше та постійне значення температурного коефіцієнта опору;
- хімічна стійкість до впливу навколишнього середовища;

- достатня тугоплавкість;
- достатня міцність;
- великий питомий електричний опір.

Провідникові терморезистори виготовляються з мідного, платинового та нікелевого дротів.

Електролітична **мідь** допускає нагрів до $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ (для запобігання окислення). Використовується для виміру температури в діапазоні $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ – $200\text{ }^{\circ}\text{C}$.

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

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

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

Нікелеві ТР використовуються до температур $250 - 300\text{ }^{\circ}\text{C}$, а особливо малу погрішність вони мають в інтервалі температур $0 - 100\text{ }^{\circ}\text{C}$.

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

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

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

Терморезистори сумісно з вимірювальним пристроєм являють собою термометр опору.

Лекція 7. Визначення тимчасових, залишкових напружень та деформацій у зварних з'єднаннях

7.1 Експериментальні методи визначення зварювальних напружень та деформацій

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

- фізико-хімічні властивості матеріалів, що зварюються, в т.ч. величини температурних коефіцієнтів лінійного розширення;
- форми і розміри конструкції, що зварюється;
- максимальні температури нагріву;
- швидкості нагріву та охолодження тощо.

Зварювальні деформації та напруження визначають на реальних об'єктах, спеціальних зразках та моделях. Широко використовується метод масштабного моделювання, за яким виготовляється модель конструкції значно менших розмірів з витримкою подібності: форми, режимів зварювання, температурних полів, деформацій і переміщень. Цей метод використовується для моделювання одно- та багатопрхідного дугового і електрошлакового зварювання колових та прямолінійних швів.

7.1.1 Методи визначення тимчасових напружень

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

7.1.2 Визначення тимчасових деформацій

Тимчасові деформації можна визначати за допомогою контактних та безконтактних методів.

При використанні контактних методів до вимірювальної апаратури висувають вимоги: нечутливість до високих температур і до електромагнітних полів.

Вимірювання проводять за допомогою деформометрів. В якості пристрою, що робить замір, використовують:

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

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

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

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

де $\varepsilon_{зв}$ – температурні деформації;

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

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

Для визначення деформації від внутрішніх сил $\varepsilon_{вс}$ при зварюванні заміряють ε_n . На тій же базі фіксують температурний цикл, який потім відтворюють в дилатометрі, де і визначають $\varepsilon_{зв}$.

7.1.3 Методи визначення залишкових напружень та деформацій

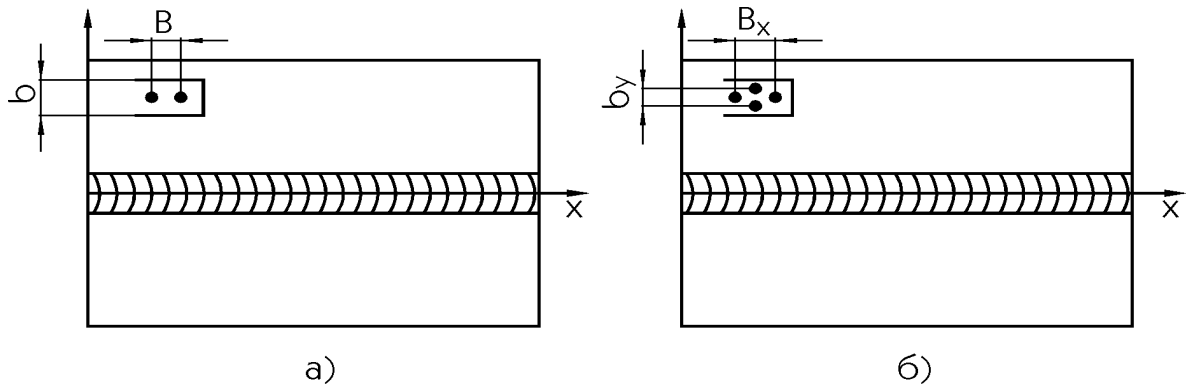
Існують механічні та фізичні методи визначення залишкових напружень та деформацій.

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

При розрізуванні виникає деформація, яку заміряють механічними деформометрами, та використовуючи апарат теорії пружності, розраховують залишкові напруження. Для вимірювання деформацій можна також використовувати електричні тензометри – це дротяні та фольгові датчики опору, які в залежності від діючих напружень наклеюються на конструкцію

залежним чином. Можуть використовуватися фотопружні датчики з оптично активного матеріалу.

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



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

Рисунок 7.1 – Розташування датчиків на поверхні зварної конструкції

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

Фізичні методи. Фізичні методи менш трудомісткі, не потребують, у більшості випадків, руйнування конструкцій і використовуються частіше для основного металу (у шві та біляшовній зоні дають велику помилку).

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

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

де P_1 – значення параметру до зварювання;
 P_2 – значення параметру після зварювання.
Величина P_2 визначається як:

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

де P_2' – зміна параметру від діючих залишкових напружень від зварювання;

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

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

Основні фізичні методи:

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

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

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

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

Структурні та фазові перетворення найчастіше проходять безпосередньо в зварному шві, тому фізичні методи дають меншу помилку в біляшовній зоні.

7.2 Визначення залишкових напружень у оптичнопрозорих зварних з'єднаннях

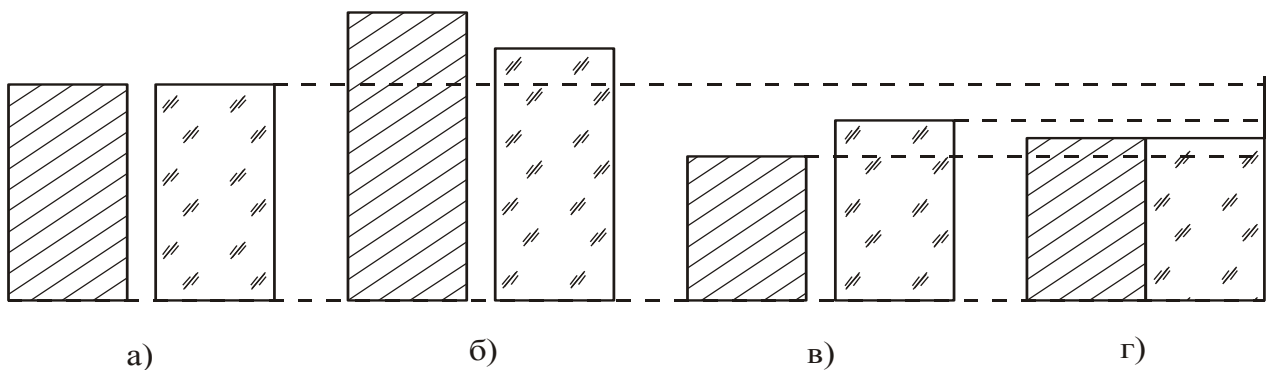
7.2.1 Особливості виникнення деформацій при зварюванні та паянні матеріалів з різними фізико-хімічними властивостями

Виникнення деформацій у даному випадку в першу чергу пов'язане з різницею коефіцієнтів лінійного розширення матеріалів, що з'єднуються. Оптимальний варіант – узгоджене з'єднання, тобто коли температурні коефіцієнти лінійного розширення (ТКЛР) для матеріалів, що з'єднуються, рівні. У всіх інших випадках з'єднання неузгоджене і при різниці ТКЛР в 2 і

більше разів тимчасові і залишкові напруження такі великі, що з'єднання може руйнуватися.

Механізм виникнення залишкових напружень при зварюванні матеріалів з різними фізико-хімічними властивостями зображено на рисунку 7.2.

При $\alpha_{мет} > \alpha_{немет}$ в металі, після з'єднання, виникають напруження розтягу, а в неметалі напруження стиску (рисунок 7.3). При $\alpha_{мет} < \alpha_{немет}$ розподілення напружень буде протилежним. У більшості випадків неметал має значно меншу пластичність ніж метал, то при зварюванні метала з неметалом більша міцність з'єднання буде у випадку, коли $\alpha_{мет} > \alpha_{немет}$, тому що будь-який матеріал на стиск працює краще ніж на розтяг.



а) – деталі до нагрівання; б) – після нагрівання;
в) – після охолодження; г) – зварне з'єднання при повному охолодженні

Рисунок 7.2 – Механізм виникнення залишкових напружень при зварюванні матеріалів з різними фізико-хімічними властивостями

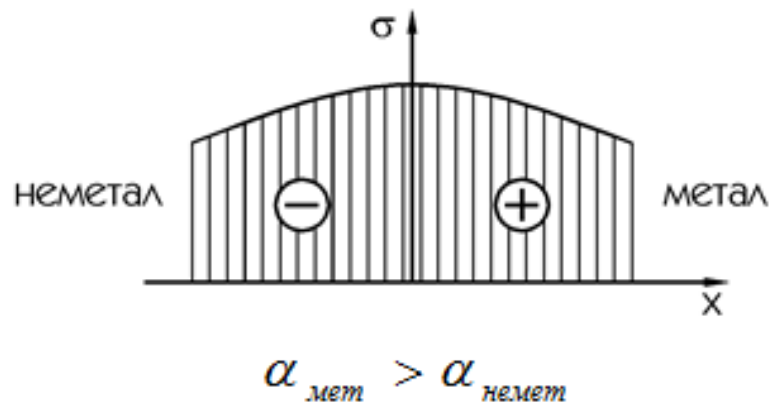
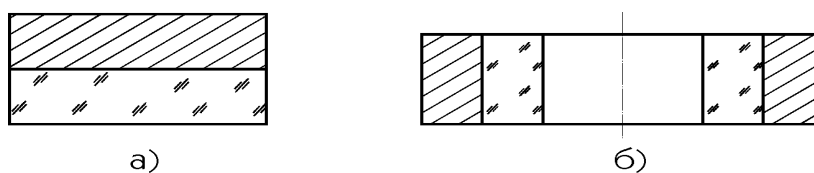


Рисунок 7.3 – Розподіл напружень по межі розділу тіл, що зварені

Види з'єднань, що найбільш часто зустрічаються, зображені на рисунку 7.4.



а – торцеве; б – з'єднання, що охоплює

Рисунок 7.4 – Види зварних з'єднань

Для зняття напружень в з'єднаннях метала з неметалом використовують прокладки з коефіцієнтом лінійного розширення α в межах $\alpha_{мет} < \alpha < \alpha_{немет}$. Для зменшення залишкових напружень рекомендується після зварювання робити відпал.

7.2.2 Методи для визначення залишкових напружень у з'єднаннях кераміки та скла з металами

Широкі можливості для аналізу залишкових напружень та виявлення дефектів у зварних з'єднаннях відкриває використання методу голографічної інтерферометрії [27]. Цей метод дозволяє вимірювати трьохмірні об'єкти з неплоскою поверхнею, що дифузно відбивають. Дві послідовні експозиції фіксуються на одній і тій же фотографічній пластині. В проміжку між експозиціями об'єкт деформується в результаті термічної або механічної дії. Після проявлення фотопластинки та відновлення голографічного зображення об'єкт представляється у вигляді накладання двох голограм, а так як вони отримані за допомогою когерентного випромінювання, то вони інтерферують одна з одною. На знімку після відновлення та суміщення двох голограм отримують зображення об'єкту з серією темних та світлих смуг. Кожна наступна смуга відображає зміщення, яке дорівнює приблизно половині довжини хвилі джерела когерентного випромінювання.

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

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

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

Для визначення величини залишкових напружень, які виникають при зварюванні оптично прозорих матеріалів ефективним є поляризаційно-оптичний метод (метод фотопружності). Його з успіхом застосовують для контролю з'єднань металів з склом та ситалами. Для цього використовують різні типи приладів, які мають назву полярископи-поляриметри.

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

Для дослідження металокерамічних зварних вузлів інколи використовують тензометрування з розрізанням зварного вузла, визначається пружна деформація кераміки, а по ній розраховують залишкові напруження.

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

Є дані [27] про використання методу визначення внутрішніх напружень, який не потребує руйнування зварного вузла та заснований на нелінійності твердого тіла в пружній області, що викликано внутрішніми напруженнями. Після нагріву та вирівнювання температури по усьому об'єму тіла вимірюють частоту власних коливань виробу. Збільшують температуру, повторюють витримку та знову заміряють частоту власних коливань виробу. Потім визначають величину напруження по формулі (7.5):

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

де σ – напруження в зварному з'єднанні;
 μ – коефіцієнт Пуасона;
 k – коефіцієнт, який залежить від виду коливань, що використовуються, та засобу закріплення деталі;
 E – модуль Юнга;
 f – частота власних коливань;
 Δf – нерегульована складова прирощення частоти відносно рівноважного стану.

На практиці знайшов також використання метод якісного аналізу за характером зламу зварного з'єднання після руйнування, наприклад, шляхом його розтягу.

Лекція 8. Математичне планування експерименту

8.1 Загальні відомості

8.1.1 Загальні поняття і визначення

Планування експерименту – це процедура вибору кількості й умов проведення дослідів, необхідних і достатніх для розв'язання поставленої задачі з необхідною точністю.

Задачі, для розв'язання яких використовується планування експерименту наступні:

- 1) побудова інтерполяційних формул (установлення кількісних залежностей між параметрами процесу) – інтерполяційні задачі;
- 2) пошук оптимальних умов протікання процесу, що досліджується, – екстремальні задачі та інші.

Найчастіше, приступаючи до розв'язання таких задач, дослідник не має вичерпної інформації про механізм процесу, що досліджується. Він може тільки назвати параметри, що визначають умови протікання процесу, і вимоги до його результатів. У цих умовах використовують кібернетичний підхід, в основі якого лежить запропонована М.Вінером ідея "чорного ящика".

"Чорний ящик" – це об'єкт дослідження (рисунок 8.1). Стрілки праворуч зображують чисельні значення цілей дослідження, позначаються вони літерою "у" і мають назву параметра оптимізації.

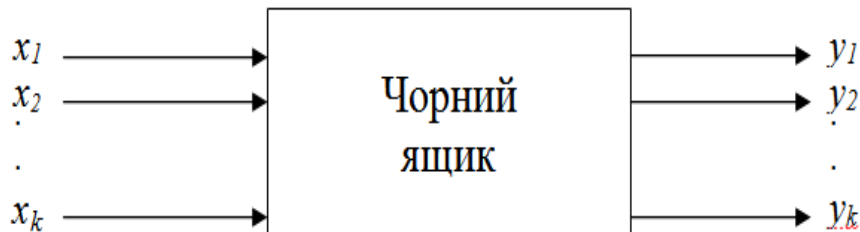


Рисунок 8.1 – Схема "чорного ящика"

Для проведення експерименту необхідно мати можливість впливати на поведінку "чорного ящика". Усі способи такого впливу позначаються літерою "х" і мають назву факторів. Необхідно навчитися керувати об'єктом, інформація про елементарні операції всередині яких надзвичайно мала, що по суті аналогічно розв'язанню розглянутих вище задач.

При розв'язанні цих задач використовують математичну модель об'єкта дослідження. Математичною моделлю називається рівняння, що пов'язує параметр оптимізації з факторами:

$$y = y(x_1, x_2, \dots, x_k). \quad (8.1)$$

Кожен фактор може, приймати в досліді одне з декількох значень. Такі значення мають назву рівнів.

Сполучення визначених рівнів усіх факторів визначає можливий стан "чорного ящика" чи умови проведення одного з можливих дослідів. Сукупність усіх різних можливих станів визначає складність "чорного ящика" чи загальне кількість можливих дослідів. Складність "чорного ящика" дорівнює:

$$N = p^k, \quad (8.2)$$

де p – кількість рівнів;
 k – кількість факторів.

8.1.2 Об'єкт дослідження

До об'єкта дослідження при плануванні експерименту пред'являються наступні вимоги:

- 1) здатність до відтворювання на об'єкті результатів експерименту;
- 2) керованість об'єкта.

Об'єкт дослідження задовольняє вимозі здатності до відтворювання, якщо багаторазово повторені досліди (паралельні досліди) дають результати, розкид значень яких не перевищує якоїсь наперед заданої величини.

Керованість об'єкта – це можливість вибору в кожному досліді тих рівнів фактора, що становлять інтерес для дослідження.

