

POLITECHNIKA LUBELSKA

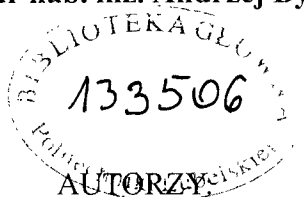
opracowanie zbiorowe
pod redakcją

Andrzeja Werońskiego

Ćwiczenia laboratoryjne z inżynierii materiałowej

Lublin 2002

OPINIODAWCA
Prof. dr hab. inż. Andrzej Bylica



**Marian Abramek, Janusz Błaszczyński, Irena Dudek, Aleksander Łepecki,
Bogusław Olejarski, Tadeusz Pełczyński, Hanna Stupnicka,
Barbara Surowska, Sławomir Szewczyk, Andrzej Weroński,
Zdzisław Wiącek**

Wydano za zgodą Rektora Politechniki Lubelskiej

© Copyright by Politechnika Lubelska 2002

ISBN 83-88110-24-1

Wydawnictwo Politechniki Lubelskiej
ul. Bernardyńska 13, 20-109 Lublin
e-mail: wydawn.@rekt.pol.lublin.pl.

Druk i oprawa :Wydawnictwo
Drukarnia LIBER
ul. Szczerbowskiego 6 Lublin
tel./fax (0-81) 442-54-44

SPIS TREŚCI

	Str.
Wstęp	5
1. Organizacja ćwiczeń i bezpiecznej pracy w Laboratorium Materiałoznawstwa (opracował: inż. Aleksander Łepecki)	6
2. Badania twardości materiałów (opracował: prof. dr hab. inż. Tadeusz Pełczyński)	10
3. Badania metalograficzne makroskopowe (opracował: dr Zdzisław Wiącek)	54
4. Badania metalograficzne mikroskopowe (opracował: dr Zdzisław Wiącek)	67
5. Struktury i właściwości stali w stanie wyżarzonym (opracował: dr Zdzisław Wiącek)	81
6. Struktury i właściwości surówek i żeliw (opracował: mgr inż. Marian Abramek)	92
7. Struktury i właściwości stali po hartowaniu i odpuszczaniu (opracował: mgr inż. Janusz Błaszczczyński)	106
8. Struktury i właściwości stopów o szczególnych właściwościach (opracował: mgr inż. Marian Abramek)	124
9. Struktury i właściwości stopów metali nieżelaznych (opracował: mgr inż. Bogusław Olejarski)	135
10. Badania na mikroskopie elektronowym (opracował: mgr inż. Marian Abramek)	157
11. Ilościowa ocena mikrostruktury metali i stopów (opracował: dr inż. Sławomir Szewczyk)	164

12.	Badania cieplne metali i stopów (opracowała: mgr inż. Irena Dudek)	181
13.	Obróbka cieplna stali (opracowali: dr inż. Sławomir Szewczyk i prof. dr hab. inż. Andrzej Weroński)	196
14.	Hartowanie powierzchniowe (opracował: prof. dr hab. inż. Andrzej Weroński)	216
15.	Badanie hartowności stali (opracował: prof. dr hab. inż. Andrzej Weroński) . . .	227
16.	Klasyfikacja i znakowanie metali i stopów według Polskich Norm (opracowała: dr Barbara Surowska)	238
17.	Obróbka cieplna stopów metali nieżelaznych (opracował: mgr inż. Bogusław Olejarski)	245
18.	Zmęczenie cieplne metali (opracował: prof. dr hab. inż. Andrzej Weroński) . . .	254
19.	Zgniot i rekrytalizacja (opracował: mgr inż. Marian Abramek)	269
20.	Nadplastyczność metali (opracował: mgr inż. Janusz Błaszczński)	279
21.	Rentgenowska analiza strukturalna (opracowali: dr inż. Sławomir Szewczyk i mgr inż. Bogusław Olejarski)	294
22.	Fizyczne metody badania składu chemicznego (opracowały: dr Barbara Surowska i dr Hanna Stupnicka)	320
23.	Badania defektoskopowe nieniszczące (opracowali: dr inż. Sławomir Szewczyk i mgr inż. Bogusław Olejarski)	340
	Wzór sprawozdania z badań	375

WSTĘP

Nowoczesne materiałoznawstwo wymaga ugruntowanych wiadomości o prawach rządzących budową materii i wynikających stąd zjawisk wykorzystywanych w technologii dla uzyskania zestawu żądanych własności użytkowych. Śledząc ciągle postęp nauki i stwierdzając pilne zapotrzebowanie ze strony studentów, zespół pracowników Politechniki Lubelskiej opracował skrypt pt. „Ćwiczenia laboratoryjne z inżynierii materiałowej”. Skrypt nie jest zbiorem instrukcji do ćwiczeń, ale obejmuje materiały z nimi związane dając możliwość po zapoznaniu się z literaturą uzupełniającą, problemowego traktowania związków między szeroko rozumianą budową strukturalną, technologią, warunkami pracy i eksploatacji elementów maszyn, a ich własnościami użytkowymi.

Skrypt przeznaczony jest dla wszystkich specjalności studiów magisterskich kierunku Mechanika oraz prowadzonej w ramach kierunku Górnictwo i Geologia specjalności maszyny i urządzenia górnicze i wiertnicze. Mogą z niego również korzystać studenci studiów magisterskich realizowanych na kierunku Organizacja i Zarządzanie Przemysłem oraz Wychowanie Techniczne.

