

ИЗМЕРЕНИЕ ПОВЕРХНОСТЕЙ ИЗЛОМА СТАЛЬНЫХ СТЕРЖНЕЙ

И. П. ОНУФРИЕНОК и М. И. БАЛАБАНОВА

Измерение ровных, отшлифованных поверхностей не представляет больших затруднений, если даже эти поверхности малы. Измерение их может быть осуществлено планиметром или путем расчета после измерения соответствующих параметров. Что же касается измерения поверхностей неровных, шероховатых и, тем более, малых, то непосредственное измерение их представляет громадные, а иногда и непреодолимые трудности. В то же время истинная поверхность излома стальных стержней, подвергающихся испытанию на излом, представляет большой интерес, так как именно она и должна характеризовать истинную прочность стали. Поэтому в осеннем семестре 1950—51 уч. года доцентом Шубиным В. П. была выдвинута тема по измерению поверхности излома стального стержня при помощи какого-нибудь процесса, протекающего на поверхности излома. В частности им было предложено использование для этой цели реакции:



Эта тема нами была принята к исполнению по линии студенческого научно-исследовательского кружка, но первые неудачи в экспериментальной части заставили меня, как руководителя этой темы, быть не только руководителем темы, но и принять большое участие в ее исполнении. Работа была закончена в 1951 году.

Экспериментальная часть

В нашем распоряжении имелось четыре образца стальных стержней с различными площадками, подлежащими измерению. Решено было эти площадки отшлифовать и точно измерить параметры, пользуясь для измерения микроскопом с микрометрами, для вычисления площадей. После измерения образцы стержней были тщательно отмыты водой, спиртом, эфиром и снова спиртом и затем высушены при комнатной температуре.

Далее не подлежащие измерению площади стержней были покрыты бакелитовым черным лаком, для этого лак разводился бензолом до консистенции жидкой краски и с большой осторожностью с помощью кисточки наносился на образцы; после двухдневной сушки при комнатной температуре образцы были готовы к испытанию. Испытание проводилось так: в химический стаканчик емкостью около 100 мл вносилось, с помощью пипетки, точно 10 мл 0,05 N раствора $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ и туда же погружался подвешенный испытуемый стержень, где и выдерживался ровно 20 минут. Время измерялось секундомером. По истечении 20 минут стержень поднимался, ополаскивался водой из промывалки в стакан и остаток медного купороса в стакане титровался 0,05 N раствором тиосульфата натрия. Расход раствора тиосульфата натрия на титрование остатка медного купо-

роса отмечался в бюретке с точностью до 0,01 мл и вычитался из расхода того же раствора, потребного для титрования 10 мл 0,05 N раствора медного купороса. Полученная разность служила критерием для испытуемой поверхности, на которой отлагалась медь. Методика титрования заключалась в следующем: в стакан с остатками медного купороса вводилось около 0,1 г бифторида аммония, 1 капля 2N раствора серной кислоты и около 1 г иодида калия; раствор с образовавшимся осадком тотчас же титровался 0,05 N раствором тиосульфата натрия. Под конец титрования, когда окраска от иода сильно ослабевала, вводился 1 мл раствора крахмала и продолжалось титрование до исчезновения синего окрашивания от иодкрахмала. Для получения сравнимых результатов площадь реагирующей поверхности относилась к 1 мл недорасхода тиосульфата натрия, это отношение в дальнейшем изложении обозначено через F' . Эта методика подготовки образцов, испытания их и титрования была одна и та же для всех последующих опытов за исключением времени испытания и способа осаждения меди на испытуемых площадях, заключающегося в том, что первые две серии опытов проведены из электролита, находящегося в спокойном состоянии, последние же две серии опытов проведены при непрерывном помешивании электролита.

Первая серия опытов, целью которых было определение F' , показана в табл. 1.