Порушення цих вимог приводить до неможливості застосування планування експерименту.

8.1.3 Параметр оптимізації

Параметром оптимізації називається кількісне вираження характеристики мети дослідження.

Вибір параметра оптимізації повинний базуватися на чітко сформульованій задачі, на ясному розумінні кінцевої цілі дослідження. Г.Х.Гуд і Р.Е.Макол [28] говорять, що правильний вибір параметра оптимізації власне кажучи еквівалентний правильному формулюванню задачі.

Бажано, щоб параметрів оптимізації було якнайменше. Однак не слід домагатися зменшення кількості параметрів оптимізації за рахунок повноти характеристики системи.

До параметрів оптимізації висувають наступні вимоги:

- 1) параметр оптимізації повинен бути ефективним з погляду досягнення мети;
- 2) статистично ефективним, тобто визначатися з достатньою точністю (при великій помилці його визначення необхідно збільшувати кількість паралельних дослідів);
- 3) кількісним і виражатися одним числом;

- 4) повинен мати ясний фізичний зміст, бути простим і таким, що його значення легко обчислюється;
- 5) існуючим для всіх можливих станів "чорного ящика".

8.1.4 Фактори

Фактором називається спосіб впливу на об'єкт дослідження, тобто це вимірювана змінна величина, що приймає, у будь-який момент часу визначене значення.

Фактори можуть бути: 1) керованими і некерованими; 2) якісними і кількісними.

Керовані фактори – це такі, котрі дозволяють задавати їм деяке конкретне значення і підтримувати це значення сталим протягом усього досліду. Прикладом некерованого фактора є температура навколишнього середовища. При плануванні експерименту фактори повинні бути керованими.

В інженерній практиці, як правило, зустрічаються кількісні фактори, наприклад, температура, тиск, зусилля, швидкість і т.п., до якісних факторів відносяться – тип устаткування, марка матеріалу, що зварюється, флюсу тощо.

Фактор вважається заданим, якщо разом з його назвою зазначена область його значень. Під областю значень розуміється сукупність усіх значень, що у принципі може приймати даний фактор.

Область значень може бути неперервною і дискретною. Наприклад, температура зварювання, як правило, має дискретну область значень, а час, кількість речовини – неперервну.

У практичних задачах області значень факторів, як правило, обмежені. Обмеження можуть носити принципівий і технічний характер.

Принципові обмеження – ті, котрі не можуть бути порушені ні при яких обставинах, наприклад, якщо фактор – температура, то нижньою межею буде абсолютний нуль.

Технічні обмеження визначаються конкретними умовами проведення процесу наприклад, устаткуванням, технологією і т.д. (для випрямляча ВДГ-303 мінімальний струм зварювання – 50 А, а максимальний – 315 А.).

Вимоги, які пред'являються до факторів:

- 1) сумісність факторів;
- 2) некорелюваність (незалежність) факторів.

Сумісність означає, що всередині заданої області значень практично здійсненні і безпечні будь-які сполучення рівнів усіх розглянутих факторів. При цьому мається на увазі збереження процесу, що досліджується.

Несумісність факторів може спостерігатися на границях областей їх значень. Позбутися неї можна зменшенням областей. Завдання ускладнюється, якщо несумісність виявляється усередині області значень.

Одне з можливих рішень – розбивка на підобласті і розв’язання декількох окремих задач.

Некорельованість факторів – можливість встановлення фактора на будь-якому рівні незалежно від рівнів інших факторів.

Вибір факторів – відповідальний етап при підготовці до планування експерименту. Порушення хоча б одного з розглянутих вище вимог приводить або до неможливості застосування планування експерименту або до дуже серйозних труднощів.

8.1.5 Модель

Моделлю чи функцією відгуку називається залежність між параметром оптимізації і факторами – рівняння (8.1).

Рівнянню (8.1) відповідає деяка гіперповерхня в багатовимірному просторі, яка зветься поверхнею відгуку, а простір, у якому існує зазначена поверхня – факторним простором.

У найпростішому випадку, коли досліджується функція відгуку від одного фактора, поверхня відгуку являє собою лінію на площині, тобто в двовимірному просторі. У загальному випадку, коли досліджується k факторів, рівняння (8.1) описує поверхню відгуку в $(k+1)$ - вимірному просторі.

Як правило, при дослідженні процесу експериментатор має у своєму розпорядженні дуже обмежені знання про його механізм, тобто аналітичне вираження функції відгуку невідоме. Тому приходить обмежуватися представленням її алгебраїчним поліномом:

$$y = \vartheta_0 + \vartheta_1 x_1 + \dots + \vartheta_k x_k + \vartheta_{12} x_1 x_2 + \dots + \vartheta_{(k-1)k} x_{k-1} x_k + \vartheta_{11} x_1^2 + \dots + \vartheta_{kk} x_k^2 + \dots, \quad (8.3)$$

де $\vartheta_0, \vartheta_1, \dots, \vartheta_k, \vartheta_{12}, \dots, \vartheta_{(k-1)k}, \vartheta_{11}, \dots, \vartheta_{kk}, \dots$ – коефіцієнти полінома чи коефіцієнти регресії;

k – кількість факторів.

Операція заміни однієї функції іншою в якомусь сенсі еквівалентною функцією називається апроксимацією. Таким чином, дослідник апроксимує невідому функцію відгуку алгебраїчним поліномом.

В принципі можна апроксимувати функцію відгуку не тільки поліномом, наприклад, рядом Фур'є [29], та і іншими залежностями.

Однак, на основі накопиченого дослідниками досвіду роботи алгебраїчні поліноми є найпростішими і звичайно задовольняють експериментатора [30].

Отримане емпіричним шляхом рівняння (8.3) називається математичною моделлю процесу. Експеримент потрібний для того, щоб знайти чисельне значення коефіцієнтів полінома.

Поліноми бувають нульового степеня, першого, другого і т.д., що у свою чергу бувають повними і неповними. Користуючись формулою (8.3), дуже легко скласти математичну модель якого завгодно степеня для будь-якої кількості факторів.

На практиці найбільше поширення одержали моделі першого і другого степеня. Математичне планування експерименту для одержання моделі першого або другого степеня відповідно одержало назву – планування першого або другого порядку.

До моделі при плануванні експерименту пред'являється одна вимога – адекватність. Під адекватністю розуміється здатність моделі прогнозувати результати експерименту в деякій області з необхідною точністю. Адекватність моделі перевіряється після реалізації дослідів. Докладно перевірка моделі на адекватність розглянута в п. 8.2.

Пошук адекватної моделі. Оскільки степінь моделі (полінома) заздалегідь передбачити не можна, використовують ідеєю крокового пошуку (рисунок 8.2). У відповідності з цією ідеєю на першій стадії намагаються описати процес, що досліджується, найпростішою лінійною моделлю – поліномом першого степеня: $y = b_0 + b_1x_1 + \dots + b_kx_k$. Потім оцінюють якість лінійної моделі, і якщо вона виявляється незадовільною, то збільшують кількість членів полінома, тобто на другій стадії одержують лінійну модель із взаємодіями:

$$y = b_0 + b_1x_1 + \dots + b_kx_k + b_{12}x_1x_2 + \dots + b_{(k-1)k}x_{k-1}x_k . \quad (8.4)$$

Знову оцінюють якість цієї моделі, і якщо вона виявляється незадовільною, то підвищують степінь полінома, тобто на третьому етапі одержується модель другого степеня, для чого застосовують планування другого порядку. Знову оцінюють якість тепер вже моделі другого степеня, і якщо модель виявляється неадекватною, то підвищують і її степінь. Цей процес продовжують доти, поки не буде отримана модель, що адекватно описує результати експерименту.

8.1.6 Етапи планування експерименту

При плануванні експерименту розрізняють два етапи: попередній та основний. Попередній етап включає збирання, вивчення й аналіз усіх наявних даних про об'єкт. Апріорна інформація (отримана до початку експерименту) може бути скупою чи великою за обсягом, але саме вона є тією базою, на якій будуються перші кроки дослідження.

Чим повніше знання про об'єкт, тим швидше дослідник прийде до остаточного рішення поставленої задачі.

В результаті проведення попереднього (апріорного) етапу дослідник повинен:

1) скласти повний список факторів, виходячи з того, що краще назвати кілька малозначних факторів, чим пропустити один істотно значущий;

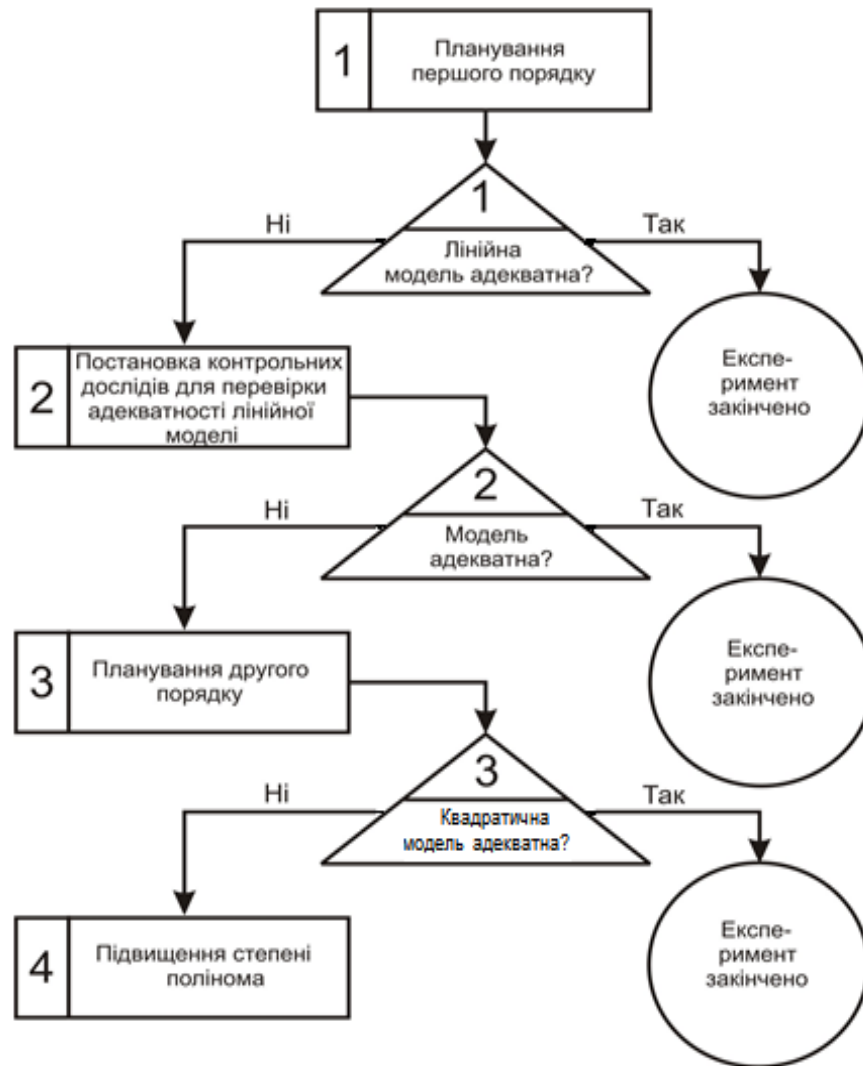


Рисунок 8.2 – Пошук адекватної моделі

2) задати орієнтовані межі зміни факторів з урахуванням вимог їхньої сумісності;

3) вибрати параметр оптимізації відповідно до поставленої задачі;

4) вибрати математичну модель.

Основний етап включає:

1) планування і проведення експерименту;

2) обробку результатів експерименту;

3) інтерпретацію результатів експерименту.

Попередній етап планування нами вже розглянутий, а матеріал основного етапу планування викладений в п. 8.2.

8.1.7 Рекомендації з загальних відомостей планування експерименту

1. Якщо кількісне вимірювання параметру оптимізації є неможливим, то користуються ранговою оцінкою. Ранг – це оцінка параметра оптимізації за заздалегідь обраною шкалою: двобальній, п'ятибальній, десятибальній і т.п. За інших рівних умов перевагу необхідно віддавати кількісному вимірюванню, тому що рангова оцінка носить суб'єктивний характер.

2. Якщо кількість факторів велике, то необхідно відсіяти ті фактори, які виявляють незначний вплив на параметр оптимізації. Відсівання несуттєвих факторів роблять на основі апріорного ранжування чи з допомогою постановки експериментів, що здійснюють такий відсів, як описано в роботах [7, 9, 30, 31]. В роботі [9] приведений також приклад використання апріорного ранжування і експерименту, що відсіває, для випадку вивчення впливу різних технологічних факторів на процес зварювання.

3. У випадках, коли досліднику важко встановити з необхідною точністю некорельованність факторів, використовують коефіцієнт кореляції. Визначення останнього засноване на проведенні попередніх дослідів і описано в роботах [32, 33].

4. Планування третього порядку застосовується вкрай рідко й у даному випадку не розглядається. Бажаючі можуть звернутися до робіт [34, 35].

8.2 Планування першого порядку

8.2.1 Повний факторний експеримент

Повним факторним експериментом (ПФЕ) називається такий експеримент, у якому реалізуються всі можливі сполучення рівнів факторів (формула 8.2). Найбільше поширення одержали експерименти, у яких фактори варіюють на двох рівнях, тобто експерименти типу $- 2^k$.

Планування повного факторного експерименту складається з наступних обов'язкових етапів:

- 1) кодування факторів;
- 2) складання матриці планування експерименту.

8.2.2 Вибір основного рівня й інтервалу варіювання фактора. Кодування факторів

При розв'язанні екстремальних задач діють таким чином:

- 1) вибирають основний рівень фактора;
- 2) вибирають інтервал варіювання і визначають рівні фактора.

При рішенні ж інтерполяційних задач поступають навпаки:

- 1) встановлюють рівні фактора (верхній і нижній);
- 2) вибирають основний рівень фактора.

У якості основного (нульового) рівня фактора вибирають чисельне значення фактора, що відповідає найкращим умовам вибору параметра оптимізації або центр інтервалу, у якому передбачається вести експеримент. У промислових умовах основний рівень відповідає значенням фактора при існуючому технологічному режимі.

Положення ускладнюється, якщо основна точка лежить на границі області визначення фактора. Тоді основний рівень приходить вибирати з деяким зміщенням від найкращих умов.

Вибір інтервалу варіювання необхідний для встановлення двох рівнів, на яких буде варіюватися фактор в експерименті, – верхнього і нижнього.

Інтервалом варіювання фактора називається деяке число, додавання якого до основного рівня дає верхній, а віднімання – нижній рівні фактора:

$$\left. \begin{aligned} x_{\max} &= x_{\text{осн}} + \Delta \\ x_{\min} &= x_{\text{осн}} - \Delta \end{aligned} \right\}, \quad (8.5)$$

де Δ – інтервал варіювання;

x_{\max} , $x_{\text{осн}}$, x_{\min} – відповідно значення фактора на верхньому, основному і нижньому рівнях.

Зі співвідношень (8.5) випливає, що значення фактора на основному рівні дорівнює:

$$x_{\text{осн}} = \frac{x_{\max} + x_{\min}}{2}. \quad (8.6)$$

Формула (8.5) використовується при розв'язанні екстремальних задач, а формула (8.6) – інтерполяційних.

При виборі інтервалу варіювання накладається обмеження знизу – він не повинний бути менше помилки фіксування рівня фактора і зверху – верхній і нижній рівні не повинні виходити за область визначення фактора. Перше обмеження приводить до того, що чим вище точність фіксування рівня фактора, тим менше може бути інтервал варіювання, і навпаки.

З іншого боку, інтервал варіювання повинний бути досить малий для одержання лінійної моделі, але разом з тим, досить великий, щоб не одержати помилкового висновку про незначущий вплив якого-небудь з факторів.

Кодування факторів необхідно для переведення натуральних факторів у безрозмірні величини, щоб мати можливість побудувати матрицю планування експерименту.