Tematyka ćwiczeń jest tak dobrana, aby dla każdego kierunku i typu studiów można było wybrać odpowiedni zestaw ćwiczeń. Obszerniejsze potraktowanie w niektórych ćwiczeniach części teoretycznej, wiąże się z założeniem, że studenci w tych przypadkach będą wykorzystywać przedstawiony materiał do dalszych samodzielnych studiów, zwłaszcza w trakcie wykonywania prac dyplomowych, przejściowych lub prac naukowo-badawczych.

Zaleca się studentom po zapoznaniu z wiadomościami podanymi w skrypcie aby jak najszerszej korzystali z literatury podanej przy końcu każdego tematu. Umożliwi to rozwinięcie inwencji naukowej i skłoni studentów do bardziej problemowego traktowania tematyki ćwiczeń.

Z uwagi na drugie wydanie skryptu do ćwiczeń laboratoryjnych w Politechnice Lubelskiej, Autorzy będą wdzięczni Czytelnikom za dostrzeżone w druku nieścisłości, usterki lub wątpliwości, które zostaną skorygowane przy następnych wydaniach.

AUTORZY

1. ORGANIZACJA ĆWICZEŃ I BEZPIECZNEJ PRACY W LABORATORIUM MATERIAŁOZNAWSTWA

W Laboratorium Materiałoznawstwa znajdują się stanowiska badawcze i aparatura o różnym stopniu skomplikowania i obsługi, od urządzeń prostych do bardzo złożonych i unikalnych. Zajęcia laboratoryjne odbywają się zwykle na II roku studiów, kiedy studenci mają jeszcze stosunkowo w małym stopniu opanowane umiejętności praktyczne, a także trudności w łączeniu zdobytej teorii z praktyką. Ze względu na rozkład zajęć ćwiczenia laboratoryjne przebiegają najczęściej równocześnie w 3 grupach. Każdą grupę laboratoryjną obejmującą 9–12 osób prowadzi nauczyciel akademicki oraz pracownik inżyniersko-techniczny. Zajęcia w grupie odbywają się jednocześnie w kilku pomieszczeniach.

Przebieg ćwiczeń wymaga dobrej dyscypliny i organizacji zajęć. Dobre przygotowanie teoretyczne, znajomość zasad działania aparatury i jej bezpiecznej obsługi, przestrzeganie wskazówek nauczyciela akademickiego oraz pracowników inżyniersko-technicznych zapewnia właściwe i bezpieczne wykonywanie ćwiczeń.

Pierwsze zajęcia laboratoryjne ze studentami są poświęcone omówieniu ogólnych przepisów bhp oraz zapoznaniu ze stanowiskami badawczymi, aparaturą i urządzeniami. Fakt przeszkolenia z ogólnych zasad bhp jest wpisywany do książki i potwierdzany własnoręcznym podpisem przez każdego studenta.

1.1. Podstawowe wskazówki bhp

1. Przed rozpoczęciem pracy na stanowisku laboratoryjnym, student winien zapoznać się z instrukcją bezpiecznej obsługi wywieszoną przy każdym stanowisku.
2. Wszystkie wątpliwości co do obsługi stanowiska, zastosowania właściwych parametrów i narzędzi należy omówić z prowadzącym ćwiczenia bądź pracownikiem inżyniersko-technicznym.
3. Ze względu na charakter wykonywanych prac zaleca się studentom korzystanie z własnych fartuchów ochronnych.
4. Używanie sprzętu ochrony osobistej znajdującego się przy poszczególnych stanowiskach (okulary, rękawice itp.) jest obowiązkowe.
5. Studenci mogą uruchamiać i obsługiwać stanowiska laboratoryjne po wyrażeniu zgody i pod nadzorem prowadzącego ćwiczenia.

6. Po zakończeniu badań wszystkie urządzenia należy wyłączyć a uporządkowane stanowisko przekazać prowadzącemu.
7. Studenci nie mogą podejmować indywidualnie żadnych prac bez zgody prowadzącego.
8. Każde zauważone zagrożenie, usterki na stanowisku, skaleczenie lub ewentualny wypadek należy natychmiast zgłosić prowadzącemu ćwiczenia.
9. Zabrania się opuszczania stanowisk w trakcie odbywania ćwiczeń i pozostawiania ich bez odpowiedniego zabezpieczenia. Każde wyjście w trakcie ćwiczeń winno być zgłoszone prowadzącemu.
10. Zabrania się palenia tytoniu w pomieszczeniach laboratorium.
11. W przypadku nieobecności w danym pomieszczeniu prowadzącego ćwiczenia można wykonywać jedynie te czynności, które zostały wyraźnie zlecone. W przypadku każdej wątpliwości należy natychmiast przerwać pracę i wyłączyć stanowisko.

1.2. Uwagi dotyczące przepływu prądu elektrycznego.

1. Wszystkie stanowiska laboratoryjne winny być zerowane bądź uziemiane.
2. Podłączenie stanowiska do sieci może odbywać się tylko w obecności prowadzącego zajęcia.
3. Nie należy zostawiać żadnych urządzeń elektrycznych bez opieki.
4. Po zakończeniu pracy należy wyłączyć wszystkie wyłączniki na tablicach rozdzielczych.
5. Zabrania się studentom zakładania bezpieczników i naprawy instalacji elektrycznej.
6. W przypadku zapalenia urządzeń elektrycznych należy natychmiast odłączyć je od sieci, do gaszenia używać wyłącznie gaśnic tetrowych bądź śniegowych w obecności prowadzącego.
7. W przypadku porażenia prądem elektrycznym, postępować zgodnie z instrukcją znajdującą się w każdym pomieszczeniu.

