

MÉRÉSI JEGYZŐKÖNYV

2. MÉRÉS – DINAMIKUS NANO- ÉS MIKROKEMÉNYSÉG MÉRÉSE

LABORVEZETŐ: NGUYEN QUANG CHINH

SZILVÁSI ÁDÁM, FIZIKA BSC
MÉRŐTÁRSAK: MÁRTON ISTVÁN,
SZIGLIGETI ATTILA
MÉRÉS DÁTUMA: 2010. FEBRUÁR 25.
LEADÁS DÁTUMA: 2010. MÁJUS 11.

1) A MÉRÉS CÉLJA

A mérés célja különböző anyagok Vickers-keménységének meghatározása, illetve különböző koncentrációjú szilárdoldatokban az ötvöző atomok hatásának vizsgálata a Vickers-keménységre, illetve a Young-modulusra.

2) A MÉRÉSI MÓDSZER

A sztatikus keménység mérését úgy végezzük, hogy egy jól definiált geometriájú benyomófejet meghatározott nagyságú, a felületre merőleges irányú erővel a mintába nyomunk. A fej addig hatol az anyagba, amíg a mérőfej felületére eső nyomás megegyezik a nyomóerővel. Ez alapján definiáljuk a keménységet a mérőfejre ható F erő és a mintában keletkezett lenyomat A felületének hányadosaként. A keménység keményebb anyagra nagyobb, puhábbra kisebb, valamint erősebben függ a benyomófej geometriájától, illetve kisebb mértékben annak anyagától is.

Jelen mérés során gyémánt Vickers-fejet használtunk, illetve nem sztatikus, hanem dinamikus keménységmérést alkalmaztunk. A méréshez egy SHIMADZU DUH-202 típusú dinamikus keménységmérőt használtunk. (2. ábra) A dinamikus vagy mélységérzékeny keménységmérés az anyag dinamikus jellemzésére is alkalmas eljárás. A számítógép által vezérelt mérőberendezés a mérés során a mérőfejet állandó terhelési sebességgel nyomja a mintába, majd ugyanolyan sebességgel emeli ki. A mérés alatt a gép folyamatosan méri az F terhelő erőt a h benyomódási mélység függvényében. Egy ilyen görbét ábrázol a 1. ábra. A mérés első szakaszán az erő folyamatosan növekszik a benyomódási mélység növekedésével, miközben a fej alatt az anyag képlékenyen és rugalmasan deformálódik. Az előre beállított maximális F_m terhelőerő elérése után a fej állandó sebességgel kiemelkedik az anyagból. Ezen a szakaszon mért $F \rightarrow h$ görbe alakjából az anyagban levő rugalmas feszültségek változására következtethetünk. A terhelőerőből és a benyomódási mélységből meghatározható a keménység. A mérés során 200 mN maximális terhelőerőt használtunk és $70,61 \text{ mN/s}$ terhelési sebességgel nyomtuk a fejet a mintába. A műszer az erőt $\pm 0,02 \text{ mN}$ pontossággal méri, az induktív elmozdulásmérő pedig $\pm 0,01 \text{ }\mu\text{m}$ pontossággal méri a mélységet.

Vizsgálatunk tárgyát képezi a szilárdoldatos keményedés jelensége is, melynek során egy fém, az ötvöző anyag koncentrációjának függvényében keményedik. Ennek kétféle mechanizmusát is tárgyalja a mérési leírás, és mindkét modell jósol egy félempirikus formulát a kritikus csúsztatófeszültségre a koncentráció függvényében. Ezeket az összefüggéseket fogjuk vizsgálni a kapott adatpontokon. Sajnos nem tudtuk befejezni a mérést, így ennél a feladatnál az utolsó négy koncentrációérték egy korábbi mérésből származik, ami sajnos nagyon látszik, és nem illeszkednek az adatpontokra a modellek.

3) A MÉRÉS KIÉRTÉKELÉSE

A) ANYAGOK VICKERS-KEMÉNYSÉGE

Az F_m maximális terhelőerőből és h_0 maradó nyommélységből számolt Vickers-keménységet a következő összefüggés adja meg:

$$HV = 1,8544 \frac{F_m}{49h_0^2}.$$

Ez a kifejezés csak közvetlenül mért változókat tartalmaz, így kisebb hibát ad, de a mérési leírásban szereplő okok miatt pontatlanabb összefüggés a nem egyértelmű d nyomátmérő és h_0 maradó nyommélység kapcsolata miatt. Ahhoz, hogy a hagyományos keménység értékeket kapjuk vissza, a teljes benyomódási görbéből kell számolnunk.

A mérés során a tehermentesítési szakasz csak rugalmas alakváltozást tartalmaz. Hogy megkapjuk az érintkezési felület pontos nagyságát, ki kell számolnunk a h_c érintkezési mélységet a következő összefüggéssel:

$$h_c = h_m - \delta \frac{F_m}{S},$$

ahol h_m a maximális benyomódás, $\delta = 0,75$ a paraboloid fejre jellemző állandó és $S = \left. \frac{dF}{dh} \right|_{h_m}$ a rugalmas merevség. S -et a tehermentesítési szakasz elejére illesztett egyenes meredekségével számoltam (lásd 1. ábra). Az érintkezési felület, illetve az abból számolt fej alatti átlagos érintkezési nyomás:

$$A = 24,5h_c^2; H = \frac{F_m}{A}.$$

Mivel a rugalmas merevséget csak nagyon pontatlanul lehet meghatározni, ezért az érintkezési mélységből számolt keménység hibája egy nagyságrenddel nagyobb lesz. S és A ismeretében kiszámíthatjuk az anyag redukált modulusát, illetve a Poisson-számának ismeretében a Young modulus, a következő összefüggésekből:

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}S}{2\beta\sqrt{A}}; E = \frac{1-\nu^2}{\frac{1}{E_r} - \frac{1-\nu_i^2}{E_i}},$$

ahol $\beta = 1,012$ a fejre jellemző állandó, ν az anyag Poisson-száma, $E_i = 1070 \text{ GPa}$ és $\nu_i = 0,17$ a gyémánt fej Young-modulusa és Poisson-száma.