Таблица 1

Образцы	S'_0	F'
	Площадь, измеренная непосредственно в кв. мм	Площадь, приходящаяся на 1 мл недорасхода тиосульфата натрия при 20-минутной выдержке
С 10/45	71,09	88,9 кв. мм (мл) 20 мин.
№ 8	58,73	83,9 " "
С 9 × С	38,05	76,0 " "
№ 3	29,54	48,4 " "
	Среднее	74,3 " "

Результаты опытов, приведенные в табл. 1, показали, что в данных условиях можно, пользуясь таким методом, измерять площадь с точностью, превышающей 1 кв. мм, при самых благоприятных условиях, но если учесть отклонения от среднего значения F' , то точность измерения была бы совсем низкой. Далее непонятно было, являются ли отклонения от среднего значения случайностью или же они закономерны. Поэтому решено было в следующей серии опытов подвергнуть испытанию большее количество площадок, с одной стороны, и увеличить время реакции до 30 минут, с другой стороны. Были вновь отшлифованы старые площадки, кроме того противоположные концы стержней также были отшлифованы и дали новых четыре площадки. Площадки вновь были замерены с помощью микроскопа с микрометрами и подготовлены к испытаниям.

Результаты опытов 2 серии сведены в табл. 2.

Результаты опытов 2 серии получились еще более разнообразными. Могло показаться, на первый взгляд, что не стоит далее заниматься этим методом, так как могут быть погрешности до 300% в измерении площадей, что вполне сравнимые результаты получаются только для сравнительно одинаковых площадок, а самое плохое состоит в том, что чем меньше поверхность, тем больше на ней отлагается меди. Это последнее стояло в прямом противоречии с тем, что реакция $\text{CuSO}_4 + \text{Fe} = \text{FeSO}_4 + \text{Cu}$ должна являться прямой функцией поверхности. При тщательном ана-

Таблица 2

Образцы	S'_0	F'
	Площадь, измеренная непосредственно в кв. мм	Площадь, приходящаяся на 1 мл недорасхода тиосульфата натрия, при 30-минутной выдержке
С 10/45 обр. ст.	95,96	87,25 кв. мм (мл) 30 мин.
№ 3 обр. ст.	79,12	110,28 " "
С 10/45	75,26	62,71 " "
№ 8 обр. ст.	73,32	91,65 " "
С 9 × С обр. ст.	65,77	96,72 " "
№ 3	57,27	76,36 " "
С 9 × С	38,54	77,08 " "
№ 8	28,44	33,25 " "
Среднее		79,41 "

лизе результатов первых двух опытов, приняв за основу, что реакция $\text{CuSO}_4 + \text{Fe} = \text{FeSO}_4 + \text{Cu}$ является прямой функцией поверхности железа, дальнейшие наши рассуждения свелись к следующему:

1. Если получаются результаты, не соответствующие реагирующим площадкам, значит эти площадки во время опытов не находятся в одинаковых условиях. Неодинаковые условия выделения меди могли создаваться в растворе в непосредственной близости к реагирующим площадкам, так как все другие условия были одинаковыми. В самом деле, при одной и той же скорости диффузии, концентрация катионов меди меньше изменяется около небольшой площадки и, следовательно, быстрее выравнивается, чем около большой площадки, где раствор интенсивно обедняется катионами меди. Устранить эти неодинаковые условия можно путем тщательного и непрерывного перемешивания раствора медного купороса.

2. Количество отлагающейся меди в спокойном растворе медного купороса, без перемешивания, не находится в прямой зависимости от времени нахождения образца в растворе, следовательно, время пребывания образца в растворе можно сократить.

Поэтому следующую серию опытов решено было провести при непрерывном перемешивании раствора медного купороса, для выравнивания концентрации катионов меди около реагирующих площадок, а время пребывания образца в растворе медного купороса сократить до 10 минут. Для испытания вновь были отполированы и подготовлены эти же площадки. Результаты опытов 3 серии сведены в табл. 3.