1.3. Uwagi dotyczące gazu

1. Przed zapaleniem gazu sprawdzić czy kurki są zamknięte.
2. W przypadku stwierdzenia niedokładnego zamknięcia kurków przewietrzyć pomieszczenie.
3. Otwierać jednocześnie tylko jeden palnik i natychmiast zapalać gaz.
4. W czasie korzystania z gazu nie wolno opuszczać stanowiska.
5. W przypadku stwierdzenia usterek w instalacji gazowej powyższy fakt należy natychmiast zgłosić do prowadzącego zajęcia.

1.4. Uwagi dotyczące substancji żrących i trujących

1. Prace z substancjami żrącymi wykonywać wyłącznie w sprawnie działających dygestoriach.
2. Używać koniecznie fartuchów, okularów i rękawic ochronnych.
3. Studenci wykonują ćwiczenia odczynnikami przygotowanymi przez pracowników laboratorium. W przypadku konieczności sporządzenia odczynnika można go wykonać jedynie w obecności prowadzącego zajęcia.
4. Przy rozcieńczaniu stężonych kwasów, wlewać zawsze kwas do wody (Nigdy odwrotnie!!!).
5. W razie rozlania kwasu lub ługu na ciało, należy natychmiast spłukać substancję żrącą dużą ilością bieżącej wody, a następnie zubożyć ług – roztworem kwasu borowego, a kwas – kwaśnym węglanem sodu.
6. Używać odczynników z wyraźnymi wywieszkami (opisanych).
7. Zabrania się próbowania smaku jakichkolwiek odczynników.
8. Używanie odczynników do innych celów jest zabronione.

1.5. Uwagi ogólne dotyczące pieców hartowniczych.

1. Przy obsłudze pieców używać sprzęt ochrony osobistej.
2. Przy wkładaniu i wyjmowaniu wsadu do pieca elektrycznego należy wyłączyć dopływ prądu (dotyczy to pieców, które nie posiadają wyłączników drzwiowych).
3. Przedmioty do nagrzewania mogą być przemieszczane tylko przy użyciu kleszczy odpowiedniego kształtu i wielkości.
4. Przed włożeniem do pieca przedmiot i kleszcze winny być osuszone z wody lub oleju.
5. Podczas chłodzenia w oleju przedmiot zanurzać głęboko aby nie dopuścić do zapalenia.
6. Rozlany na podłodze olej lub wodę należy natychmiast sprzątnąć.
7. Przy kąpielach solnych należy uważać aby przedmioty i narzędzie były suche, gdyż wilgoć grozi wybuchem, do gaszenia soli używać suchego piasku.
8. Soli saletrzanych nie można mieszać z solami cyjanowymi, olejami i podgrzewać do temp. 550°C , gdyż grozi to wybuchem.

1.6. Uwagi dotyczące urządzeń z promieniowaniem rentgenowskim

1. Obsługa urządzeń rtg. przez studentów jest zabroniona.
2. Ćwiczenia laboratoryjne na aparaturze rtg. odbywają się tylko w obecności prowadzącego zajęcia, przy wykorzystaniu odpowiednich osłon zabezpieczających

przed promieniowaniem oraz przy sprawnie działającej wentylacji.

3. Zabrania się wykonywania ćwiczeń na aparaturze pracującej z otwartą wiązką promieniowania rtg., np. defektoskopy: Liliput 120, Mira.

Literatura

1. Filipowski S. – Powstawanie wypadków przy pracy i zasady profilaktyki. Instytut Wydawniczy, Warszawa 1975
2. Zdanowski M. – Podstawy ochrony przeciwpożarowej w przemyśle. Instytut Wydawniczy, Warszawa 1978
3. Fibiger W. – Pierwsza pomoc. Instytut Wydawniczy, Warszawa 1979
4. Instrukcja ogólna bhp dotycząca warsztatów, laboratoriów i pracowni politechnicznych. Politechnika Lubelska, Lublin 1984
5. Instrukcje bhp znajdujące się w pomieszczeniach Laboratorium Materiałoznawstwa przy poszczególnych stanowiskach badawczych.

2. BADANIA TWARDOŚCI MATERIAŁÓW

2.1. Próba twardości Brinella

Wśród statycznych metod badania własności materiału najczęściej stosowany w praktyce jest pomiar twardości.

Szerokie rozpowszechnienie pomiarów twardości wynika z prostoty urządzeń potrzebnych do pomiaru twardości, małej pracochłonności pomiaru, możliwości wykonywania pomiaru na stosunkowo małych próbkach lub wprost na gotowym przedmiocie itp.

Największe zastosowanie praktyczne przy badaniu twardości mają metody polegające na statycznym wgniataniu wgłębnika w badany materiał. Jako miarę twardości w tym przypadku przyjmuje się stosunek nacisku wywartego na wgłębnik, posiadający najczęściej kształt kulki, stożka lub piramidki, do powierzchni odcisku powstałego w miejscu wgniecenia się wgłębnika, bądź też do jej rzutu na płaszczyznę prostopadłą do osi wgłębnika.

Jeśli powstałe przez wgniatanie wgłębnika odciski są do siebie geometrycznie podobne, niezależnie od głębokości na jaką wgłębnik został wciśnięty w materiał, to liczba twardości wyrażona jako stosunek nacisku do powierzchni powstałego odcisku nie zależy od wartości nacisku działającego na wgłębnik.

W innych przypadkach jak to ma miejsce w przypadku wgniatania kulki, wyliczona twardość zależy od wartości nacisku i otrzymanych w ten sposób wyników badań twardości nie można ze sobą porównywać.