Зв'язок між кодовим і натуральним значенням фактора визначається формулою кодування:

$$z = \frac{2(x - x_{\max})}{x_{\max} - x_{\min}} + 1, \quad (8.7)$$

де z – кодоване значення фактора;
 x – значення фактора, взяті всередині інтервалу варіювання, у натуральних одиницях виміру;
 x_{\max} та x_{\min} – відповідно верхній і нижній рівні фактора в натуральних одиницях виміру.

З формули (8.7) випливає, що кодове значення верхнього рівня фактора завжди дорівнює (+1), нижнє – (-1), а основного – 0 (нулю).

При кодуванні якісних факторів, що мають два рівні, один рівень позначається „+1”, а інший „-1”. Для простоти запису одиниці опускають і пишуть тільки знаки „+” і „-”.

При кодуванні факторів заповнюють таблицю (таблиця 8.1).

Таблиця 8.1 – Кодування факторів

Інтервал варіювання і рівні факторів <i>мм · об⁻¹</i>	Реальне значення факторів				Кодове значення факторів			
	<i>V,</i> <i>м · хв⁻¹</i>	<i>S,</i> <i>мм · об⁻¹</i>	...	<i>t,</i> <i>мм</i>	x_1	x_2	...	x_k
Нульовий рівень	100	1		2	0	0		0
Інтервал варіювання	40	0,5		1				
Верхній рівень	40	0,5			+	+		+
Нижній рівень	60	0,5		1	-	-		-

8.2.3 Складання матриці планування ПФЕ

Матрицею планування експерименту називається таблиця умов проведення експерименту, у якій рядки відповідають різним дослідом, а стовпці – різним значенням факторів.

Складання матриці експерименту відбувається за правилом чергування знаків: для першого фактора рівні чергуються в кожному досліді, для другого – через два досліді, для третього – через чотири досліді, для четвертого – через вісім дослідів і т.д. по степенях двійки.

Кількість можливих дослідів ПФЕ визначається по формулі (8.2), що заносяться в стовпець "№ досліді". Крім цього стовпця в матриці експерименту також є стовпець для параметра оптимізації – "у", куди заносяться чисельні значення параметра оптимізації після реалізації кожного досліді – (y_1, y_2, \dots, y_n).

Як приклад у таблицях 8.2 і 8.3 приведені відповідно матриці планування ПФЕ типу 2^2 і 2^3 .

Таблиця 8.2 – Матриця планування ПФЕ 2^2

№ досліду	x_1	x_2	y
1	-	-	y_1
2	+	-	y_2
3	-	+	y_3
4	+	+	y_4

Таблиця 8.3 – Матриця планування ПФЕ 2^3

№ досліду	x_1	x_2	x_3	y
1	+	-	+	y_1
2	-	-	+	y_2
3	+	+	+	y_3
4	-	+	+	y_4
5	+	-	-	y_5
6	-	-	-	y_6
7	+	+	-	y_7
8	-	+	-	y_8

Складання розширеної матриці. Плануючи експеримент, на першому етапі дослідник прагне одержати лінійну модель (рисунок 8.2). Наприклад, для ПФЕ типу 2^2 і 2^3 лінійна модель буде відповідно наступній:

$$\left. \begin{aligned} y &= b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 \\ y &= b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 \end{aligned} \right\} \quad (8.8)$$

У випадку, якщо лінійна модель виявляється неадекватною, то прагнуть одержати нелінійну модель.

Один з видів нелінійності, що часто зустрічаються, зв'язаний з тим, що ефект одного фактора залежить від рівня, на якому знаходиться інший фактор. У цьому випадку говорять, що має місце ефект взаємодії факторів. Математична модель при цьому являє собою лінійну модель із взаємодіями (рисунок 8.2). Наприклад, для ПФЕ типу 2^2 і 2^3 лінійна модель із взаємодіями буде відповідно наступною:

$$\begin{aligned} y &= \theta_0 + \theta_1x_1 + \theta_2x_2 + \theta_{12}x_1x_2, \\ y &= \theta_0 + \theta_1x_1 + \theta_2x_2 + \theta_3x_3 + \theta_{12}x_1x_2 + \theta_{13}x_1x_3 + \theta_{23}x_2x_3 + \theta_{123}x_1x_2x_3. \end{aligned} \quad (8.9)$$

Матриця планування з урахуванням взаємодії факторів – (розширена матриця) складається наступним чином:

- 1) спочатку будується матриця без взаємодії факторів;
- 2) до цієї матриці добудовуються стовпці взаємодії факторів за правилом перемножування стовпців факторів, що входять в ефект взаємодії.

Наприклад, для ПФЕ типу 2^2 і 2^3 розширена матриця планування буде наступною (таблиця 8.4 і таблиця 8.5).

Таблиця 8.4 – Розширена матриця планування ПФЕ 2^2

№ дослідю	x_1	x_2	x_1x_2	y
1	+	+	+	y_1
2	-	+	-	y_2
3	+	-	-	y_3
4	-	-	+	y_4

Ефект взаємодії двох факторів називається ефектом першого порядку. Взагалі, ефект взаємодії максимального порядку в ПФЕ має порядок, на одиницю менший кількості факторів.

Таблиця 8.5 – Розширена матриця планування ПФЕ 2^3

№ дослідю	x_1	x_2	x_3	x_1x_2	x_1x_3	x_2x_3	$x_1x_2x_3$	y
1	-	-	-	+	+	+	-	y_1
2	+	-	-	-	-	+	+	y_2
3	-	+	-	-	+	-	+	y_3
4	+	+	-	+	-	-	-	y_4
5	-	-	+	+	-	-	+	y_5
6	+	-	+	-	+	-	-	y_6
7	-	+	+	-	-	+	-	y_7
8	+	+	+	+	+	+	+	y_8

Кількість можливих взаємодій деякого порядку визначається по формулі:

$$c_k^m = \frac{k!}{m!(k-m)!}, \quad (8.10)$$

де k – кількість факторів;

m – кількість елементів у взаємодії.

Наприклад, для лінійної моделі з взаємодіями чи розширеної матриці планування ПФЕ 2^4 кількість ефектів першого порядку дорівнює

$$c_4^2 = \frac{4!}{2!(4-2)!} = 6, \quad (8.11)$$

Рекомендується формулу (8.10) застосовувати при великому числі факторів ($k > 4$) як додаткову для полегшення складання лінійної моделі з взаємодіями, якщо використання формули (8.3) при цьому викликає труднощі.

8.2.4 Дробовий факторний експеримент і його планування

У багатьох випадках процес, що досліджується, може бути описаний лінійною моделлю. Тоді кількість дослідів у ПФЕ значно перевершує кількість обумовлених коефіцієнтів лінійної моделі.

Наприклад, для ПФЕ 2^3 кількість дослідів дорівнює 8, а кількість коефіцієнтів лінійної моделі ($y = \vartheta_0 + \vartheta_1x_1 + \vartheta_2x_2 + \vartheta_3x_3$) дорівнює 4 чи для ПФЕ 2^4 кількість дослідів дорівнює 16, а кількість коефіцієнтів лінійної моделі ($y = \vartheta_0 + \vartheta_1x_1 + \vartheta_2x_2 + \vartheta_3x_3 + \vartheta_4x_4$) дорівнює 5 і т.д.

Таким чином, ПФЕ має велику надмірність дослідів. Ця обставина і привела до ідеї дробового факторного експерименту.

Оскільки процес може бути описаний лінійною моделлю, то в цьому випадку впливом ефектів взаємодії можна знехтувати, тобто коефіцієнти полінома при ефектах взаємодії не будуть значно відрізнятися від нуля. Останнє дає можливість використовувати стовпець ефекту взаємодії розширеної матриці для оцінки впливу нового (додаткового) фактора.

Для позначення дробового факторного експерименту застосовується запис виду 2^{k-p} , де p – кількість взаємодій у ПФЕ типу 2^m ($m = k-p$), замінені новими факторами. Якщо $p = 1$, то експеримент типу 2^{k-1} називається напівреплікою від ПФЕ типу 2^k . При $p = 2$ маємо чверть-репліку і т.д.

Наприклад, 2^{3-1} – 1/2 репліка від 2^3 ,
 2^{4-1} – 1/2 репліка від 2^4 ,
 2^{5-2} – 1/4 репліка від 2^5 ,
 2^{6-3} – 1/8 репліка від 2^6 ,
 2^{7-4} – 1/16 репліка від 2^7 ,
 2^{5-1} – 1/2 репліка від 2^5 і т.д.

Репліки (частини), що використовуються для зменшення кількості дослідів у 2^m раз, де $m = 1, 2, 3, \dots$ називаються регулярними.

Правило побудови дробових реплік: матрицею планування дробового факторного експерименту типу 2^{k-p} є матриця планування ПФЕ типу 2^m (де $m = k-p$), у якій p стовпців взаємодій, якими можна знехтувати, відповідно замінені на p нових факторів; при цьому значення нових факторів в умовах дослідів визначаються знаками відповідних заміненіх стовпців взаємодій.

Вибір напівреплік. Генеруюче співвідношення і визначальний контраст. При побудові напіврепліки 2^{3-1} існує всього дві можливості: прирівняти x_3 до x_1x_2 чи до $-x_1x_2$. Тому є тільки дві напіврепліки 2^{3-1} (таблиця 8.6).

Таблиця 8.6 – Дві напіврепліки 2^{3-1}

а) $x_3 = x_1x_2$

б) $x_3 = -x_1x_2$

№ досліджу	x_1	x_2	x_3	$x_1x_2x_3$	№ досліджу	x_1	x_2	x_3	$x_1x_2x_3$
1	-	-	+	+	1	-	-	-	-
2	+	-	-	+	2	+	-	+	-
3	-	+	-	+	3	-	+	+	-
4	+	+	+	+	4	+	+	-	-

Для добутку трьох стовпців напіврепліки – а) виконується співвідношення „+1” = $x_1x_2x_3$, а напіврепліки – б) „-1” = $x_1x_2x_3$.

Символічне позначення добутку будь-яких стовпців рівного „+1” або „-1”, називається визначальним контрастом. Контраст допомагає визначити змішані ефекти.

Правило: для того щоб визначити, який ефект змішаний з даним, потрібно помножити обидві частини визначального контрасту на даний ефект.

Наприклад, якщо визначальним контрастом є вираз $1 = x_1x_2x_3$, то фактор x_1 буде змішаний з ефектом x_2x_3 : $x_1 = x_1^2x_2x_3 = x_2x_3$, тому що завжди $x_i^2 = 1$, аналогічно для фактора x_2 , знаходимо, що $x_2 = x_1x_2^2x_3 = x_1x_3$ для фактора x_3 маємо: $x_3 = x_1x_2x_3^2 = x_1x_2$.

Це значить, що коефіцієнти лінійного рівняння будуть одночасно оцінками $e_1 \rightarrow \beta_1 + \beta_{23}$, $e_2 \rightarrow \beta_2 + \beta_{13}$, $e_3 \rightarrow \beta_3 + \beta_{12}$.

Цей запис означає, що коефіцієнт, наприклад, b_1 є оцінкою впливу фактора x_1 парної взаємодії x_2x_3 , на параметр оптимізації. Вплив фактора x_1 у цьому випадку характеризується величиною b_1 , а вплив взаємодії x_2x_3 – величиною β_{23} . Оцінки, у яких неможливо розділити лінійний ефект і ефект взаємодії, називається змішаними [36].

Таке планування нас цілком влаштовує. Ми змішали ефекти взаємодії з лінійними ефектами. Але всі лінійні ефекти оцінюються окремо один від одного. Так як постулюється лінійна модель, то передбачається, що ефекти взаємодії близькі до нуля, і тому $e_1 \approx \beta_1$, $e_2 \approx \beta_2$, $e_3 \approx \beta_3$.

Співвідношення, що показує з яким із ефектів є змішаним даний ефект (фактор) називається генеруючим співвідношенням.

У розглянутому прикладі генеруючим співвідношеннями будуть вираження $x_3 = x_1x_2$ або $x_3 = -x_1x_2$ (таблиця 8.6).

При виборі напіврепліки 2^{4-1} можливі вісім варіантів (8 генеруючих співвідношень):

1. $x_4 = x_1x_2$,
2. $x_4 = -x_1x_2$,
3. $x_4 = x_2x_3$,
4. $x_4 = -x_2x_3$,
5. $x_4 = x_1x_3$,
6. $x_4 = -x_1x_3$,
7. $x_4 = x_1x_2x_3$,
8. $x_4 = -x_1x_2x_3$.

Усі ці вісім напівреплік мають різну дозвільну здатність. Дозвільна здатність буде максимальною, якщо лінійні ефекти змішані з ефектами взаємодії найвищого порядку.

Репліки називаються головними, якщо вони мають максимальну дозвільну здатність, тобто це репліки, у яких лінійні ефекти змішані з взаємодіями найвищого порядку. У розглянутому прикладі головними репліками будуть репліки 7 і 8.

При відсутності апріорної інформації про ефекти взаємодії необхідно вибирати головні репліки, тому що ефекти взаємодії вищого порядку менш важливі, ніж нижчого. Якщо існує апріорна інформація про ефекти взаємодії, то вона повинна враховуватися при виборі репліки, а саме: лінійні ефекти рекомендується змішувати насамперед з тими взаємодіями, які відповідно до апріорної інформації є незначними.

Приклад 1. Виберемо напіврепліку задану генеруючим співвідношенням $x_4 = x_1x_2x_3$, тобто головну напіврепліку. Тоді визначальним контрастом є вираз $1 = x_1x_2x_3x_4$, а змішані ефекти будуть:

$$\begin{aligned}x_1 &= x_2x_3x_4, & x_1x_2 &= x_3x_4, \\x_2 &= x_1x_3x_4, & x_1x_3 &= x_2x_4, \\x_3 &= x_1x_2x_4, & x_2x_3 &= x_1x_4. \\x_4 &= x_1x_2x_3,\end{aligned}$$

Це значить, що коефіцієнти моделі (полінома) будуть одночасно оцінками:

$$\begin{aligned}v_1 &\rightarrow \beta_1 + \beta_{234}, & v_{12} &\rightarrow \beta_{12} + \beta_{34}, \\v_2 &\rightarrow \beta_2 + \beta_{134}, & v_{13} &\rightarrow \beta_{13} + \beta_{24}, \\v_3 &\rightarrow \beta_3 + \beta_{124}, & v_{23} &\rightarrow \beta_{23} + \beta_{14}. \\v_4 &\rightarrow \beta_4 + \beta_{123},\end{aligned}$$

Таким чином, у розглянутому прикладі ми маємо можливість оцінити лінійні ефекти разом з ефектами взаємодії другого порядку (які не є значимими), а взаємодії першого порядку – спільно один з одним.

Відповідно до правила побудови дробових реплік, матрицею планування дробового факторного експерименту в даному випадку буде матриця планування ПФЕ 2^3 , у якій стовпець взаємодії $x_1x_2x_3$ належить новому фактору x_4 (таблиця 8.7).

Приклад 2. Виберемо напіврепліку, задану генеруючим співвідношенням $x_4 = x_1x_2$ (тобто взаємодія x_1x_2 не значима).

Таблиця 8.7 – Матриця планування дробового факторного експерименту 2^{4-1} з визначаючим контрастом $I = x_1x_2x_3x_4$

№ досліджу	x_1	x_2	x_3	$x_4 =$ $= x_1x_2x_3$	$x_1x_2 =$ $= x_3x_4$	$x_1x_3 =$ $= x_2x_4$	$x_2x_3 =$ $= x_1x_4$	y
1	+	+	+	+	+	+	+	y_1
2	-	+	+	-	-	-	+	y_2
3	+	-	+	-	-	+	-	y_3
4	-	-	+	+	+	-	-	y_4
5	+	+	-	-	+	-	-	y_5
6	-	+	-	+	-	+	-	y_6
7	+	-	-	+	-	-	+	y_7
8	-	-	-	-	+	+	+	y_8

В цьому випадку визначальним контрастом є вираз: $I = x_1x_2x_4$, а змішані ефекти будуть:

$$\begin{aligned} x_1 &= x_2x_4, & x_1x_3 &= x_2x_3x_4, \\ x_2 &= x_1x_4, & x_2x_3 &= x_1x_3x_4, \\ x_3 &= x_1x_2x_3x_4, & x_1x_2x_3 &= x_3x_4. \\ x_4 &= x_1x_2, \end{aligned}$$

Тут вже лінійні ефекти змішані з взаємодіями першого порядку. Визначити незалежно лінійні ефекти можна тільки в тому випадку, якщо мати апіорну інформацію про те, що взаємодії першого порядку є менш значимими, ніж взаємодії другого порядку або що три взаємодії першого порядку x_2x_4, x_1x_4, x_1x_2 незначущі. Тоді таке планування чудове!