Таблица 3

Образец	S'_0	F'
	Площадь, измеренная непосредственно в кв. мм	Площадь, приходящаяся на 1 мл недорасхода тиосульфата натрия при 10-минутной выдержке с перемешиванием раствора медного купороса
С 10/45 обр. ст.	95,98	25,58 кв. мм (мл) 10 мин.
№ 3 обр. ст.	79,12	30,95 " "
С 10/45	75,26	27,87 " "
№ 8 обр. ст.	73,32	26,18 " "
С 9 × С обр. ст.	65,77	39,73 " "
№ 3	57,27	40,82 " "
С 9 × С	38,54	29,64 " "
№ 8	28,48	21,90 " "
Среднее		29,40 "

Результаты опытов 3 серии с достаточной наглядностью показали, что неудачи опытов первых двух серий действительно получались за счет

отсутствия перемешивания раствора медного купороса. Далее, хотя в 3 серии опытов перемешивание нельзя считать равномерным, так как оно производилось вручную, таким образом, что образец был подвешен и находился в растворе неподвижно, а раствор медного купороса в стаканчике вращался от руки со скоростью 1—2 оборота в секунду, но в этой серии опытов все же нет таких резких скачков результатов, как в предыдущих двух сериях, и если есть отклонения от среднего значения, то только за счет неравномерного перемешивания. Кроме того, несмотря на то, что время выдержки было сокращено в 3 раза, скорость отложения меди возросла в два с лишним раза. Таким образом, результаты этой серии опытов показали, что имеется полная возможность предложить новый метод измерения поверхности стальных стержней с точностью до 0,25 кв. мм, если расход тиосульфата натрия отмечать с точностью до 0,01 мл, при прочих благоприятных условиях. Но, прежде чем предложить рабочую инструкцию по применению этого метода, необходимо было поставить еще одну серию опытов по измерению поверхностей излома у образцов, прошедших испытание на излом, с тем, чтобы учесть все особенности, которые при этом могли бы встретиться. Поэтому нами была поставлена 4 серия опытов по измерению поверхностей излома у образцов, прошедших испытание на излом. Методика подготовки этих образцов была такая же, как и для предыдущих серий, кроме того, что поверхность излома не шлифовалась, а лишь только тщательно отмывалась водой, спиртом, эфиром, снова спиртом и высушивалась при комнатной температуре. Дальнейшее испытание велось так же, как в 3 серии опытов. Для вычисления площади излома мы воспользовались средним значением F' из табл. 3.

Результаты 4 серии опытов помещены в табл. 4.

Таблица 4

№ образцов	Недорасход тиосульфата натрия в мл	F' Средняя площадь, приходящаяся на 1 мл недорасхода тиосульфата натрия из табл. 3, в кв. мм	S_1 Вычисленная из опыта площадь излома стального стержня в кв. мм
1	3,50	29,40	102,9
2	3,00	29,40	88,2
3	3,60	29,40	105,8
4	3,10	29,40	91,1
5	2,40	29,40	70,5
6	3,00	29,40	88,2
7	2,95	29,40	86,7

Первые два опыта из табл. 4 можно считать неудачными, так как медь отложилась не на всей поверхности. Это произошло потому, что перед опусканием в раствор медного купороса с поверхностей излома были удалены не все пузырьки воздуха, в дальнейших опытах это было предусмотрено. Минимальная поверхность излома нами физически не измерялась; если же судить по приблизительной площади излома „наглаз“, то определенная нами поверхность излома, с помощью нового метода, во всех случаях была гораздо большей и в некоторых случаях была больше в 2 раза, чем кажущаяся поверхность излома. Отсюда напрашивается вывод, что во время излома в некоторых случаях поверхность излома сильно развивается. Результаты всех предыдущих опытов, а также опыт работы, накопленный во время испытаний, позволили нам написать рабочую инструкцию по применению нового метода измерения площадей излома, которая приводится ниже.