Dla uzyskania możliwości porównywania pomiarów twardości dokonywanych przy użyciu kulek o różnej średnicy i przy różnych naciskach muszą być spełnione określone warunki zapewniające tę porównywalność.

Jedną z najbardziej rozpowszechnionych a zarazem i najdawniej wprowadzonych metod pomiaru twardości jest próba I.A. Brinella [1] polegająca na wgniataniu hartowanej i kalibrowanej kulki stalowej w płaską i dostatecznie gładką powierzchnię próbki lub przedmiotu pod określonym naciskiem prostopadłym do tej powierzchni

Jako miarę twardości Brinell przyjął stosunek nacisku P w kilogramach do pola powierzchni powstałego w materiale odcisku tj. do powierzchni czaszy kulistej A w mm^2 .

Jeśli średnica wgniatanej kulki wynosiła D , a średnica otrzymanego odcisku – d , to twardość w jednostkach Brinella wyniesie:

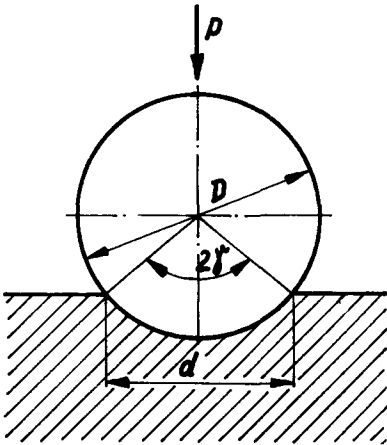
$$HB = \frac{P}{A} = \frac{2P}{\pi D (D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad \text{kG/mm}^2 \quad (2.1.)$$

2.2. Badanie zmian twardości ze wzrostem obciążenia

Wzór (2.1.) można przekształcić następująco:

$$HB = \frac{2P}{\pi D^2 (1 - \sqrt{1 - (\frac{d}{D})^2})} = \frac{P}{D^2} \frac{2}{\pi (1 - \cos \gamma)} \quad (2.2.)$$

gdzie: γ jest połową kąta środkowego opartego na powstałej w materiale czaszy kulistej – rys. 2.1.



Rys. 2.1. Pomiar twardości kulką
[3 – 14]

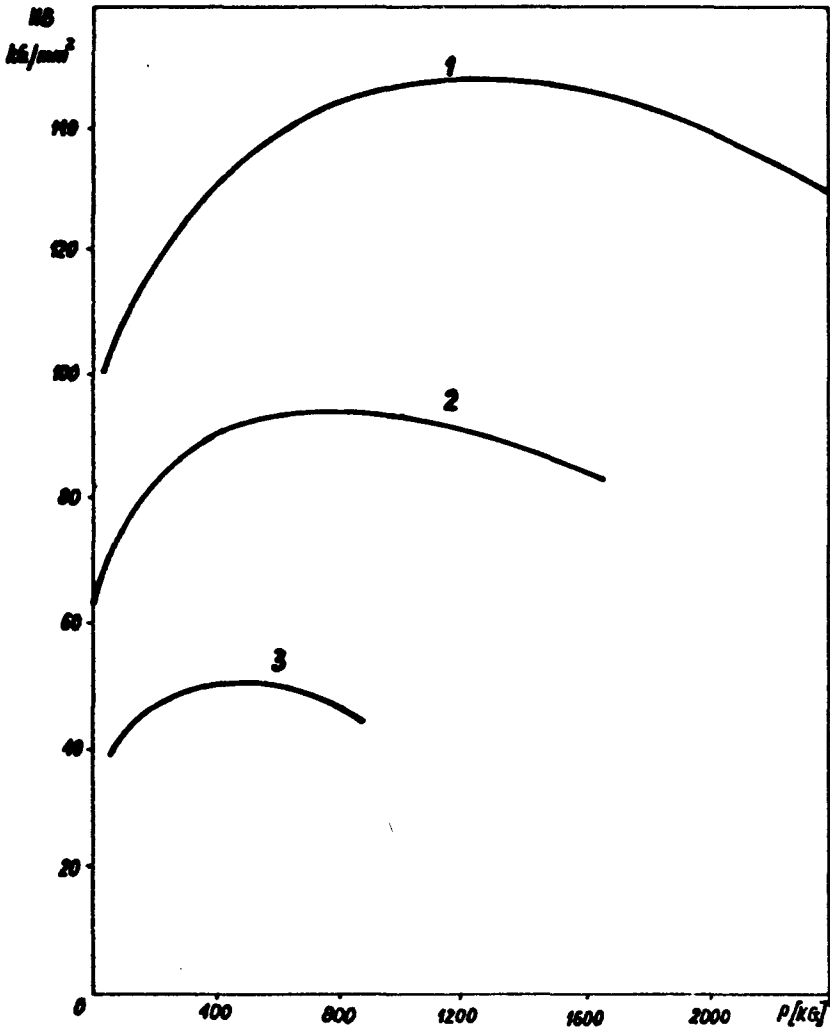
Ze wzoru (2.2.) wynika, że dla ustalonej głębokości wgniecenia kulki określonej przy pomocy kąta γ przy pomiarach przeprowadzanych przy różnych obciążeniach i kulkach, otrzymujemy ten sam wynik pomiaru twardości o ile stosunek

$$\frac{P}{D^2} = \text{const.}$$

nie ulega zmianie. W tym przypadku bowiem zachowany jest warunek podobieństwa geometrycznego odcisków.