Матриця планування експерименту в даному випадку наведена в таблиці 8.8.

Таким чином, застосовуючи дробове планування, потрібно точно знати систему змішування, чітко представляти, яку інформацію доводиться втрачати. Чим більше ефектів дозволяє оцінити дробовий факторний експеримент, тим більшу дозвільну здатність він має.

Вибір $\frac{1}{4}$ реплік. Узагальнюючий визначальний контраст. Вибір $\frac{1}{4}$ реплік розглянемо на прикладі побудови матриці планування репліки 2^{5-2} .

За правилом побудови дробових реплік вихідною матрицею планування репліки 2^{5-2} буде матриця ПФЭ 2^3 . Для ПФЭ 2^3 модель буде наступною:

$$y = \theta_0 + \theta_1x_1 + \theta_2x_2 + \theta_3x_3 + \theta_{13}x_1x_3 + \theta_{12}x_1x_2 + \theta_{23}x_2x_3 + \theta_{123}x_1x_2x_3.$$

Таблиця 8.8 – Матриця планування дробового факторного експерименту 2^{4-1} з визначальним контрастом $I = x_1x_2x_4$

№ досліджу	x_1	x_2	x_3	$x_4 =$ $= x_1x_2$	$x_1x_3 =$ $= x_2x_3x_4$	$x_2x_3 =$ $= x_1x_3x_4$	$x_1x_2x_3 =$ $= x_3x_4$	y
1	+	+	+	+	+	+	+	y_1
2	-	+	+	-	-	+	-	y_2
3	+	-	+	-	+	-	-	y_3
4	-	-	+	+	-	-	+	y_4
5	+	+	-	+	-	-	-	y_5
6	-	+	-	-	+	-	+	y_6
7	+	-	-	-	-	+	+	y_7
8	-	-	-	+	+	+	-	y_8

При побудові репліки 2^{5-2} вводиться два нових фактори x_4 і x_5 . За правилом побудови дробових реплік ці два нових фактори необхідно прирівняти до взаємодій. Тут можливі дванадцять варіантів, якщо, наприклад, фактор x_4 прирівняти взаємодії першого порядку, а фактор x_5 – другого порядку:

1. $x_4 = x_1x_2$, $x_5 = x_1x_2x_3$.
2. $x_4 = -x_1x_2$, $x_5 = x_1x_2x_3$.
3. $x_4 = x_1x_2$, $x_5 = -x_1x_2x_3$.
4. $x_4 = -x_1x_2$, $x_5 = -x_1x_2x_3$.
5. $x_4 = x_1x_3$, $x_5 = x_1x_2x_3$.
6. $x_4 = -x_1x_3$, $x_5 = x_1x_2x_3$.
7. $x_4 = x_1x_3$, $x_5 = -x_1x_2x_3$.
8. $x_4 = -x_1x_3$, $x_5 = -x_1x_2x_3$.
9. $x_4 = x_2x_3$, $x_5 = x_1x_2x_3$.
10. $x_4 = -x_2x_3$, $x_5 = x_1x_2x_3$.
11. $x_4 = x_2x_3$, $x_5 = -x_1x_2x_3$.
12. $x_4 = -x_2x_3$, $x_5 = -x_1x_2x_3$.

Нехай з апріорної інформації відомо, що взаємодія x_1x_2 , незначуща. Тоді співвідношення, що генерує, для фактора x_4 буде $x_4 = x_1x_2$. Для фактора x_5 візьмемо співвідношення, що генерує, $x_5 = x_1x_2x_3$. В цьому випадку визначальними контрастами є вирази: а) $I = x_1x_2x_4$; б) $I = x_1x_2x_3x_5$.

Якщо перемножити ці визначаючі контрасти, то одержимо узагальнюючий контраст: $I = x_1x_2x_4 = x_1x_2x_3x_5 = x_3x_4x_5$. Узагальнюючий визначальний контраст характеризує дозвільну здатність репліки. Система змішування оцінок визначається послідовним множенням узагальнюючого визначального контрасту послідовно на $x_1x_2x_3$ і т.д.

$$x_1 = x_2x_4 = x_2x_3x_5 = x_1x_3x_4x_5,$$

$$\begin{aligned}
x_2 &= x_1x_4 = x_1x_3x_5 = x_2x_3x_4x_5, \\
x_3 &= x_3x_1x_2x_4 = x_1x_2x_5 = x_4x_5, \\
x_4 &= x_1x_2 = x_1x_2x_3x_4x_5 = x_3x_5, \\
x_5 &= x_1x_2x_4x_5 = x_1x_2x_3 = x_3x_4, \\
x_1x_3 &= x_2x_3x_4 = x_2x_5 = x_1x_4x_5, \\
x_2x_3 &= x_1x_3x_4 = x_1x_5 = x_2x_4x_5,
\end{aligned}$$

або коефіцієнти моделі дробового факторного експерименту 2^{5-2} будуть одночасно оцінками:

$$\begin{aligned}
v_1 &\rightarrow \beta_1 + \beta_{24} + \beta_{235} + \beta_{1345}, & v_{13} &\rightarrow \beta_{13} + \beta_{234} + \beta_{25} + \beta_{145}, \\
v_2 &\rightarrow \beta_2 + \beta_{14} + \beta_{135} + \beta_{2345}, & v_{23} &\rightarrow \beta_{23} + \beta_{134} + \beta_{15} + \beta_{245}, \\
v_3 &\rightarrow \beta_3 + \beta_{1234} + \beta_{125} + \beta_{45}, \\
v_4 &\rightarrow \beta_4 + \beta_{12} + \beta_{12345} + \beta_{35}, \\
v_5 &\rightarrow \beta_5 + \beta_{1245} + \beta_{123} + \beta_{34},
\end{aligned}$$

Виходить досить складна система змішування лінійних ефектів з ефектами взаємодії першого, другого, третього і четвертого порядків. Матриця планування цієї дробової репліки представлена в таблиці 8.9.

Таблиця 8.9 – Матриця планування дробового факторного експерименту 2^{5-2} з визначальним контрастом $I = x_1x_2x_4 = x_1x_2x_3x_5 = x_3x_4x_5$

№ досліджу	x_1	x_2	x_3	x_4	x_5	x_1x_3	x_2x_3	y
1	-	-	-	+	-	+	+	y_1
2	+	-	-	-	+	-	+	y_2
3	-	+	-	-	+	+	-	y_3
4	+	+	-	+	-	-	-	y_4
5	-	-	+	+	+	-	-	y_5
6	+	-	+	-	-	+	-	y_6
7	-	+	+	-	-	-	+	y_7
8	+	+	+	+	+	+	+	y_8

Вибір ступеня дробовості експерименту повинен здійснюватися всякий раз у залежності від поставленої задачі і інформації про процес. З ростом кількості факторів збільшується дробовість реплік і ускладнюється система змішування. Необхідні системи змішування

можна домогтися, конструюючи матрицю дробового факторного експерименту на основі спеціально підбраного генеруючого співвідношення.

При одержанні лінійної моделі рекомендується вибирати дробові репліки з можливо більшою дозвільною здатністю, тобто репліки, у яких лінійні ефекти змішані з ефектами взаємодії, близькими до нуля.

8.2.5 Властивості матриць планування повного і дробового факторних експериментів

Для матриць повного і дробового факторних експериментів характерні наступні властивості.

1. Властивість симетричності, щодо центру експерименту: алгебраїчна сума елементів стовпця кожного фактора рівна нулю:

$$\sum_{j=1}^N x_{ij} = 0, \quad (8.12)$$

де j – номер дослідження;

i – номер фактора;

N – кількість дослідів у матриці.

2. Умова нормування: сума квадратів елементів кожного стовпця дорівнює числу дослідів:

$$\sum_{j=1}^N x_{ij}^2 = N. \quad (8.13)$$

3. Властивість ортогональності: алгебраїчна сума рядкових добутків елементів будь-яких двох стовпців матриці дорівнює нулю:

$$\sum_{j=1}^N x_{ij} x_{uj} = 0, \quad (8.14)$$

де i, u – номери факторів, причому $i \neq u$.

Ортогональність є одним з найбільш важливих властивостей матриці. Ця властивість дозволяє оцінити всі коефіцієнти математичної моделі незалежно один від одного, тобто величина будь-якого коефіцієнта не залежить від того, які величини мають інші коефіцієнти. Якщо той або інший коефіцієнт моделі виявиться незначним, то його можна відкинути, не перераховуючи інших.

4. Властивість ротатабельності: точки в матриці планування підбираються так, що математична модель, отримана в результаті

проведення повного або дробового факторного експериментів, здатна прогнозувати значення параметра оптимізації з однаковою точністю в будь-яких напрямках на рівних відстанях від центру експерименту. Це дуже важлива властивість, тому що починаючи експеримент, дослідник не знає, у якому напрямку доведеться рухатися в пошуках оптимуму.

8.2.6. Проведення експерименту

Ми навчилися складати повні і дробові факторні експерименти. Однак як би дотепно дослідник не планував експеримент, які б системи змішування не обирав, вся робота буде даремною, якщо не продумати всі деталі постановки експерименту.

До експерименту переходять безпосередньо після вибору основного рівня, інтервалу варіювання факторів і матриці планування. Кожен рядок матриці – це умови досліджу.

До досліджу необхідно ретельно готуватися: зібрати дослідну установку, перевірити прилади, підготувати сировину, розробити журнал, відкинути значення помилкових дослідів, перевірити гіпотезу про однорідність дисперсії і т.д.

Помилка досліджу, відкидання помилкових дослідів. При проведенні дослідів необхідно враховувати помилку досліджу. Помилка досліджу оцінюється по паралельних дослідях, тобто дослідях, повторених кілька разів при тих самих значеннях факторів.

Для оцінки помилки паралельних дослідів використовують дисперсію. Дисперсією називається середнє значення квадрата відхилень випадкової величини від її середнього значення:

$$S^2 = \frac{\sum_{u=1}^N (y_u - \bar{y})^2}{n-1}, \quad (8.15)$$

де S^2 – дисперсія досліджу;

u – номер паралельного досліджу;

n – кількість паралельних дослідів;

y_u – значення параметра оптимізації в u -ом паралельному досліді;

\bar{y} – середнє арифметичне значення параметра оптимізації паралельних дослідях, що визначається за формулою:

$$\bar{y} = \frac{\sum_{u=1}^N y_u}{n}. \quad (8.16)$$

Помилкою досліду (середнім квадратичним відхиленням, стандартом або квадратичною помилкою) називається корінь квадратний з дисперсії досліду, взятий із знаком „плюс”:

$$S = +\sqrt{S^2}. \quad (8.17)$$

Помилка досліду має розмірність тієї величини, для якої вона обчислена. Дисперсія та помилка досліду – це міри розсіювання, мінливості. Чим більше дисперсія та помилка досліду, тим більше розсіяні значення паралельних дослідів біля середнього значення. Розсіювання експериментальних даних в основному визначається неоднорідністю матеріалів, зміною умов випробувань, похибками вимірів і т.д. Велике розсіювання досліджуваної величини може відбутися через наявність в експерименті помилкових дослідів, які дали сумнівні результати.

Для відкидання помилкових дослідів використовують критерій Стьюдента:

$$t_p = \frac{|y - \bar{y}|}{S}, \quad (8.18)$$

де t_p – розрахункове (експериментальне) значення критерію Студента;

y – результат паралельного досліду, поставлений під сумнів;

\bar{y} – середнє арифметичне паралельних дослідів без врахування результату помилкового досліду;

S – помилка паралельних дослідів без врахування результату помилкового досліду.

Значення t_p порівнюється з табличним значенням критерію Стьюдента t_T (додаток А, таблиця А.1). Якщо при цьому виявиться, що $t_p > t_T$, то дослід вважається помилковим (бракованим) і навпаки, якщо $t_p < t_T$ то дослід визнається придатним.

Процедура зіставлення обчислень характеристики з табличним значенням називається перевіркою гіпотези. Застосування додатка 1 вимагає деяких коментарів. Вхідними параметрами в цю таблицю є кількість ступенів вільності f і рівень значимості α .

З поняттям кількості ступенів вільності нам доведеться ще багаторазово зустрічатися і воно буде в подальшому уточнене. У даному випадку:

$$f = n - 1, \quad (8.19)$$

де n – кількість паралельних дослідів без врахування помилкового дослідів (f береться на 1 менше від n , тому що один ступінь вільності використаний для обчислення y).

Рівень значимості – міра наших вимог до відповіді. Досвід використання статистики в різноманітних ситуаціях протягом декількох десятиліть показав, що звичайно при розв'язуванні інженерних задач рівень значимості приймається рівний 0,05. Таке значення, яке називається 5%-вим рівнем ризику, відповідає імовірності вірної відповіді при перевірці нашої гіпотези $P = 1 - \alpha = 0,95$ або 95 %. При цьому говорять, що в тільки в 5% випадків перевірки гіпотези в аналогічних ситуаціях можлива помилка. Звичайно, ніколи не можна дати 100 % - вої гарантії. Подібне бажання приводить до необхідності виконувати нескінченно багато дослідів, що абсурдно.

Важливо підкреслити, що дослідник завжди вільний у виборі рівня значимості та можливі ситуації, у яких потрібно велика надійність відповіді. Якщо ж немає ніяких особливих обставин, то можна умовитися завжди приймати $\alpha = 0,05$. В подальшому будемо дотримуватись цієї угоди.

Дисперсія параметра оптимізації. Ми розглянули, як підраховується дисперсія в кожному досліді, тобто в кожній горизонтальній настройці матриці планування.

Дисперсія всього експерименту або дисперсія параметра оптимізації дорівнює:

$$S_y^2 = \frac{\sum_{j=1}^N S_j^2}{N}, \quad (8.20)$$

де j – номер дослідів;

S_j^2 – дисперсія j -го дослідів матриці, обумовлена по формулі (8.15);

N – кількість дослідів у матриці планування.

Формула (8.20) справедлива, якщо кількість паралельних дослідів однакове для всій матриці.

На практиці досить часто доводиться стикатися з випадками, коли кількість паралельних дослідів є різним. Це відбувається внаслідок відкидання помилкових дослідів, непевності експериментатора в правильності деяких результатів (в таких випадках виникає бажання ще раз повторити дослід). У подібних випадках:

$$S_y^2 = \frac{S_1^2 f_1 + S_2^2 f_2 + \dots + S_N^2 f_N}{f_1 + f_2 + \dots + f_N} = \frac{\sum_{j=1}^N S_j^2 f_j}{\sum_{j=1}^N f_j}, \quad (8.21)$$

де S_j^2 – дисперсія j -го дослідю;
 N – кількість дослідів у матриці;
 f_j – кількість ступенів вільності в j -му досліді, рівне числу паралельних дослідів n_j мінус 1, тобто:

$$f_j = n_j - 1. \quad (8.22)$$

На практиці часто також зустрічаються випадки, коли дослідю, які заплановані матрицею, не дублюються, тобто паралельні дослідю не проводяться. Як правило, так поступають, якщо дослідю є дорогими, відрізняються великою тривалістю і т.п., а головне, коли у дослідника є впевненість у тім, що розсіювання значень параметра оптимізації у всіх точках матриці планування не перевищують розсіювання в нульовій точці. У таких випадках для обчислення дисперсії параметра оптимізації спеціально виконується декілька паралельних дослідів у нульовій точці, тобто при знаходженні усіх факторів на основний рівнях. Дисперсія параметра оптимізації при цьому визначається за формулою:

$$S_y^2 = \frac{\sum_{k=1}^n (y_k - y)^2}{n - 1}, \quad (8.23)$$

де n – кількість паралельних дослідів у нульовій точці;
 k – номер паралельного дослідю в нульовій точці;
 y_k – значення параметра оптимізації в k -ому досліді;
 y – середнє арифметичне значення параметра оптимізації в n паралельних дослідях, проведених у нульовій точці.