Рабочая инструкция по измерению поверхностей излома стальных стержней

Общие соображения

1. За основу нового метода измерения поверхностей излома взята реакция выделения меди из медного купороса на поверхности железа: $\text{CuSO}_4 + \text{Fe} = \text{FeSO}_4 + \text{Cu}$, т. е. реакция окисления—восстановления. Количество выделяющейся в единицу времени меди должно находиться в прямой зависимости от реагирующей поверхности железа, при незначительном изменении потенциала выделения меди, зависящего от начальной и конечной концентрации ионов меди в растворе медного купороса. Потенциал выделения меди по уравнению Петерса,

$$E = E_0 + \frac{0,058}{n} \lg \frac{C_{\text{окисл}}}{C_{\text{восст}}},$$

находится в зависимости от E_0 — нормального потенциала плюс логарифмическая зависимость от концентрации окисленной и восстановленной форм меди. Это последнее обстоятельство накладывает известные ограничения на построение методики определения поверхности излома. С одной стороны, чувствительность метода была бы тем больше, чем больше отложилось бы меди из раствора медного купороса, с другой стороны, при сильном обеднении раствора ионами меди, сильно изменился бы потенциал выделения, и зависимость между поверхностью реагирующего железа и количеством отлагающейся меди перестала бы быть близкой к прямой. Вот поэтому приходится ограничивать чувствительность метода, расходуя ионы меди только на 30 % взятых для опыта; кроме того, если измеряемая площадка будет превышать 1 кв. см., то для реакции необходимо брать еще 10 мл 0,05 N раствора медного купороса на каждый лишний квадратный сантиметр, при 10-минутном сроке испытания.

Было бы правильнее, чтобы избежать колебаний потенциала выделения меди, иметь раствор медного купороса насыщенным, а время испытания еще больше сократить, но в этом случае определение отложившейся меди по остатку было бы не точным, а определение непосредственно отложенной меди было бы очень усложнено.

2. Поверхность стали не является сплошь составленной из железа; эта поверхность составлена из железа, карбидов железа, графита, углерода отжига и сплавов железа с легирующими элементами. Поэтому, естественно, что каждая марка стали будет по-разному реагировать с медным купоросом, и для каждой марки стали, при равных реагирующих площадках, недорасход объема тиосульфата натрия на титрование 10 мл 0,05 N раствора медного купороса будет различным. Следовательно, рабочая методика должна предусматривать определение поверхностей излома в различных марках стали.

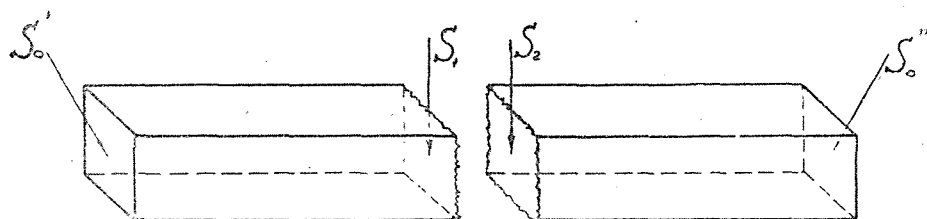
3. При изломе стального стержня получают две поверхности излома, принадлежащие каждая к своему концу стержня, и, следовательно, правильно будет истинную поверхность излома представлять себе, как полусумму, составленную из обеих этих поверхностей, что также должно быть предусмотрено в методике измерения.

Подготовка образцов для испытания

Обычно для испытания на излом готовятся стальные стержни или круглого или квадратного сечения, с расчетом иметь площадь сечения около 1 кв. см.; длиной такие образцы бывают около 10 см. Условимся

обозначать отдельные сечения (торцовые площадки) этих стержней как показано на фиг. 1.

При подготовке образца стержня для измерения поверхностей излома S_1 и S_2 необходимо осторожно, не допуская перегрева, отшлифовать торцовую площадку S'_0 и измерить параметры с помощью микроскопа с микрометрами; для вычисления площади S'_0 . Затем обе половины образца моют дистиллированной водой, спиртом, эфиром и вновь спиртом, сушат при комнатной температуре. Далее, стараясь не касаться



Фиг. 1

пальцами торцовых площадок, к срединам половинок образца прикрепляют прочно медный изолированный провод с таким расчетом, чтобы свободный конец провода был длиной 10—15 см. Свободный конец провода служит в дальнейшем для того, чтобы держать образец во время окрашивания и для подвески.