Jeżeli obciążenie P nie spełnia powyższego warunku to wyliczona twardość materiału ulega zmianom przedstawionym na rysunkach 2.2. i 2.3. Z rysunku 2.2. wynika, że ze wzrostem ob-

ciążenia twardość Brinella początkowo wzrasta, a następnie maleje. Zmiany obciążenia wywierają najmniejszy wpływ w pobliżu maksimum krzywej. Z rysunku 2.2. widać, że maksima te wypadają dla różnych metali przy różnych obciążeniach. Na rysunku 2.3. przedstawiono zależność twardości od średnicy odcisku, co przy stałej średnicy kulki równoznaczne jest z zależnością twardości od wartości stosunku d/D . Tego rodzaju ujęcie jest bardziej racjonalne, gdyż umożliwia porównanie twardości różnych materiałów

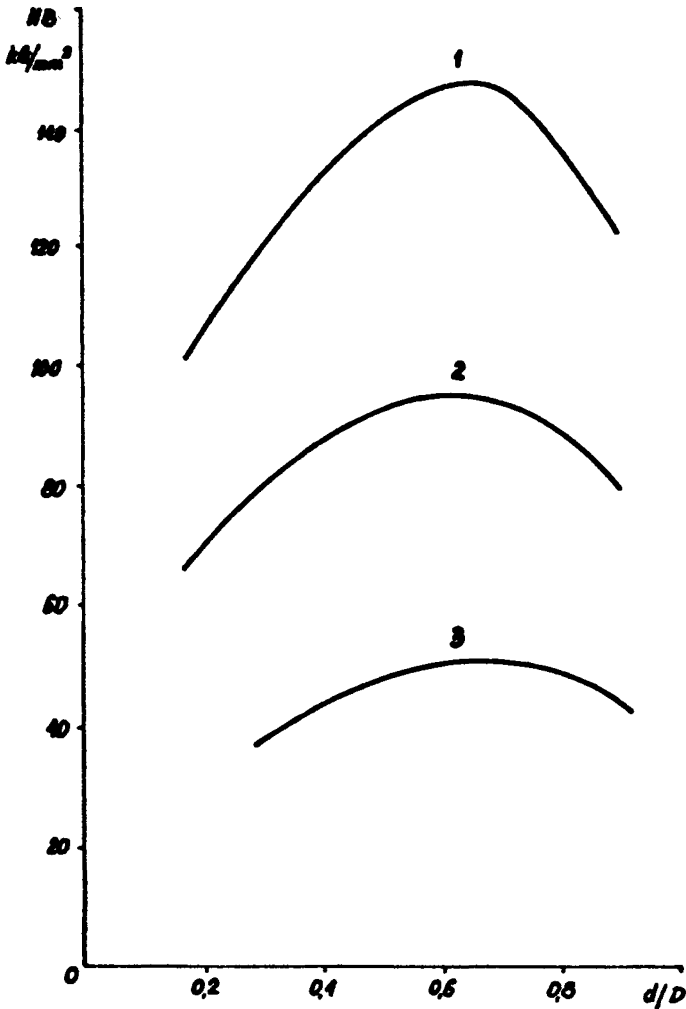


Rys. 2.2. Wpływ wartości obciążenia na wynik pomiaru twardości Brinella [11]

i przy różnych obciążeniach dla podobnych odcisków. Zarówno z rysunku 2.2. jak i z rysunku 2.3. widać, że twardość Meyera wzrasta ze wzrostem obciążenia, natomiast twardość Brinella osiąga maksimum a następnie maleje.

Należy zaznaczyć, że maksima występujące na krzywej twardości Brinella dla różnych materiałów odpowiadają różnym wartościom stosunku d/D .

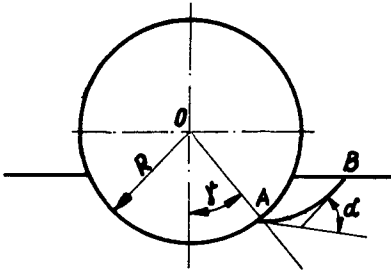
Dla wyjaśnienia charakterystycznego przebiegu zmian twardości przedstawionych na rysunkach 2.2. i 2.3. oraz ustalenia zależności wiążącej średnicę kulki i odcisku oraz wartości nacisku należy rozpatrzyć bliżej proces plastycznego wgniatania nieodkształcalnej kulki w płaską powierzchnię materiału [2, 3, 4].



Rys. 2.3. Zależność twardości od wartości stosunku d/D [5, 11]

Dla obliczenia wartości nacisku oprzemy się na zależnościach wynikających z teorii linii poślizgowych. Aczkolwiek ściśle biorąc teoria linii poślizgowych słuszną jest dla przypadku płaskiego stanu odkształcenia, to jednak teoria ta z powodzeniem stosowana jest dla przypadków odkształceń osiowo-symetrycznych i co najważniejsze wyniki uzyskane tą metodą w zadawalający sposób zgadzają się z danymi znalezionymi na drodze doświadczalnej.

Na rysunku 2.4. przedstawiono przebieg linii poślizgowej wychodzącej z punktu A położonego na powierzchni czaszy do punktu B, położonego na swobodnej powierzchni materiału.



W przypadku braku tarcia między kulką a materiałem linia poślizgowa w punkcie A tworzy kąt 45° ze styczną w punkcie A. Dochodząc do swobodnej powierzchni materiału linia poślizgowa tworzy również kąt 45° ze styczną w punkcie B.