Слід зазначити, що формули (8.20), (8.21) справедливі, якщо дисперсії для кожного дослідю матриці однорідні. Тому проводиться перевірка дисперсій на однорідність.

Перевірка однорідності дисперсій. Однорідність дисперсій означає, що серед усіх дисперсій, що додають, немає таких, котрі б значно перевищували інші.

Перевірка однорідності дисперсій виконується за допомогою різноманітних статистичних критеріїв. Найпростішим з них є критерій

Фішера (F - критерій), що служить для порівняння двох дисперсій і являє собою відношення більшої дисперсії до меншої:

$$F = \frac{S_1^2}{S_2^2}, \quad (8.24)$$

де $S_1^2 > S_2^2$.

Розрахункове значення критерію F_p порівнюють з табличним F_T (додаток А, таблиця А.2). Якщо при цьому виявиться, що $F_p < F_T$ для відповідних чисел ступенів вільності прийнятого рівня значимості, то дисперсії однорідні, і навпаки, якщо $F_p > F_T$, то дисперсії неоднорідні, тобто вони значимо відрізняються одна від одної.

Вхідними параметрами у таблицю А.2 додатку є f_1 і f_2 . Під f_1 розуміють кількість ступенів вільності для більшої дисперсії, під f_2 – кількість ступенів вільності для меншої дисперсії.

При порівнянні великої кількості дисперсій їхню однорідність перевіряють за критерієм Кохрену або за критерієм Бартлета.

Якщо для всіх рядків матриці виконано по однаковому числу паралельних дослідів і при цьому одна дисперсія значно перевищує інші, то однорідність ряду дисперсій перевіряють за допомогою критерію Кохрена G_p , що являє собою відношення максимальної дисперсії до суми всіх дисперсій:

$$G_p = \frac{S_{\max}^2}{S_1^2 + S_2^2 + \dots + S_N^2} = \frac{S_{\max}^2}{\sum_{j=1}^N S_j^2}. \quad (8.25)$$

Гіпотеза про однорідність дисперсій підтверджується, якщо G_p не перевищує табличного значення G_T (додаток А, таблиця А.3). У цьому випадку можна користуватися формулою (8.20) для визначення дисперсії параметра оптимізації. Якщо розрахункове значення критерію Кохрена більше табличного, то дисперсії неоднорідні.

У таблицю додатка 3 вхідними параметрами є N і f . Під N розуміють кількість дисперсій, що порівнюються, під f – кількість ступенів вільності, що дорівнює: $f = n - 1$, де n – кількість паралельних дослідів.

При неоднаковому числі паралельних дослідів однорідність ряду дисперсій перевіряється за допомогою критерію Бартлета. Для цього спочатку підраховують дисперсію параметра оптимізації за формулою (8.21), а саме:

$$S_y^2 = \frac{\sum_{j=1}^N S_j^2 f_j}{\sum_{j=1}^N f_j}.$$

Потім обчислюють величину:

$$\frac{1}{c} (f \lg S_y^2 - \sum_{j=1}^N f_j \lg S_j^2), \quad (8.26)$$

де

$$C = 0,4343 \left[1 + \frac{1}{3(N-1)} \left(\sum_{j=1}^N \frac{1}{f_j} - \frac{1}{f} \right) \right], \quad (8.27)$$

$$f = \sum_{j=1}^N f_j. \quad (8.28)$$

Значення символів у формулах (8.26), (8.27) і (8.28) наведені в експлікації формули (8.21).

Бартлет показав, що величина $\frac{1}{c} \left(f \lg S_y^2 - \sum_{j=1}^N f_j \lg S_j^2 \right)$ наближено підкоряється χ^2 розподілу з $(N-1)$ ступенями вільності.

Якщо χ_p^2 більше χ_r^2 (додаток А, таблиця А.4) для даного числа ступенів вільності і прийнятого рівня значимості, то дисперсії неоднорідні і навпаки.

У таблицю А.4 додатка 4 вхідним параметрами є кількість ступенів вільності – $f = N - 1$, де N – кількість порівнюваних дисперсій; при плануванні експерименту типу $2^k N$ дорівнює числу дослідів у матриці.

У тих випадках, коли дисперсії неоднорідні необхідно змінити масштаб для параметра оптимізації. При цьому вводиться деяка математична функція від параметра оптимізації, наприклад, квадратний корінь або логарифм (п. 8.2.11).

8.2.7 Обробка результатів експерименту

Ретельне, скрупульозне виконання експерименту є головною умовою успіху дослідження. Це загальне правило і планування експерименту не є виключенням.

Закінчивши експеримент і відкинувши помилкові досліди, проводять обробку результатів експерименту, яка полягає у знаходженні коефіцієнтів

математичної моделі, перевірки їх значимості і адекватності отриманої моделі.

Визначення коефіцієнтів моделі. У загальному випадку для будь-якого числа факторів коефіцієнти моделі визначається за формулою:

$$b_i = \frac{\sum_{j=1}^N \bar{y}_j x_{ij}}{N}, \quad (8.29)$$

де i – номер фактора, $i=1,2,3,\dots,k$ (нуль записаний для обчислення b_0);

j – номер дослідів;

\bar{y}_j – середнє арифметичне значення параметра оптимізації у

j -ому досліді;

x_{ij} – кодовані значення (± 1) фактору i (або ефекту взаємодії факторів) j -му досліді.

Рівність (8.29) є дуже простою формулою. Тому що кожен фактор (крім x_0 , який додатково вводиться в матрицю планування для обчислення коефіцієнта b_0) варіюється на двох рівнях $+1$ і -1 , то обчислення зводяться до приписування стовпцю y у матриці планування знаків стовпця відповідного фактора (або ефекту взаємодії факторів) і алгебраїчному додаванні отриманих значень. Ділення результату на кількість дослідів у матриці планування – дає шуканий результат (відповідне значення коефіцієнта математичної моделі).

Обчислення коефіцієнтів моделей по дробових репліках виконується аналогічним чином. В цьому випадку в залежності від системи змішування не всі коефіцієнти ефектів можуть бути визначені.

Перевірка значимості коефіцієнтів. Така перевірка для кожного коефіцієнта проводиться незалежно. Вона здійснюється побудовою довірчого інтервалу:

$$\Delta b = \pm t \cdot S_{b_i}, \quad (8.30)$$

де t – табличне значення критерію Стьюдента (таблиця А1, додатка А) при обраному рівні значимості (звичайно $\alpha = 0.05$) і числі ступенів вільності, з яким визначалася дисперсія;

S_{b_i} – квадратична помилка i -го коефіцієнта.

Квадратична помилка i -го коефіцієнта дорівнює:

$$S_{b_i} = +\sqrt{S_{b_i}^2}, \quad (8.31)$$

де $S_{b_i}^2$ – дисперсія i -го коефіцієнта, що дорівнює.

$$S_{b_i}^2 = \frac{S_y^2}{N}, \quad (8.32)$$

де S_y^2 – дисперсія параметра оптимізації (формули 8.20, 8.21 і 8.23);
 N – кількість дослідів у матриці, результати яких використовуються при підрахунку коефіцієнтів моделі.

З формул (8.30), (8.31) і (8.32) випливає, що довірчі інтервали для всіх коефіцієнтів, у тому числі й ефектів взаємодії, дорівнюють один одному.

Коефіцієнт моделі вважається значимим якщо його абсолютна величина більше довірчого інтервалу:

$$|e_i| > \Delta e_i. \quad (8.33)$$

Статистично незначущі коефіцієнти можуть бути виключені з рівняння моделі.

Перевірка адекватності моделі. Ця перевірка виконується по F -критерію Фішера:

$$F_p = \frac{S_{ay}^2}{S_y^2}, \quad (8.34)$$

де S_y^2 – дисперсія параметра оптимізації, яка визначається по формулах (8.20), (8.21) і (8.23) зі своїм числом ступенів вільності $f_y = f_2$ (таблиця А.2, додатку А);

S_{ay}^2 – дисперсія адекватності зі своїм числом ступенів вільності $f_{ay} = f_1$ (див. табл. додатку 8.5.2).

Модель вважається адекватною з відповідною довірчою вірогідністю, якщо розрахункове значення критерію F_p (формула 8.34) менше табличного F_T для відповідних чисел ступенів вільності (таблиця А2, додатку А) і навпаки.

Кількість ступенів вільності для S_{ay}^2 дорівнює числу відмінних один від іншого дослідів, результати яких використовуються при підрахунку коефіцієнтів моделі, мінус кількість значимих коефіцієнтів.

Кількість ступенів вільності для S_y^2 дорівнює:

1) у випадку нерівномірного дублювання:

$$f_y = \sum_{j=1}^N (n_j - 1), \quad (8.35)$$

де N – кількість дослідів у матриці планування;
 j – номер дослідів або точка матриці планування;
 n_j – кількість паралельних дослідів у j -тій точці матриці планування;

2) у випадку рівномірного дублювання:

$$f_y = N(n - 1), \quad (8.36)$$

де n – однакове для всіх рядків матриці планування кількість паралельних дослідів;

4) у випадку, коли паралельні дослідів проводять тільки в нульовій точці:

$$f_y = n - 1, \quad (8.37)$$

де n – кількість паралельних дослідів у нульовій точці.

Дисперсія адекватності.

I. Якщо дослідів з матриці планування не дублювалися (при цьому інформація про дисперсію параметра оптимізації отримується з паралельних дослідів у нульовій точці по формулі 8.23), то дисперсію адекватності визначають за формулою:

$$S_{ay}^2 = \frac{\sum_{j=1}^N (y_j - \hat{y}_j)^2}{f_{ay}}, \quad (8.38)$$

де j – номер дослідів;
 N – кількість дослідів у матриці планування;
 y_i – експериментальне значення параметра оптимізації в j -му досліді (y_1, y_2, \dots, y_N) ;
 \hat{y}_j – значення параметра оптимізації в j -ому досліді, обчислене по моделі;
 f_{ay} – кількість ступенів вільності для S_{ay}^2 (див. вище).

2. При однаковому числі паралельних дослідів у всіх точках матриці планування:

$$S_{ay}^2 = \frac{n \sum_{j=1}^N (\bar{y}_j - \hat{y}_j)^2}{f_{ay}}, \quad (8.39)$$

де \bar{y}_j – середнє арифметичне значення параметра оптимізації з n паралельних дослідів у j -ій точці матриці планування.

Інші значення символів у формулі (8.39) наведені в експлікації формули (8.38).

3. При неоднаковому числі паралельних дослідів:

$$S_{ay}^2 = \frac{\sum_{j=1}^N n_j (\bar{y}_j - \hat{y}_j)^2}{f_{ay}}, \quad (8.40)$$

де n_j – кількість паралельних дослідів у j -ій точці матриці планування.

Інші значення символів у формулі (8.40) наведені в експлікаціях формул (8.39) і (8.38).

При обчисленні параметра оптимізації по моделі (\hat{y}_j) значення факторів необхідно підставляти у кодованому вигляді.

Крім прямих методів визначення адекватності моделі, існують ще і непрямі. Так, наприклад, при розгляді лінійної моделі значимість хоча б одного з коефіцієнтів ефектів взаємодії є надійною ознакою того, що дана модель неадекватна [9].

У таких випадках доцільно ставити серію додаткових паралельних дослідів у нульовій точці і якщо t_p відповідає формулі (8.41), то дана модель адекватна:

$$t_p = \frac{\vartheta_0 - \bar{y}}{S_{ei}} \leq t_T, \quad (8.41)$$

де t_p і t_T – відповідно розрахункове і табличне значення критерію Стюдента;

ϑ_0 – вільний член лінійного рівняння зі взаємодіями;

S_{ei} – квадратична помилка у визначенні коефіцієнтів моделі (формули 8.31 і 8.32);

\bar{y} – середнє арифметичне значення параметра оптимізації у;

n – паралельних дослідів, проведених у нульовій точці.

8.2.8 Інтерпретація результатів експерименту

Перехід адекватної моделі з абстрактної математичної мови на мову експериментатора називається інтерпретацією моделі.

Інтерпретація - складний процес, що проводиться в кілька етапів:

1) оцінка величини та напряму впливу окремих факторів і їхніх взаємодій;

2) зіставлення впливу сукупності факторів;

3) перевірка правильності апріорних уявлень.

Перший етап складається з наступного. Встановлюється, якою мірою кожен з факторів впливає на параметр оптимізації. Величина коефіцієнтів моделі – кількісна міра цього впливу за умови, що інтервали варіювання факторів можна порівняти. Чим більше коефіцієнт, тим сильніше впливає фактор.

Про характер впливу факторів говорять знаки коефіцієнтів. Знак плюс говорить про те, що при збільшення значення фактору зростає величина параметра оптимізації, а знак мінус – про спадання цього параметра.

На другому етапі з'ясовують, як розташувати сукупність факторів у ряд по силі їхнього впливу на параметр оптимізації. Фактори, коефіцієнти яких незначні, не інтерпретуються. Можна сказати тільки, що при даних інтервалах варіювання і помилці параметра оптимізації вони не справляють істотного впливу на параметр оптимізації.

Оскільки величина коефіцієнта залежить не тільки від ступеня впливу даного фактора на параметр оптимізації, але і від величини інтервалу варіювання, то при дуже вузьких інтервалах варіювання фактора його внесок у зміну параметра оптимізації може бути дійсно дуже малим. Однак тільки по цьому не можна ще судити про те, що фактор є незначним. Тому завжди статистичний сигнал про не значимість фактора повинний бути по-можливості перевірений або хоча б обговорений з технічної точки зору.

На третьому етапі здійснюють перевірку правильності апріорних припущень. Якщо, наприклад, очікується, що з ростом якого-небудь фактора повинно відбуватися збільшення параметра оптимізації, то коефіцієнт при цьому факторі повинний бути позитивним. Якщо ж коефіцієнт виходить негативним, то виникає суперечність.

Це може відбутися з двох причин:

1) невірні апріорні припущення;

2) в експерименті допущена помилка і він повинний бути підданий ревізії.

Тому дослідник завжди повинен бути упевнений, що експеримент проведений коректно. Крім того, апріорна інформація часто ґрунтується на однофакторних залежностях. При багатфакторному ж плануванні особлива увага приділяється інтерпретації ефектів взаємодії факторів. Ця ситуація

виникає у тому випадку, якщо коефіцієнт при ефекті взаємодії виявляється значимим.

Правило. Якщо ефект взаємодії має знак "+", то для збільшення параметра оптимізації потрібно одночасне збільшення або зменшення значень факторів; для зменшення параметра оптимізації фактори повинні змінюватися одночасно в різних напрямках.

Якщо ж ефект взаємодії має негативний знак, то для збільшення параметра оптимізації фактори повинні одночасно змінюватися в різних напрямках; для зменшення параметра оптимізації необхідне одночасне збільшення або зменшення факторів.

Таким чином, інтерпретація ефектів взаємодії не така однозначна, як інтерпретація лінійних ефектів. У кожному випадку існує два варіанти. При виборі варіанта необхідно враховувати знаки лінійних ефектів відповідних факторів. Однак можливий випадок, коли знаки лінійних ефектів різні. Тоді треба враховувати чисельні значення коефіцієнтів і нехтувати найменшим ефектом.

В інтерполяційних задачах необхідно одержати рівняння математичної моделі для натуральних значень факторів. Таке рівняння можна легко одержати після підстановки в рівняння (8.3) замість кодових значень факторів їх значення в натуральних одиницях виміру згідно формули (8.7). Після елементарних математичних перетворень одержують шукане рівняння математичної моделі для натуральних значень факторів. Слід зазначити, що коефіцієнти моделі тепер вже змінюються. При цьому зникає можливість інтерпретації впливу факторів по величинам і знакам коефіцієнтів моделі.

8.2.9 Рішення, які приймаються після побудови лінійної моделі та перевірки її адекватності

Такі рішення залежать від числа факторів, мети дослідження, дробовості плану, складності експерименту й інших умов дослідження. Кількість можливих рішень досить велика, тому обмежимося розглядом тільки тих рішень, які приймають при адекватній лінійній моделі.