A mérés során alumínium, ezüst, réz, nikkel és acél mintákat mértünk. Minden mintát lemértünk négyszer, és a négy mérés átlagát vettük. A Poisson-számokat, valamint az irodalmi adatokat a Wolfram|Alpha kereső szolgáltatta.

A mért anyagok irodalmi Vickers-keménysége, Poisson-száma és Young-modulusa:

Anyag	HV [MPa]	ν	E [GPa]
Al	167	0,35	70
Ag	251	0,37	83
Cu	369	0,34	130
Ni	638	0,31	200
Fe	608	0,29	211

A mérési eredmények [GPa]:

Anyag	H	ΔH	HV	ΔHV	E_r	ΔE_r	E	ΔE
Al	0,29	0,02	0,289	0,001	53	3	48	3
Ag	1,7	0,1	1,63	0,01	86	6	81	6
Cu	2,2	0,3	2,17	0,02	143	11	145	13
Ni	3,6	0,5	3,53	0,05	155	13	163	16
Fe	7,8	1,3	8,3	0,2	202	21	227	29

A fenti táblázatból látszik, hogy a keménységek távol vannak az irodalmi adatoktól, azonban a Young-modulusok nagyjából megegyeznek a várt értékekkel. Ennek oka valószínűleg az, hogy mi mikrokeménységet mértünk, és ez nagyobb értéket ad, mint a makrokeménység, valamint lehet a minták előkészítésénél keletkező felületi effektusok következménye.

B) SZILÁRDOLDATOS KEMÉNYEDÉS

A szilárdoldatos keményedést a diszlokációk és az ötvöző atomok kölcsönhatása hozza létre, amely megnöveli a folyáshatárt. A jelenség leírására két modell van forgalomban. Híg szilárdoldat esetén, az ötvöző atomok nagy távolsága miatt, azok a diszlokációkkal egyenként közvetlen érintkezésbe kerülve rögzítő hatást gyakorolnak rájuk. E modell alapján a kritikus csúsztató feszültség:

$$\tau_p = \tau_0 + Bc^{1/2},$$

ahol τ_0 a tiszta mátrix kritikus csúsztató feszültsége és B egy anyagi állandó. Amennyiben sok ötvöző atom van a szilárd oldatban, akkor a másik modell használható, amely szerint a diszlokáció a körülötte statisztikusan elhelyezkedő ötvöző atomok hosszú hatótávolságú feszültségterében helyezkedik el, amely a diszlokáció két oldalán ellentétes irányú erőket fejt ki, így az egyensúlyban marad külső erő nélkül. Ha külső feszültség éri a diszlokációt, kimozdul a stabil egyensúlyból, így az oldott atomok hatása ellentéte lesz a külső erőnek, ami a diszlokáció mozgását akadályozza. Ebből a modelltől a következő összefüggést kapjuk a kritikus csúsztató feszültségre:

$$\tau_p = \tau_0 + B^*c^{2/3},$$

ahol B^* egy másik anyagi állandó. Tudjuk a nem keményedő fémekről, hogy a folyáshatáruk a Vickers-keménységgel egyszerű lineáris kapcsolatban van ($HV \approx 3\tau_p$). A mérés során alumínium-magnézium szilárdoldatokat vizsgáltunk.

A mérési adatok a következők lettek [GPa]:

c [1]	HV	ΔHV	E	ΔE
0	0,289	0,001	48	3
0,0047	0,393	0,002	59	3
0,0093	0,515	0,003	59	3
0,0145	0,460	0,003	57	2
0,027	0,614	0,004	63	2
0,045	0,872	0,006	61	2
0,073	1,160	0,009	64	2

Ezekre illesztettük a fenti modellek jóslatait. A 3. ábra ábrázolja a keménységet a koncentráció függvényében, a 4. ábra ábrázolja a Young-modulust a koncentráció függvényében. Az illesztés paraméterei a következők lettek:

$$HV = HV_0 + Ac^n$$

Görbe	HV_0 [GPa]	A [GPa]	n	korrigált R^2
1/2	$0,16 \pm 0,07$	$3,1 \pm 0,6$	1/2	0,8494
2/3	$0,25 \pm 0,05$	$4,6 \pm 0,7$	2/3	0,88763
tetszőleges	$0,37 \pm 0,06$	$16,9 \pm 16,1$	$1,2 \pm 0,3$	0,91419

Amint látjuk, elég szerencsétlenül jöttek ki a pontok, így például a szabad illesztésre egynél nagyobb kitevő jött ki. Összességében azt vártuk, hogy a 2/3-os kitevő fog legjobban illeszkedni az adatokra, és ez teljesül is.

2. ábra

A SHIMADZU DUH-202-es dinamikus keménységmérő



1. ábra

Egy tipikus mérési görbe, és a tehermentesítési szakasz elejére illesztett egyenes (érintő)