Z własności linii poślizgowych wynika, że wartość średniego naprężenia w punkcie A i B związana jest zależnością:

$$\sigma_{m_A} - \sigma_{m_B} = -2k a \quad (2.3.)$$

Rys. 2.4. Przebieg linii poślizgowej przy wgniataniu kulki [3, 7, 9]

gdzie:

$$k = \frac{Q}{2} \text{ -- zgodnie z hipotezą III}$$

lub

$$k = \frac{Q}{\sqrt{3}} \text{ -- zgodnie z hipotezą IV}$$

natomiast a jest równe kątowi obrotu jakiego doznała styczna do linii poślizgowej przy przejściu z punktu A do B. Wielkość tego kąta jest zależna od położenia punktu A, a tym samym od wartości kąta γ . Zależność ta przy założeniu wartości współczynnika tarcia $u = 0$ wyraża się wzorem:

$$a = \frac{\pi}{2} - \gamma$$

Stan naprężenia w punkcie B przedstawia koło Mohra na rysunku 2.5.

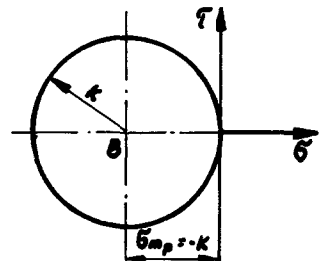
Z rysunku tego łatwo znajdziemy, że

$$\sigma_{m_B} = -k$$

Możemy zatem obliczyć σ_{m_A}

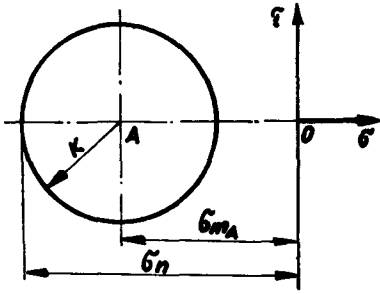
$$\sigma_{m_A} = -k - 2k \left(\frac{\pi}{2} - \gamma \right)$$

stan naprężenia w punkcie A przedstawia koło Mohra na rysunku 2.6.



Rys. 2.5. Koło naprężeń Mohra dla punktu B z rysunku 2.4. [3, 7, 9]

Jak widzimy wartość naprężenia normalnego w punkcie A wynosi:



Rys. 2.6. Koło naprężeń Mohra dla punktu A z rysunku 2.4. [3, 7, 9]

$$\begin{aligned} \sigma_{nA} &= \sigma_{mA} - k = -2k - \\ &- 2k \left(\frac{\pi}{2} - \gamma \right) = -2k \left(1 + \right. \\ &\left. + \frac{\pi}{2} - \gamma \right) \end{aligned}$$

Składowa prostopadła do powierzchni materiału, działająca na elementarną powierzchnię kulki, odpowiadająca kątowi γ jest

równa

$$dP = 2k \left(1 + \frac{\pi}{2} - \gamma \right) \frac{\pi D^2}{2} \sin \gamma \cos \gamma d\gamma$$

Całkując to wyrażenie dostaniemy

$$P = QD^2 \frac{\pi}{4} \left[\left(1 + \frac{\pi}{2} - \gamma \right) \sin^2 \gamma + \frac{2\gamma - \sin 2\gamma}{4} \right] \quad (2.4.)$$

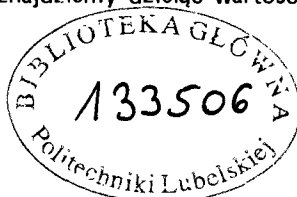
We wzorze tym zgodnie z hipotezą III przyjęto $2k = Q$. Dla otrzymania twardości Brinella obliczoną wartość nacisku należy podzielić przez pole powierzchni czaszy kulistej, które wynosi

$$A_{\text{czaszy}} = \frac{\pi D^2}{2} (1 - \cos \gamma)$$

Dostaniemy wówczas

$$HB = \frac{P}{A_{\text{cz}}} = Q \frac{\left(1 + \frac{\pi}{2} - \gamma \right) \sin^2 \gamma + \frac{2\gamma - \sin 2\gamma}{4}}{2(1 - \cos \gamma)} \quad (2.5.)$$

Analogicznie twardość Meyera znajdziemy dzieląc wartość nacisku przez powierzchnię rzutu czaszy kulistej



$$A_{\text{odc}} = \frac{\pi d^2}{4} = \frac{\pi D^2 \sin^2 \gamma}{4}$$

Twardość Meyera wyrazi się następująco

$$HM = Q \frac{(1 + \frac{\pi}{2} - \gamma) \sin^2 \gamma + \frac{2\gamma - \sin 2\gamma}{4}}{\sin^2 \gamma} \quad (2.6.)$$

Z wyrażen (2.5.) i (2.6.) wynika, że dla danej głębokości wgniecenia kulki określonej kątem γ zarówno twardość A. Brinella jak i twardość E. Meyera dają się wyrazić zależnością

$$HB = QB \quad (2.7.)$$

oraz

$$HM = QM \quad (2.8.)$$

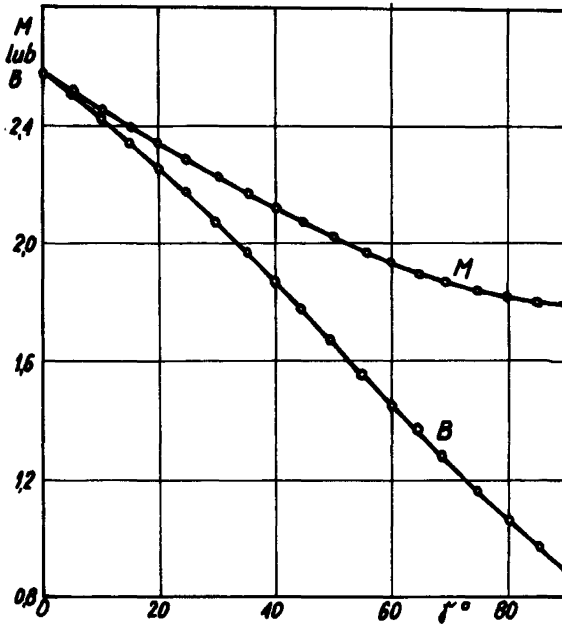
gdzie:

$$B = \frac{(1 + \frac{\pi}{2} - \gamma) \sin^2 \gamma + \frac{2\gamma - \sin 2\gamma}{4}}{2(1 - \cos \gamma)} \quad (2.9.)$$