Усі коефіцієнти лінійної моделі значимі. У цьому випадку план наступного дослідження залежить від положення області оптимуму:

- а) область оптимуму може бути близька або далека;
- б) можлива ситуація, коли інформація про знаходження області оптимуму відсутня.

Якщо область оптимуму близька, то приймають одне з трьох рішень: круте сходження по поверхні відклику; закінчення дослідження; перехід до планування другого порядку, опис області оптимуму поліномом другого ступеня і знаходження екстремуму за допомогою отриманого рівняння.

Круте сходження буде розглянуто окремо в наступному розділі.

Якщо область оптимуму далека, то роблять круте сходження по поверхні відклику та пошук області оптимуму.

При ефективному крутому сходженні, тобто при встановленні області оптимуму, можливий одне з двох рішень: закінчення дослідження, якщо отримане значення параметра оптимізації задовольняє дослідника; опис області оптимуму поліномом другого ступеня і знаходження екстремуму за допомогою отриманого рівняння.

У випадку неефективного крутого сходження будується новий лінійний план з центром у точці, яка відповідає умовам найкращого досліду, і виробляється нове круте сходження.

Якщо інформація про знаходження області оптимуму відсутня, тобто має місце невизначена ситуація, то приймають такі ж рішення, як і у випадку далекої області оптимуму.

Усі коефіцієнти лінійної моделі (крім b_0) не значимі. Така ситуація є наслідком вибору вузьких інтервалів варіювання або великої помилки досліду. При цій ситуації можливо два рішення: розширення інтервалів варіювання факторів; підвищення точності експерименту шляхом збільшення числа паралельних дослідів або поліпшення методики проведення дослідів.

У результаті підвищення точності експерименту зменшується дисперсія параметра оптимізації, а отже, зменшуються і дисперсії, які характеризують помилки у визначенні коефіцієнтів рівняння моделі. Це призводить до зменшення довірчих інтервалів коефіцієнтів, у результаті всі або частина коефіцієнтів можуть виявитися значимими. Якщо усі коефіцієнти виявляються значимими, то приймаються рішення, як для випадку, коли усі коефіцієнти лінійної моделі значимі. Випадок значимості частини коефіцієнтів буде розглянутий нижче.

Якщо ж усі коефіцієнти лінійної моделі не значимі й область оптимуму близька, то крім рішень для випадку, коли усі коефіцієнти лінійної моделі не значимі можливе також закінчення дослідження або перехід до планування другого порядку.

Частина коефіцієнтів лінійної моделі значима, частина не значима. Незначущість частини коефіцієнтів може бути викликана наступними причинами: включенням у дослідження факторів, що здійснюють несуттєвий вплив на параметр оптимізації; малою точністю експерименту; невдалим вибором інтервалів варіювання.

Фактори, що мають несуттєвий вплив на параметр оптимізації, можуть бути стабілізовані на визначених рівнях і тим самим виключені з подальшого розгляду. Можливі шляхи підвищення точності експерименту були зазначені вище.

Якщо, згідно апріорної інформації, всі прийняті в дослідженні фактори здійснюють істотний вплив на параметр оптимізації, то необхідно повторити досліди, розширивши інтервали варіювання факторів, коефіцієнти при яких виявилися не значимі. Центр експерименту (нульова точка) при

цьому може бути перенесений у точку, яка відповідає умовам найкращого досліду.

У випадку невизначеної ситуації або віддаленої області оптимуму можливо також круте сходження по поверхні відклику; однак при незначимості частини коефіцієнтів лінійної моделі це рішення можна допустити тільки у тих випадках, коли проведення нової серії дослідів вимагає значних витрат.

У випадку, коли лінійна модель неадекватна, необхідно вживати заходи для одержання адекватної моделі. Адекватна модель може бути отримана наступними шляхами: зміною інтервалів варіювання; переносом центра плану; добудуванням плану.

Можливі рішення для одержання адекватної моделі розглянуті також на рисунку 8.2.

8.2.10 Круте сходження по поверхні відклику

Сутність методу. Круте сходження являє собою процедуру пошуку оптимуму функції відклику, що досліджується.

Для здійснення крутого сходження необхідно змінювати фактори пропорційно величинам які відповідають коефіцієнтам моделі. Це положення є головною умовою для досягнення області оптимуму найбільш коротшим шляхом та складає сутність крутого сходження чи метода градієнта.

Круте сходження повинно починатися від нульової точки (2).

Процедура руху відбувається крок за кроком (рисунок 8.3): координати кожної точки (1, 2, 3, 4 і т.д.) отримуються послідовним алгебраїчним складанням нульового рівня (точка 0) з пропорційним збільшенням по кожному фактору: x_1 та x_2 .

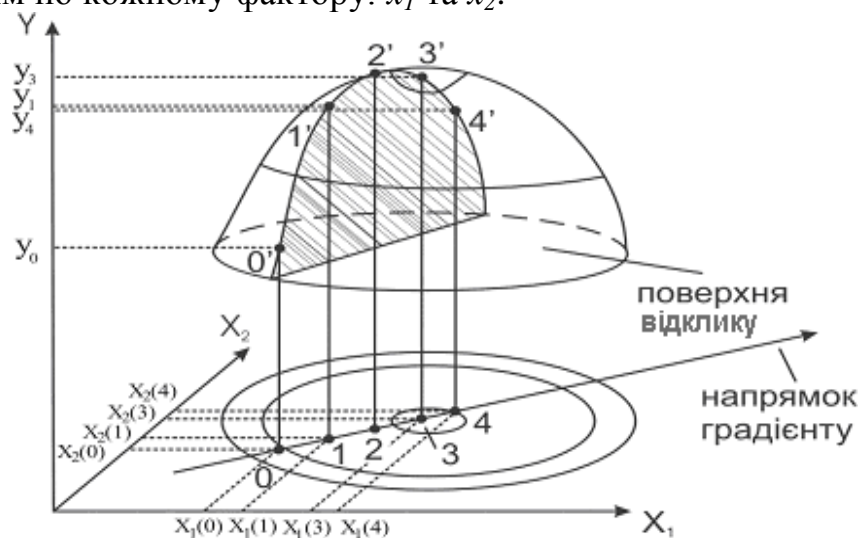


Рисунок 8.3 – Геометрична інтерпретація метода крутого сходження для двох факторів

Як ми бачимо з рисунку, при русі до оптимуму малий крок потребує значного числа дослідів, а великий крок може привести до проскакування області оптимуму.

При крутому сходженні крок вибирається таким, щоб його мінімальна величина була більше похибки, з якою фіксується фактор. Максимальну величину кроку обмежує інтервал варіювання фактора.

Спочатку вибирається крок для одного якогось фактора (звичайно таким фактором є той, у якого добуток коефіцієнта на інтервал варіювання є максимальним по абсолютній величині [37]), а для інших він розраховується за виразом:

$$\delta_i = \delta_u \frac{e_i \cdot \Delta_i}{e_u \cdot \Delta_u}, \quad (8.42)$$

- де δ_u – вибраний крок крутого сходження для фактора u ;
- δ_i – крок крутого сходження для i -го фактора;
- e_i, e_u – коефіцієнти моделі відповідно для i -го та u -го факторів;
- Δ_i, Δ_u – проміжки варіювання i -го та u -го факторів.

Розрахувавши крок крутого сходження по кожному фактору, знаходять умови “уявних” дослідів шляхом послідовного алгебраїчного складання значень факторів на нульовому рівні із знайденими кроками крутого сходження по відповідному фактору.

Наприклад, якщо в розглянутому випадку (рисунок 8.3) натуральні значення факторів x_1 та x_2 на нульовому рівні будуть відповідно $x_{1(0)}$ та $x_{2(0)}$, а їх кроки δ_1 та δ_2 , то умова проведення першого уявного дослідів (точка 1) будуть наступними:

$$\left. \begin{aligned} x_{1(1)} &= x_{1(0)} + \delta_1 \\ x_{2(1)} &= x_{2(0)} + \delta_2 \end{aligned} \right\}, \quad (8.43)$$

де $x_{1(1)}, x_{2(1)}$ – натуральні значення факторів x_1 та x_2 в першому уявному досліді.

“Уявними” називають дослідів, умови проведення яких встановлені із врахуванням кроку руху кожного фактора на стадії крутого сходження в області оптимуму.

З метою перевірки результатів крутого сходження частина уявних дослідів реалізується (наприклад, дослідів 1, 3, 4 на рисунку 8.3) в результаті чого встановлюється значення параметра оптимізації в цих дослідів (y_1, y_3, y_4). Аналізуючи значення параметра оптимізації в уявних дослідів, встановлюється область оптимуму – найкраще значення параметра оптимізації (y_3). При цьому область оптимуму задається умовами найкращого дослідів – дослідів 3: $x_{1(3)}$ та $x_{2(3)}$ (рисунок 8.3).

При крутому сходженні часто зустрічається ситуація, при якій рух по одному з факторів досягає деякої межі. В цих випадках цій фактор стабілізують на оптимальному рівні та продовжують рух по тим, які залишились.

Круте сходження припиняють, якщо знайдені умови оптимізації, чи якщо обмеження на фактори роблять подальший рух неможливим.

Приклад розрахунку крутого сходження. Розрахунок крутого сходження здійснюється після отримання адекватної моделі і полягає у визначенні умов проведення уявних дослідів. Цій розрахунок виконується в таблиці стандартної форми (таблиця 8.10).

Хай в результаті постановки ПФЕ отримана адекватна модель у вигляді полінома першого ступеня:

$$y = 10.5 - 1.1x_1 - 1.85x_2 + 2.95x_3$$

Тоді в таблиці 8.10 рядки “а”, “б” та “в” заповнюються даними, які отримані при постановці ПФЕ (чиДФЕ). В рядку “г” визначається добуток $v_i \cdot \Delta_i$ після чого вибирається фактор, для якого добуток $v_i \cdot \Delta_i$ є найбільшим по абсолютній величині. Як ми бачимо таким фактором є фактор x_1 .

Таблиця 8.10 – Розрахунок крутого сходження

Рядок	Найменування	x_1	x_2	x_3	y
а	Нульовий рівень	400	6	3	
б	Інтервал варіювання $-\Delta_i$	15	0.5	1	
в	Коефіцієнт моделі - v_i	-1.1	-1.85	2.95	
г	$v_i \cdot \Delta_i$	-16.5	-0.985	2.95	
д	Крок - δ_i	-10	-0.56	1.8	
е	Округлений крок	-10	-0.6	2.0	
є	Уявні досліди				
	1 – уявний	400	6	3	-
	2 – уявний	390	5.4	5	-
	3 – уявний	380	4.8	7	-
	4 – уявний	370	4.2	9	-
	5 – реалізований	360	3.6	11	19
	6 – уявний	350	3.0	13	-
	7 – реалізований	340	2.4	15	22
	8 – уявний	330	1.8	17	-
	9 – реалізований	320	1.2	19	20

Потім у рядку “д” для фактора x_1 вибираємо крок крутого сходження, якому приписуємо знак, який відповідає коефіцієнту моделі ($\delta = -10$). Після чого за формулою (8.42) визначаються кроки крутого сходження для тих факторів, які залишились (x_2 та x_3):

$$\delta_2 = \delta_1 \frac{e_2 \cdot \Delta_2}{e_1 \cdot \Delta_1} = (-10) \frac{(-1.85) \cdot 0.5}{(-1.1) \cdot 15} = -0.56,$$

$$\delta_2 = \delta_1 \frac{e_3 \cdot \Delta_3}{e_1 \cdot \Delta_1} = (-10) \frac{2.95 \cdot 1}{(-1.1) \cdot 15} = +1.8.$$

Для зручності кроки крутого сходження зближуються (рядок “e”). Далі йде умова “уявних” дослідів (рядок “e”). Круте сходження починається з нульової точки: $x_1 = 400$; $x_2 = 6$; $x_3 = 3$ (дослід 1). Досліди 1, 2, 3 та 4 – уявні. В досліді 5 отримано значення параметра оптимізації $y_5 = 19$, яке перевищує найбільше значення у при підстановці ПФЕ. В досліді 7 отримано результат $y_7 = 22$. Подальший рух (дослід 9) приводить до зменшення параметра оптимізації ($y_9 = 20$). Ця ситуація говорить нам, що круте сходження слід припинити. Область оптимуму задається умовами найкращого досліді (дослід 7): $x_1 = 340$; $x_2 = 2.4$; $x_3 = 15$.

Таким чином, додатково вимагалось б до ПФЕ провести 3 досліді (досліди 5, 7 та 9) для того щоб визначити оптимальні умови ($x_1 = 340$; $x_2 = 2.4$; $x_3 = 15$) параметра оптимізації.

8.2.11 Планування експерименту для отримання рівняння моделі у вигляді функції в степені

В багатьох областях науки дуже широке використання отримали рівняння моделі у вигляді функції в степені:

$$y = C \cdot X_1^{B_1} \cdot X_2^{B_2} \cdot \dots \cdot X_k^{B_k}, \quad (8.44)$$

де k – кількість факторів;

y – параметр оптимізації;

C – сталий коефіцієнт, який враховує вплив на параметр оптимізації сталих умов проведення експерименту;

X_1, X_2, \dots, X_k – значення факторів в натуральних одиницях виміру;

B_1, B_2, \dots, B_k – показники степені відповідного фактора.

Для отримання такого рівняння (а також у тих випадках, коли дисперсії неоднорідні – параграф 8.2.6) в плануванні досліді вводиться математична функція від параметра оптимізації – $lg y$.

При такому плануванні трохи змінюється формула кодування факторів (формула 8.7), яка зараз має наступний вигляд:

$$z_i = \frac{2(\lg X_i - \lg X_{i\max})}{\lg X_{i\max} - \lg X_{i\min}} + 1. \quad (8.45)$$

Значення факторів на основному (нульовому) рівні (формула (8.6)) зараз дорівнює:

$$\lg X_{i\text{осн}} = \frac{\lg X_{i\max} + \lg X_{i\min}}{2}, \quad (8.46)$$

де z_i – кодоване значення i -го фактора (X_1, X_2, \dots, X_k);

k – кількість факторів;

X_i – значення i -го факторів, яке взято усередині інтервалу варіювання, в натуральних одиницях виміру;

$X_{i\max}, X_{i\min}$ – відповідно верхній та нижній рівні фактора в натуральних одиницях розміру;

$X_{i\text{осн}}$ – значення i -го фактора на нульовому рівні в натуральних одиницях виміру.

Як ми бачимо з формул (8.45) та (8.46) кодові значення будь-якого i -го фактора на верхньому рівні завжди дорівнюють (+1), на нижньому рівні – (-1), а на основному – 0 (нулю). Тому планування в розглянутому випадку (тобто складання матриці планування ПФЕ чи ДФЕ, проведення та обробка результатів експерименту, круте сходження) здійснюється так само, як і тоді, коли не вводилась математична функція від параметра оптимізації (параграфи 8.2.3; 8.2.4; 8.2.6; 8.2.7; 8.2.10).

В результаті отримують рівняння математичної моделі в наступному вигляді:

$$\lg y = \vartheta_0 + \vartheta_1 x_1 + \vartheta_2 x_2 + \dots + \vartheta_k x_k, \quad (8.47)$$

де y – параметр оптимізації;

$\vartheta_0, \vartheta_1, \vartheta_2, \dots, \vartheta_k$ – коефіцієнти моделі;

x_1, x_2, \dots, x_k – кодовані значення факторів;

k – кількість факторів.

В результаті підстановки в рівняння (8.47) замість кодованих значень факторів їх значень в натуральних одиницях виміру згідно з формулою (8.45) та після елементарних математичних перетворень отримують рівняння математичної моделі для натуральних значень факторів:

$$\lg y = B_0 + B_1 X_1 + B_2 X_2 + \dots + B_k X_k, \quad (8.48)$$

де X_1, X_2, \dots, X_k – значення факторів в натуральних одиницях виміру;

$B_0, B_1, B_2, \dots, B_k$ – коефіцієнти відповідних факторів.