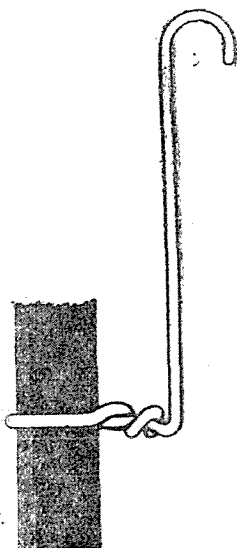
После этого осторожно кисточкой закрашивают образец черным бакелитовым лаком, разведенным бензолом до консистенции краски, оставляя незакрашенными только площадки, на которых в дальнейшем будет отлагаться медь, и подвешивают образец для сушки в течение двух суток (фиг. 2).

Испытание образцов

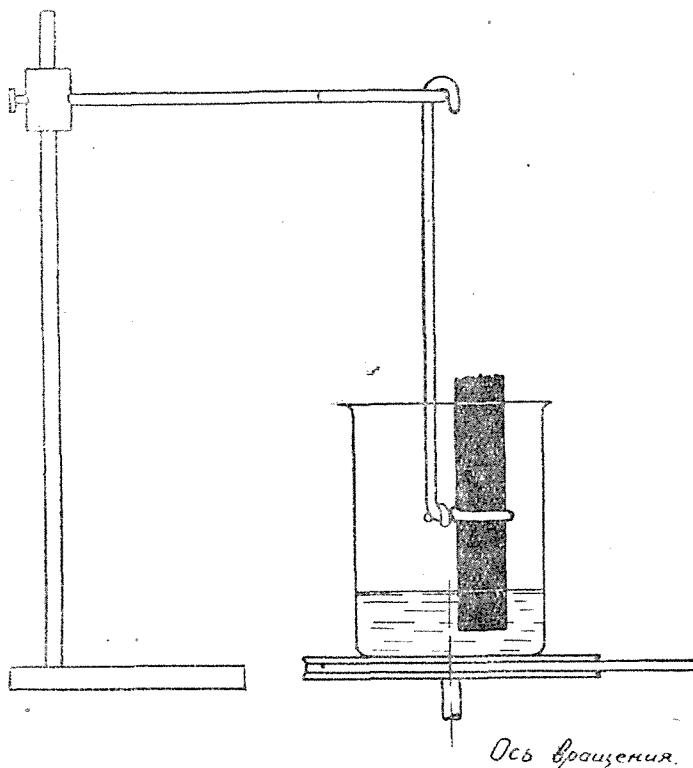
Испытание образцов состоит из отложения меди из раствора медного купороса на реагирующие площадки стальных стержней и в определении в растворах медного купороса остатков неотложенной меди. Для этого берут два химических стаканчика, в один из них наливают пипеткой 10 мл дистиллированной воды, ставят этот стакан на вращающийся со скоростью 2 оборота в секунду кружок, центрируют стакан и подвешивают образец, как показано на фиг. 3, с расчетом погружения образца в жидкость на $2/3$ глубины и так, чтобы вертикальная ось образца находилась на $1/3$ радиуса стаканчика от оси вращения (фиг. 3). Когда образец как следует подвешен, его вынимают из воды, стаканчик с водой снимают, а на его место ставят другой такой же стаканчик, в который введено пипеткой точно 10 мл 0,05 N раствора медного купороса. Стаканчик с медным купоросом центрируется. Далее осматривают смоченную водой реагирующую площадку образца и, если заметны пузырьки воздуха или несмоченные участки, сильной струей из промывалки „сбивают“ эти пузырьки и добиваются полного смачивания площадки. После этого опускают образец с реагирующей площадкой во вращающийся стаканчик с отмеренным раствором медного купороса и одновременно включают секундомер. Дают отлагаться меди ровно 10 минут, после чего быстро поднимают образец из жидкости с одновременной остановкой секундомера и осторожно обмывают смоченный конец образца из промывалки в тот же стакан. Обмыв реагирующую площадку, осматривают, равномерно ли отложилась медь, затем подвешивают стержень на другом кольце и приступают к титрованию остатка меди в растворе медного купороса.