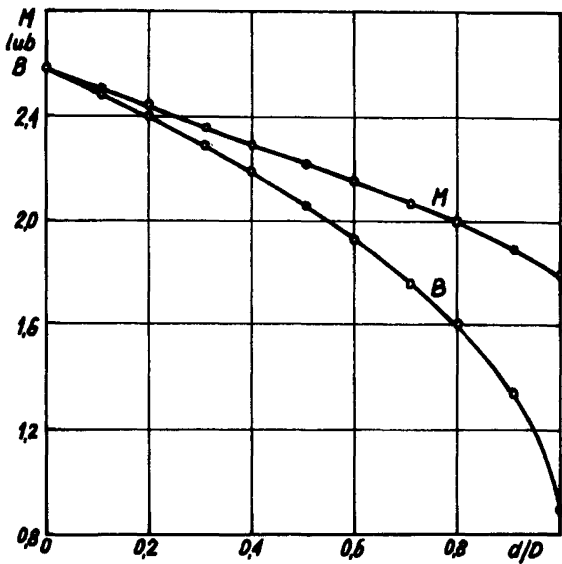
$$M = \frac{(1 + \frac{\pi}{2} - \gamma) \sin^2 \gamma + \frac{2\gamma - \sin 2\gamma}{4}}{\sin^2 \gamma} \quad (2.10.)$$

Wartości współczynników B i M zależą przy określonej średnicy kulki od głębokości na jaką kulka została wciśnięta, a ściślej biorąc od kąta środkowego 2γ otrzymanej czaszy kulistej. Na rysunku 2.7. przedstawiono zależność współczynników B i M od wartości kąta γ , natomiast na rysunku 2.8. zależność tych współczynników od wartości stosunku d/D.

Z przebiegu tych krzywych oraz z zależności (2.7.) i (2.8.) wynika, że w przypadku idealnie plastycznego materiału, nie podlegającego umocnieniu pod wpływem zachodzących odkształceń, dla którego wartość granicy plastyczności Q nie ulega zmianie zarówno twardość Brinella jak i Meyera maleje ze wzrostem obciążenia, przy czym znacznie większy spadek wykazuje twardość Brinella. Dla materiału idealnie plastycznego przebieg zmian twardości przy różnych wartościach stosunku d/D jest analogiczny do przebiegu linii współczynników proporcjonalności B i M – rys. 2.8.



Rys. 2.7. Zależność współczynników M i B od wartości kąta γ [3-14]



Rys. 2.8. Zależność współczynników M i B od wartości stosunku d/D [3-9]

Obserwowany przy pomiarach twardości jej wzrost przy wzrastającym obciążeniu, jak to pokazano na rysunkach 2.2. i 2.3. wywołany jest wzrostem granicy plastyczności materiału znajdującego się pod kulką w miarę jej wgniatania w materiał. Silny efekt umocnienia, występujący w początkowym stadium wgniatania kulki, związany ze wzrostem granicy plastyczności kompensuje zmniejszanie się współczynnika B i w rezultacie wywołuje wzrost twardości. W miarę jednak zwiększającego się odkształcenia efekt umocnienia maleje, wskutek czego po osiągnięciu maksimum krzywa zaczyna opadać.

Położenie maksimum oraz jego wartość zależą od zdolności materiału do umacniania się pod wpływem zachodzących odkształceń.

Inny przebieg krzywej twardości Meyera, która stale wzrasta ze wzrostem wartości stosunku d/D należy tłumaczyć tym, że wartość współczynnika M maleje znacznie wolniej niż wartość współczynnika B (dla którego obliczono i sporządzono tablicę 2.1. podającą jego wartości dla różnych stosunków d/D), wskutek czego zmniejszający się ze wzrostem odkształcenia efekt umocnienia kompensuje jego spadek.

Tablica 2.1.

Wartości współczynnika B (dla $\mu = 0$)