Потім після потенціювання рівняння (8.48) отримують шукане рівняння математичної моделі у вигляді степеневої функції (див. формулу 8.44).

8.2.12 Рекомендації по плануванню першого порядку

1. Формула (8.29) є вірною при однаковому числі паралельних дослідів для всіх рядків матриці планування. При неоднаковому числі паралельних дослідів порушується ортогональність матриці планування та, як наслідок, ускладнюються формули для визначення коефіцієнтів моделі. В таких випадках все залежить від того, яким був план і як дублювався дослід. Всякий раз доводиться робити спеціальні розрахунки, коли використовуєш метод найменших квадратів. Бажаючи можуть звернути увагу на роботи [8, 30].

2. Обробка результатів експерименту, як усякий статистичний метод, застосовується при наступних гіпотезах:

– параметр оптимізації є випадковою величиною з нормальним законом розподілу; приклад перевірки гіпотези розглянутий в роботі [9].

– дисперсія параметра оптимізації не залежить від значень параметра оптимізації; виконання цього перетворення перевіряється за допомогою критерію однорідності дисперсії;

– значеннями факторів є випадкові величини, тобто встановлення кожного фактора на заданий рівень та його підтримка є суттєво точнішими, ніж похибка відтворення; порушення цієї гіпотези приводить до труднощів при реалізації матриці планування, тому воно звичайно легко виявляється дослідженням.

3. Планувати експеримент можливо і з якісними факторами. При цьому немає різниці яке з двох значень якісного фактора приймають за верхній або нижній рівні. Приклад планування ДФЕ з якісними факторами приведені в роботі [36].

4. Якщо немає можливості встановлювати значення параметрів, що досліджуються, на верхньому та нижньому рівнях в суворій відповідності з вимогами планів ПФЕ та ДФЕ, то рекомендується [9] в якості незалежних змінних x_i приймати логарифми факторів. При цьому в якості залежності змінної y вводиться логарифм параметра оптимізації.

5. Для виключення впливу систематичних похибок, викликаних зовнішніми умовами, рекомендують рандомізувати досліди [8].

8.3 Планування другого порядку

8.3.1 Загальні положення

Поблизу оптимуму поверхня відклику, що досліджується, має значну кривизну і тому не може бути адекватно описана лінійними рівняннями. В цих випадках описують поверхню відклику поліномом другого ступеня:

$$y = \epsilon_0 + \epsilon_1 x_1 + \dots + \epsilon_k x_k + \epsilon_{12} x_1 x_2 + \dots + \epsilon_{(k-1)k} x_{(k-1)} x_k + \epsilon_{11} x_1^2 + \dots + \epsilon_{kk} x_k^2, \quad (8.49)$$

Для отримання такої моделі використовують плани другого порядку. Такі плани називають композиційними чи послідовними (послідовно розташованими) планами.

В основі (ядрі) композиційного плану знаходиться план першого порядку (ПФЕ типа 2^k чи напіврепліка від нього). При числі факторів менше 5 за ядро композиційного плану звичайно приймають план ПФЕ типа 2^k . Якщо кількість факторів більш 5, то за ядро композиційного плану приймають напіврепліку від ПФЕ типа 2^k [36].

На ядрі потім добудовується уся конструкція композиційного плану. Ця добудова полягає у постановці додаткової серії дослідів в зоряних та нульовій точках.

Нульова (центральна) точка представляє собою дослід на нульовому рівні факторів. Зоряні точки – це дослід на деякій відстані d від нульової точки. Відстань d називають плечем зоряних точок.

Так, наприклад, при трьох факторах спочатку реалізують ПФЕ типа 2^3 , тобто проводять дослід у 8 - ми точках – в усіх вершинах куба (рисунок 3.1). Потім проводять додаткові дослід в 6 – ти зоряних точках (дослід 9, 10, 11, 12, 14) на відстані d від нульової точки в ПФЕ 2^3 та паралельні дослід від нульової точці. З рис. 8.4 ми бачимо, що при реалізації композиційного плану область експерименту поширюється.

Загальне кількість дослідів композиційного плану дорівнює:

$$N = 2^k + 2k + n_0, \quad (8.50)$$

де k – кількість факторів;

2^k – кількість точок ядра;

$2k$ – кількість зоряних точок;

n_0 – кількість нульових точок (паралельних дослідів на нульовому рівні факторів).

Величина плеча зоряних точок – d та кількість нульових точок – n_0 залежать від обраного критерію оптимальності композиційного плану. В даний час немає ще безумовно прийнятого єдиного критерію. Пошуком такого універсального критерію оптимальності планів займається математична теорія планування експерименту.

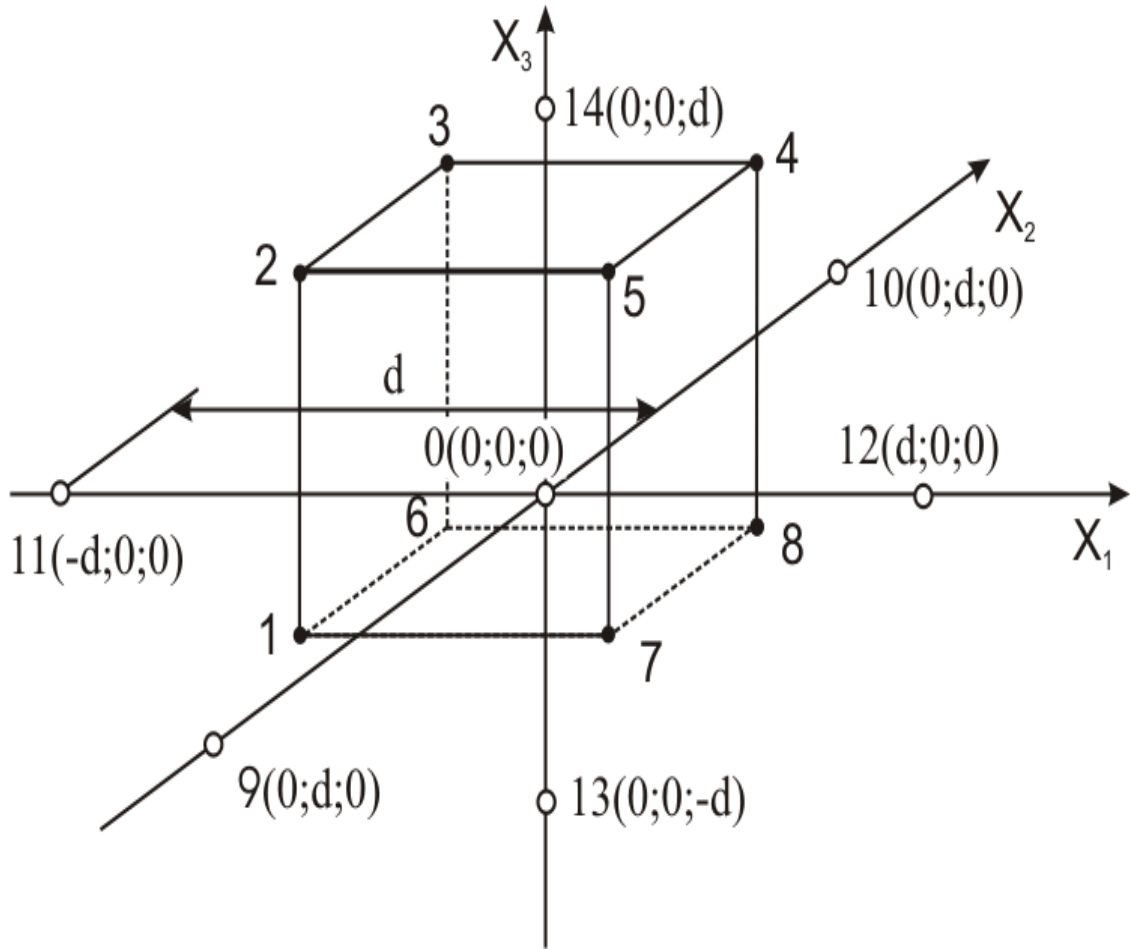


Рисунок 8.4 – Схема побудови композиційного плану другого порядку для трьох факторів

Одним з критеріїв оптимальності, який отримав широке застосування є критерій ортогональності. Щоб задовольнявся цей критерій, необхідно досягти такого положення при якому алгебраїчна сума по рядках добутків довільних двох стовпців матриці планування була рівна нулю (формула (8.14)). Плани які задовольняють цей вимозі, називають ортогональними композиційними планами. Перевага цих планів полягає в малому об'ємі розрахунків, так як всі коефіцієнти моделі визначаються незалежно один від одного.

8.3.2 Ортогональні композиційні плани

З метою задоволення критерію ортогональності квадратичний ефект x_i^2 змінюється введенням параметра φ :

$$x_i^2 = \bar{x}_i^2 - \varphi. \quad (8.51)$$

Кількість дослідів ортогонального композиційного плану – N , параметр – φ та величина зоряного плеча – d визначають за таблицею 8.11, а кількість паралельних дослідів в нульовій точці (формула (8.50)) – $n_o = 1$.

Таблиця 8.11 – Параметри ортогональних композиційних планів [37]

Ядро плану	N	φ	d
2^2	9	0.6667=2/3	1.0000
2^3	15	0.7303	1.2154
2^4	25	0.8000	1.4142
2^{5-1}	27	0.7698	1.5467
2^5	43	0.8627	1.5960
2^{6-1}	45	0.8433	1.7244
2^6	77	0.7117	1.7606
2^{7-1}	79	0.9001	1.8848
2^7	143	0.9461	1.9095

8.3.3. Складання матриці планування ортогонального композиційного плану

Матриця планування ортогонального композиційного плану складається з:

- 1) матриці планування ПФЕ типа 2^k чи напіврепліки від нього;
- 2) умов дослідів в зоряних точках; досліду на нульовому рівні факторів.

Вона складається аналогічно матриці ПФЕ з тією різницею, що квадратичний ефект в ній буде дорівнювати: $\bar{x}_i^2 - \varphi$ (формула (8.51)). Елементи стовпців “ $\bar{x}_i^2 - \varphi$ ” складають: для ПФЕ – “ $1 - \varphi$ ”; для зоряних точок – “ $d^2 - \varphi$ ”; для нульової точки – “ $-\varphi$ ”.

При складанні матриці планування ортогонального композиційного плану користуються даними таблиці 8.11.

Враховуючи сказане вище, в якості прикладу в таблицях 8.12 та 8.14 наведені матриці планування ортогональних композиційних планів відповідно для двох та трьох факторів, коли ядро плану складає ПФЕ. Матриця планування для $k \geq 5$, а також коли ядро плану складає напіврепліка ПФЕ, будується аналогічно і тому специфічних коментарів не потребує. В таблицях 8.12 та 8.14 стовпець “ x_o ” вводиться для визначення коефіцієнта v_o .

Для визначення умов проведення дослідів в натуральних одиницях виміру факторів заповнюють таблицю 8.13, в якій перші чотири рядки

заповнюють даними, які отримані при конструюванні ПФЕ типа 2^k чи напіврепліки від нього.

Таблиця 8.12 – Матриця планування ортогонального композиційного плану для двох факторів

Складова матриці планування	№ досліду	x_0	x_1	x_2	x_1x_2	$\bar{x}_1^2 - \varphi$ ($\bar{x}_1^2 - 2/3$)	$\bar{x}_2^2 - \varphi$ ($\bar{x}_2^2 - 2/3$)	y
Планування типа 2^2 (ПФЕ)	1	+1	-1	-1	+1	$1 - 2/3 = 1/3$	$1 - 2/3 = 1/3$	y_1
	2	+1	+1	-1	-1	$1/3$	$1/3$	y_2
	3	+1	-1	+1	-1	$1/3$	$1/3$	y_3
	4	+1	+1	+1	+1	$1/3$	$1/3$	y_4
Зоряні точки з плечем $d = 1.0$ (таблиця 8.11)	5	+1	$(-d) - 1$	0	0	$d^2 - \varphi = 1/3$	$d^2 - \varphi = -2/3$	y_5
	6	+1	$(+d) + 1$	0	0	$1/3$	$-2/3$	y_6
	7	+1	0	$(-d) - 1$	0	$-2/3$	$1/3$	y_7
	8	+1	0	$(+d) + 1$	0	$-2/3$	$1/3$	y_8
Нульова точка	9	+1	0	0	0	$-2/3(-\varphi)$	$-2/3(-\varphi)$	y_9

Таблиця 8.13 – Умови проведення дослідів

Найменування	x_1	x_2	x_3
Нульовий рівень – x_{i0}	340	3	15
Інтервал варіювання – Δ_i	10	0.5	1
Верхній рівень – $x_{i0} + \Delta_i$	350	3.5	16
Нижній рівень – $x_{i0} - \Delta_i$	330	2.5	14
Зоряні точки: (для $k = 3, d = 1,2$) – $x_{i0} + d \cdot \Delta_i$ $x_{i0} - d \cdot \Delta_i$	352	3.6	16.2
	328	2.4	13.8

8.3.4 Обробка результатів експерименту

Визначення коефіцієнтів моделі. В силу ортогональності матриці планування, усі коефіцієнти моделі (полінома) визначаються незалежно один від одного за формулою:

Таблиця 8.14 – Матриця планування ортогонального композиційного плану для трьох факторів

Складова матриці планування	№ досліду	x_0	x_1	x_2	x_3	x_1x_2	x_1x_3	x_2x_3	$\bar{x}_1^2 - 0.73$	$\bar{x}_2^2 - 0.73$	$\bar{x}_3^2 - 0.73$	y
Планування типа 2^3 (ПФЕ)	1	+1	-1	-1	-1	+1	+1	+1	0.27	0.27	0.27	y_1
	2	+1	+1	-1	-1	-1	-1	+1	0.27	0.27	0.27	y_2
	3	+1	-1	+1	-1	-1	+1	-1	0.27	0.27	0.27	y_3
	4	+1	+1	+1	-1	+1	-1	-1	0.27	0.27	0.27	y_4
	5	+1	-1	-1	+1	+1	-1	-1	0.27	0.27	0.27	y_5
	6	+1	+1	-1	+1	-1	+1	-1	0.27	0.27	0.27	y_6
	7	+1	-1	+1	+1	-1	-1	+1	0.27	0.27	0.27	y_7
	8	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	0.27	0.27	0.27	y_8
Зоряні точки з плечем $d = 1,2$ (таблиця 8.11)	9	+1	+1.2	0	0	0	0	0	0.74	-0.73	-0.73	y_9
	10	+1	-1.2	0	0	0	0	0	0.74	-0.73	-0.73	y_{10}
	11	+1	0	+1.2	0	0	0	0	-0.73	0.74	-0.73	y_{11}
	12	+1	0	-1.2	0	0	0	0	-0.73	0.74	-0.73	y_{12}
	13	+1	0	0	+1.2	0	0	0	-0.73	-0.73	0.74	y_{13}
	14	+1	0	0	-1.2	0	0	0	-0.73	-0.73	0.74	y_{14}
Нульова точка	15	+1	0	0	0	0	0	0	-0.73	-0.73	-0.73	y_{15}

$$e_i = \frac{\sum_{j=1}^N \bar{y}_i \cdot x_{ij}}{\sum_{j=1}^N x_{ij}}, \quad (8.52)$$

де i – номер фактора в матриці планування $i = 0, 1, 2, \dots, k$ (нуль записано для розрахунку e_0);

j – номер дослідів;

y_j – середнє арифметичне значення параметра оптимізації в j -му досліді;

N – кількість дослідів (таблиця 8.11);

x_{ij} – кодоване значення i -го фактора (ефекту взаємодії факторів чи квадратичного ефекту) j -ому досліді матриці планування.

Як ми бачимо з формули (8.52), знаменник дроби у ній не залежить від результатів дослідів, тому він розраховується заздалегідь (див. табл. 8.15).