Перед титрованием вводят в стаканчик 0,1г бифторида аммония, 1 каплю 2N серной кислоты, около 1г иодида калия и тотчас же титруют 0,05 N раствором тиосульфата натрия из бюретки.

Под конец титрования, когда желтая окраска от выделившегося иода заметно ослабнет, вводят 1 мл раствора крахмала и продолжают титро-



Фиг. 2



Фиг. 3

вание до исчезновения синей окраски от иодкрахмала. Отмечают расход тиосульфата натрия на титрование и далее вычисляют результаты испытания. Стакан после титрования тотчас же ополаскивают водопроводной водой для того, чтобы стекло не разъедалось плавиковой кислотой.

Порядок испытания отдельных реагирующих площадок и вычисление результатов

Вначале испытанию подвергается площадка S'_0 или же S''_0 , т. е. площадки с измеренной заранее площадью. Испытание одной из этих площадок, а в некоторых случаях и обеих, необходимо для получения F' — площади, приходящейся на 1 мл недорасхода тиосульфата натрия по формуле:

$$F' = \frac{S'_0}{a - b}, \quad (1)$$

где F' — площадь в кв. мм, приходящаяся на 1 мл недорасхода тиосульфата натрия,

S'_0 — площадь отшлифованной торцевой площадки в кв. мм,

a — количество мл 0,05 N раствора тиосульфата натрия, идущее на титрование 10 мл 0,05 N раствора медного купороса,

b — количество *мл* 0,05 N раствора тиосульфата натрия, пошедшее на титрование остатка меди после испытания, в растворе медного купороса.

Далее испытываются площадки S_1 и S_2 и производится вычисление их площадей по формуле:

$$S_1 = (a - b) F', \quad (2)$$

где S_1 — площадь излома в *кв. мм*,

F' — берется из формулы (1),

a — для одних и тех же растворов то же, что и в формуле (1),

b — количество *мл* 0,05 N раствора тиосульфата натрия, пошедшее на титрование остатка меди после испытания площадки S_1 .

Истинная площадь излома вычисляется по формуле

$$S = \frac{S_1 + S_2}{2}, \quad (3)$$

где S — истинная площадь излома в *кв. мм* испытуемого образца,
 S_1 и S_2 — площади излома отдельных концов образца в *кв. мм*.

Необходимое оборудование и реактивы

(Количество реактивов дано из расчета на 100 испытаний)

1. Стаканы химические на 100 <i>мл</i>	3 шт.
2. Пипетка мерная на 10 <i>мл</i>	1 шт.
3. Бюретка мерная на 25 <i>мл</i>	1 шт.
4. Стекланные лопаточки для сухих реактивов	2 шт.
5. Капельницы для серной кислоты	1 шт.
6. Промывалка для воды	1 шт.
7. Воронка химическая	1 шт.
8. Титровальный круг с 2 оборотами в секунду с приводом от мотора	1 шт.
9. Ежик для мытья посуды	1 шт.
10. 0,05N р-р $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	1 литр
11. 0,05N р-р $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (в желтой склянке)	1 литр
12. Бифторид аммония (в парафинированной банке) . .	10 г
13. Серная кислота 2N раствор	10 <i>мл</i>
14. Иодид калия (в желтой банке)	100 г
15. Раствор крахмала (индикатор)	100 <i>мл</i>
16. Дистиллированная вода	10 литров
17. Хромовая смесь для мытья посуды	0,5 литра.