Таблиця 8.15 – Значення $\sum_{j=1}^N x_{ij}^2$ для ортогонального композиційного плану [37]

Стовпець в матриці планування	Значення $\sum_{j=1}^N x_{ij}^2$ при ядрі типа								
	2^2	2^3	2^4	2^{5-1}	2^5	2^6	2^6	2^{7-1}	2^7
x_0	9	15	25	27	43	45	77	79	134
x_i	6	10.95	20	20.7	37.1	37.95	70.2	71.1	135.29
x_{ij}	4	8	16	16	32	32	64	64	128
$\bar{x}_1^2 - \varphi$	2	4.36	8	8.24	16.7	17.68	19.22	25.24	26.59

Перевірка визначеності коефіцієнтів. Така перевірка здійснюється так само, як і при плануванні першого порядку (формула (8.30)). Різниця полягає в тому, що в даному випадку дисперсії коефіцієнтів моделі оцінюються за формулою:

$$S_{bi}^2 = \frac{S_y^2}{\sum_{j=1}^N x_{ij}^2}, \quad (8.53)$$

де $\sum_{j=0}^N x_{ij}^2$ – визначається по даним таблиці 8.15;

S_y^2 – дисперсія параметра оптимізації, яка визначається так само, як при плануванні першого порядку (формули (8.20); (8.21) та (8.23)).

Перевірка адекватності моделі. Така перевірка здійснюється так само, як при плануванні першого порядку (формула (8.34)). Різниця полягає в тому, що в даному випадку дисперсія адекватності визначається за формулою:

$$S_{ag}^2 = \frac{S_R}{f_{ag}}, \quad (8.54)$$

де S_R – залишкова сума квадратів;

f_{ag} – кількість ступенів свободи для S_{ag}^2 .

Залишкова сума квадратів визначається за формулою:

$$S_R = \sum_{j=1}^N (\bar{y}_j - y_j)^2, \quad (8.55)$$

де \bar{y}_j – середнє арифметичне значення параметра оптимізації з n паралельних дослідів в j -й точці, матриці планування.

y_j – значення параметра оптимізації в j -му досліді, розраховане по моделі.

$$S_R = \sum_{j=1}^N \bar{y}_j^2 - \sum_{i=0}^{k_1} \epsilon_i \cdot \sum_{j=1}^N \bar{y}_j \cdot x_{ij}, \quad (8.56)$$

де $\sum_{i=0}^k \epsilon_i$ – алгебраїчна сума коефіцієнтів моделі;

$\sum_{j=1}^N \bar{y}_j \cdot x_{ij}$ – сума, яка підраховується в процесі підрахунку

коефіцієнтів моделі (див. формулу 8.52);

k_1 – кількість визначених коефіцієнтів моделі (формула (8.58)).

Інші значення символів в формулах (8.55) та (8.56) надані в експлікації формули (8.52).

Розрахунки значно легше проводити за формулою (8.56), ніж за формулою (8.55), оскільки чисельні значення коефіцієнтів моделі – ϵ_i нам

вже відомі, $\sum_{j=1}^N \bar{y}_i \cdot x_{ij}$ – підраховується в процесі розрахунку моделі (формула (8.52)). Тому при користуванні формулою (8.56) нам тільки залишається розрахувати суму квадратів – $\sum_{j=1}^N \bar{y}_j^2$.

Дослід показує [34], що в цілях перевірки усієї системи розрахунків бажано S_R розраховувати двічі, використовуючи як формулу (8.55), так і формулу (8.56).

Кількість ступенів свободи для дисперсії адекватності в формулі (8.54) визначається за виразом:

$$f_{ag} = N - \kappa_1, \quad (8.57)$$

де N – кількість дослідів матриці планування (таблиця 8.11);

κ_1 – кількість коефіцієнтів моделі, що визначаються.

Кількість коефіцієнтів моделі, що визначаються, дорівнює:

$$\kappa_1 = 0.5(\kappa + 2)(\kappa + 1), \quad (8.58)$$

де κ – кількість факторів.

Математична модель. Оскільки було проведене перетворення квадратичної змінної (формула (8.51)), то рівняння моделі відрізняється від звичайної форми запису (формула (8.49)) та має наступний вигляд:

$$y = \epsilon_0' + \epsilon_1 x_1 + \dots + \epsilon_\kappa x_\kappa + \epsilon_{12} x_1 x_2 + \dots + \epsilon_{(\kappa-1)\kappa} x_{(\kappa-1)} x_\kappa + \epsilon_{11} (\bar{x}_1^2 - \varphi) + \dots + \epsilon_{\kappa\kappa} (\bar{x}_\kappa^2 - \varphi). \quad (8.59)$$

Для переходу до звичайної форми запису знаходять величину:

$$\epsilon_0 = \epsilon_0' - \epsilon_{11} \cdot \varphi - \dots - \epsilon_{\kappa\kappa} \varphi, \quad (8.60)$$

яка оцінюється з дисперсією:

$$S_{\epsilon_0}^2 = S_{\epsilon_0'}^2 + S_{\epsilon_{11}}^2 \cdot \varphi^2 + \dots + S_{\epsilon_{\kappa\kappa}}^2 \cdot \varphi^2. \quad (8.61)$$

8.3.5 Рекомендації по плануванню другого порядку

1. Для отримання моделі другого степеня крім розглянутих ортогональних планів в рівній мірі також використовують ротатабельні

плани. Останні описані в роботах [37, 9, 30, 34]. Відзначимо, що ротатабельне планування значно ускладнює процедуру визначення коефіцієнтів моделі (звичайно вона виконується на ЕОМ).

2. Після знаходження адекватної моделі другого порядку необхідно дослідити поверхню відклику в околі оптимуму методами аналітичної геометрії та лінійної алгебри (спочатку зробивши канонічне перетворення), яке дозволить встановити форму цієї поверхні, та намітити шляхи оптимізації даного процесу. Такі методи описані в роботах [37, 9, 1].

3. Приклади використання ортогонального та ротатабельного планування з дослідженням поверхні відклику описані в роботах [1, 37, 9].

8.4 Симплексний метод планування експерименту

Викладений вище матеріал підлягає такій стратегії: описання поверхні відгуку в деякій локальній частині факторного простору лінійною моделлю – рух по градієнту до області оптимуму – описання поверхні відклику в цій області моделлю другого степеня.

В випадку, коли немає потреби в математичній моделі процесу, що використовується, а вимагається відшукати область оптимуму, використовується так званий симплексний метод планування експерименту.

8.4.1 Сутність методу

Принцип симплексного планування складається в тому, що умови першої серії дослідів відповідають координатам точок, утворюючих правильний симплекс (многокутник). Правильний симплекс утворюють $(k + 1)$ точки, розташовані на однаковій відстані одна від одної в k – мірному просторі, де k – кількість факторів.

При цьому в одновимірному просторі симплекс являє собою відрізок прямої, при двох факторах – тетраедр і т.д. Потім цей симплекс певним чином переміщується (кантується) по поверхні відгуку.

Кантування симплекса по поверхні відгуку виконується в наступній послідовності. З дослідів першої серії, тобто у вершинах правильного симплекса, вибирається точка з найгіршим результатом. Потім визначаються координати нової точки яка представляє дзеркальне відображення точки з найгіршим результатом відносно протилежної грані симплекса. Причому грані в цьому випадку утворюють k точок k – мірного симплекса.

Якщо зараз точку з найгіршим результатом замінити знайденою новою точкою, то утворюється новий правильний симплекс, зміщений (в загальному випадку) в бік покращення результату.

В цій новій точці ставиться дослід. Результати дослідів нового симплекса знову порівнюються. Вибирається дослід, в якому був отримано

результат гірший від попереднього, та знов знаходиться його дзеркальне відображення та т.д.

Якщо в результаті кантування симплекса в новій точці буде отримано результат гірший від попереднього, то, природно, процес кантування припиняється. В цьому випадку нова точка відкидається, а відображення виконується відносно іншої точки з найгіршим результатом попереднього симплекса.

Кантування симплекса продовжується до того часу, поки в наступній точці буде остаточно отримано найгірший результат. В цьому випадку досягається область оптимуму, яка задається умовами найкращого дослід.

В якості прикладу на рисунку 8.5 пояснюється процес кантування симплекса у випадку двох факторів ($k = 2$).



Рисунок 8.5 – Геометрична інтерпретація симплексного методу

Симплекс при цьому являє собою правильний трикутник. В першій серії дослідів проводилися 3 досліді ($k + 1$) дослід – точки 1; 2; 3. Наступне кантування симплекса здійснюється шляхом аналізу отриманих результатів. При кантуванні на кожному кроці реалізується тільки один дослід.

В точці 1 отримано найгірший результат. Симплекс обертається навколо грані 2-3, визначаються координати нової точки – 4, в якій проводиться дослід. Зараз аналізуються результати дослідів в точках 2; 3 та 4. В точці 2 отримано найгірший результат, поворот симплекса здійснюється навколо грані 3-4. Визначаються координати точки 5, в якій ставиться новий дослід та т.д. Подальше кантування симплекса по поверхні відклику зрозуміле з рисунка. В точці 9 остаточно отримано результат, гірший від попереднього. Область оптимуму задається умовами найкращого дослід (наприклад в точці 8).

8.4.2 Побудова вихідного симплекса та його кантування

План першої серії дослідів чи координати точок вихідного симплексу записуються в кодованих значеннях у вигляді матриці, яка містить κ стовпців та $(\kappa + 1)$ рядків (таблиця 8.16).

Для користування таблицею 8.16 необхідно, в залежності від кількості факторів, що досліджуються, – κ , виділити з неї зліва κ стовпців та $(\kappa+1)$ рядок.

Вибирають нульовий рівень – x_0 та інтервал варіювання – Δ для кожного фактора. Для отримання матриці вихідного симплекса в натуральних одиницях виміру факторів використовують дані табл. 8.16 та формулу:

$$x_{ij} = x_{oi} + \Delta_i \cdot \alpha_{ij}, \quad (8.62)$$

де i – номер фактора ($i=1, 2, 3, \dots, \kappa$);

j – номер дослідів вихідного симплекса ($j=1, 2, 3, \dots, \kappa + 1$);

x_{ij} – значення i -го фактора в j -ому досліді вихідного симплекса в натуральних одиницях виміру;

Δ_i – інтервал варіювання i -го фактора в натуральних одиницях виміру;

x_{oi} – нульовий рівень i -го фактору в натуральних одиницях виміру;

α_{ij} – кодоване значення i -го фактору в j -ом досліді (таблиця 8.16).

Як ми бачимо з рисунка 8.5, малий інтервал варіювання фактора (Δ_i) потребує значного числа дослідів, а великий інтервал варіювання може привести до проскакування області оптимуму. Інтервал варіювання вибирається таким, щоб його мінімальна величина була більше похибки, з якою фіксують фактор. Максимальну величину інтервалу варіювання обмежує область визначення фактора.

В якості нульового рівня фактора (x_{oi}) вибирають чисельне значення фактора, яке відповідає (на основі апріорної інформації) найкращим умовам зміни параметра оптимізації. В промислових умовах нульовий рівень відповідає значенням фактора при існуючому технологічному режимі.

Після встановлення умов вихідного симплекса, реалізують першу серію дослідів – $(\kappa + 1)$ дослідів. Виконавши аналіз результатів першої серії дослідів (з'ясувавши, які значення параметрів оптимізації в цих дослідях), здійснюють його кантування, тобто знаходять координати нової точки.

Для цього користуються формулою:

$$x_{in} = 2x_{ic} + x_{in}, \quad (8.63)$$

де i – номер фактора; $i=1, 2, 3, \dots, k$;
 x_{in} – i -та координата нової (шуканої) точки;
 x_{ic} – i -та координата центра грані, відносно якої здійснюється відображення точки з найгіршим результатом;
 x_{in} – i -та координата точки, в якій отримано найгірший результат.

Таблиця 8.16 – Матриця (координати) вихідного симплекса [37]

Дослід	Фактори						
	x_1	x_2	x_3	x_4	x_5	x_6	x_7
1	0.5	0.289	0.204	0.158	0.129	0.109	0.0945
2	-0.5	0.289	0.204	0.158	0.129	0.109	0.0945
3	0	-0.578	0.204	0.158	0.129	0.109	0.0945
4	0	0	-0.612	0.158	0.129	0.109	0.0945
5	0	0	0	-0.632	0.129	0.109	0.0945
6	0	0	0	0	0.645	0.109	0.0945
7	0	0	0	0	0	-0.655	0.0945
8	0	0	0	0	0	0	-0.661

Координата центра грані визначається за формулою:

$$x_{ic} = \frac{\sum_{i=1}^k x_{ij}}{k}, \quad (8.64)$$

де i – номер фактора; $i=1, 2, \dots, k$;
 k – кількість факторів;
 x_{ij} – значення i -го фактора в j -ому досліді вихідного симплекса в натуральних одиницях виміру.

В формулі (8.64) координата найгіршого досліді не додається.

8.4.3 Приклад розрахунку вихідного симплекса та його кантування

Нехай в системі, що досліджується, діє два фактори ($k = 2$): x_1 та x_2 нульовий рівень та інтервал варіювання яких приведені в таблиці 8.17.

Таблиця 8.17 – Нульовий рівень та інтервал варіювання для x_1 та x_2

Фактори	x_{oi}	Δ_i
x_1 – швидкість руху – v , $m \cdot x_1 v^{-1}$	400	10
x_2 – подача – S , $mm \cdot x_2 v^{-1}$	5	1

З таблиці 8.17 виділяється матриця, яка містить два стовпці ($\kappa = 2$) та три рядки ($2 + 1$), які приведені в таблиці 8.18. В таблиці 8.18. також наведена матриця вихідного симплекса в натуральних одиницях виміру, елементи якої визначаються за формулою (8.62).

Таблиця 8.18 – Вихідний симплекс для $\kappa = 2$

Дослід (точка)	x_1	x_2	v	s
1	0.5	0.289	405	5.289
2	-0.5	0.289	395	5.289
3	0	-0.578	400	4.422

$$\begin{aligned}
 x_{11} &= v_1 = 400 + 10 \cdot 0.5 = 405 \\
 x_{12} &= v_2 = 400 + 10 \cdot (-0.5) = 395 \\
 x_{13} &= v_3 = 400 + 10 \cdot (0) = 400 \\
 x_{21} &= v_4 = 5 + 1 \cdot 0.289 = 5.289 \\
 x_{22} &= v_5 = 5 + 1 \cdot 0.289 = 5.289 \\
 x_{23} &= v_6 = 5 + 1 \cdot (-0.578) = 4.422
 \end{aligned}$$

Нехай після реалізації першої серії дослідів (три досліди 1; 2 та 3) найгірший результат отримано в точці 1 (рисунок 8.5). Тоді кантування слід здійснити відносно грані 2-3. Координати центра грані 2-3 визначаються за формулою (8.64):

$$\begin{aligned}
 x_{1c} &= \frac{\sum_0^2 x_{1j}}{2} = \frac{395 + 400}{2} = 397.5, \\
 x_{2c} &= \frac{\sum_1^2 x_{2j}}{2} = \frac{5.289 + 4.422}{2} = 4.855
 \end{aligned}$$

Тоді координати нової точки 4 визначаються за формулою (8.63)

$$\begin{aligned}
 x_{1н} &= 2x_{1c} - x_{1н} = 2 \cdot 397.5 - 405 = 390 \\
 x_{2н} &= 2x_{2c} - x_{2н} = 2 \cdot 4.855 - 5.289 = 4.421
 \end{aligned}$$

В цій новій точці 4 проводиться новий дослід з наступними умовами ($x_1 = 390 \text{ м} \cdot \text{хв}^{-1}$; $x_2 = 4,42 \text{ мм} \cdot \text{хв}^{-1}$). Спільний аналіз результатів а точках 2; 3 та 4 дає можливість вибрати напрямок наступного кроку для кантування симплекса.

Якщо, наприклад, найгірший результат буде отримано в точці 2 (як показано на рисунку 8.5), то кантування необхідно здійснити відносно грані 3-4, тобто провести новий дослід в точці 5.

Якщо найгірший результат буде отримано в точці 3, то кантування необхідно здійснити відносно грані 2-4.

Якщо ж, наприклад, в точці 4 отримано результат гірше, ніж в точці 3, то точка 4 відкидається, а відображення проводиться відносно точки 2 попереднього симплекса (точки 1; 2 та 3), тобто відносно грані 1-3.