d/D	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0,00	2,571	2,570	2,570	2,569	2,569	2,569	2,569	2,568	2,567	2,566
0,01	2,565	2,565	2,564	2,563	2,562	2,561	2,561	2,560	2,559	2,558
0,03	2,549	2,549	2,548	2,547	2,546	2,545	2,545	2,544	2,543	2,542
0,04	2,541	2,541	2,540	2,539	2,538	2,537	2,537	2,536	2,535	2,534
0,05	2,533	2,533	2,532	2,531	2,530	2,529	2,529	2,528	2,527	2,526
0,06	2,525	2,524	2,524	2,523	2,522	2,521	2,520	2,519	2,519	2,518
0,07	2,517	2,517	2,516	2,515	2,514	2,513	1,512	2,511	2,510	2,509
0,08	2,508	2,507	2,507	2,506	2,505	2,504	2,504	2,503	2,502	2,501
0,09	2,500	2,499	2,499	2,498	2,497	2,496	2,495	2,494	2,493	2,492
0,10	2,492	2,491	2,491	2,490	2,489	2,488	2,487	2,487	2,486	2,485
0,11	2,484	2,483	2,482	2,481	2,480	2,479	2,479	2,478	2,477	2,476
0,12	2,475	2,475	2,474	2,473	2,472	2,471	2,470	2,469	2,468	2,467
0,13	2,467	2,466	2,465	2,464	2,464	2,463	2,462	2,461	2,460	2,460
0,14	2,459	2,458	2,457	2,456	2,456	2,455	2,454	2,453	2,452	2,451
0,15	2,451	2,450	2,449	2,448	2,448	2,447	2,446	2,445	2,444	2,444
0,16	2,443	2,442	2,441	2,440	2,439	2,439	2,438	2,437	2,436	2,436
0,17	2,435	2,434	2,433	2,433	2,432	2,431	2,430	2,429	2,428	2,428
0,18	2,427	2,426	2,425	2,424	2,423	2,422	2,422	2,421	2,420	2,419
0,19	2,418	2,418	2,417	2,416	2,415	2,414	2,413	2,412	2,411	2,410
0,20	2,409	2,408	2,408	2,407	2,406	2,405	2,405	2,404	2,403	2,402
0,21	2,401	2,400	2,399	2,398	2,397	2,396	2,395	2,395	2,394	2,393

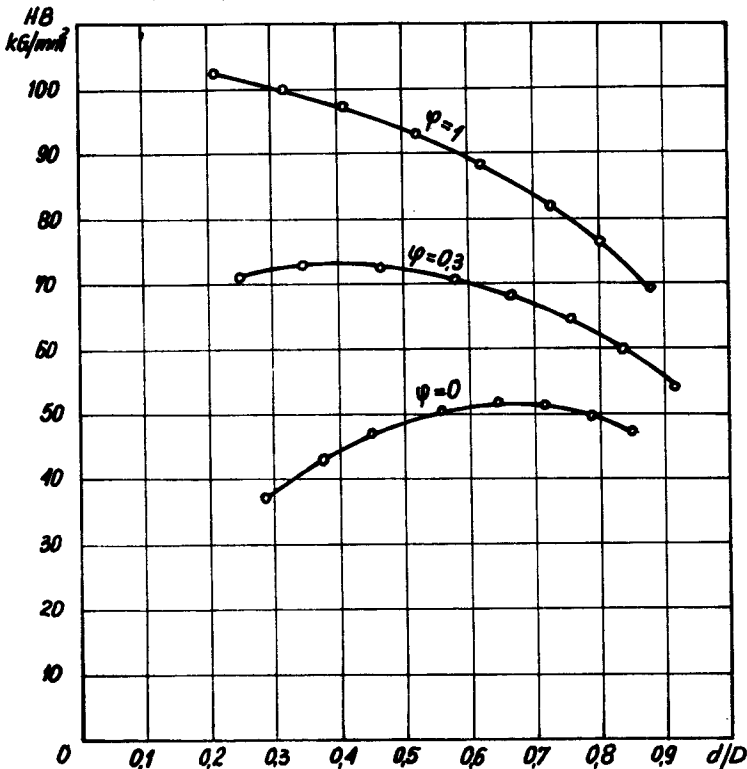
d/D	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0,22	2,392	2,391	2,390	2,389	2,388	2,387	2,386	2,385	2,384	2,383
0,23	2,382	2,382	2,381	2,380	2,379	2,378	2,377	2,376	2,375	2,375
0,24	2,373	2,372	2,371	2,370	2,369	2,368	2,367	2,366	2,365	2,364
0,25	2,363	2,362	2,361	2,360	2,359	2,358	2,357	2,356	2,355	2,354
0,26	2,353	2,352	2,251	2,350	2,349	2,348	2,347	2,346	2,345	2,344
0,27	2,343	2,342	2,341	2,340	2,339	2,338	2,337	2,336	2,335	2,334
0,28	2,333	2,332	2,331	2,330	2,329	2,328	2,327	2,326	2,325	2,324
0,29	2,323	2,322	2,321	2,320	2,319	2,318	2,317	2,316	2,315	2,314
0,30	2,313	2,312	2,311	2,310	2,309	2,308	2,307	2,306	2,305	2,304
0,31	2,303	2,302	2,301	2,300	2,299	2,298	2,296	2,295	2,294	2,293
0,32	2,292	2,291	2,290	2,289	2,288	2,287	2,286	2,285	2,284	2,283
0,33	2,282	2,280	2,279	2,278	2,277	2,276	2,275	2,274	2,272	2,271
0,34	2,270	2,269	2,268	2,267	2,266	2,265	2,264	2,263	2,262	2,261
0,35	2,260	2,259	2,258	2,256	2,255	2,254	2,253	2,252	2,251	2,250
0,36	2,249	2,248	2,247	2,246	2,245	2,244	2,243	2,242	2,240	2,239
0,37	2,238	2,237	2,235	2,234	2,233	2,232	2,231	2,229	2,228	2,227
0,38	2,226	2,225	2,223	2,222	2,221	2,220	2,219	2,217	2,216	2,215
0,39	2,214	2,213	2,211	2,210	2,209	2,208	2,207	2,206	2,205	2,204
0,40	2,202	2,200	2,199	2,198	2,197	2,196	2,194	2,193	2,192	2,191
0,41	2,190	2,189	2,187	2,186	2,185	2,184	2,182	2,181	2,180	2,178
0,42	2,177	2,176	2,174	2,173	2,172	2,171	2,170	2,168	2,167	2,166
0,43	2,165	2,164	2,163	2,161	2,160	2,159	2,158	2,157	2,155	2,154
0,44	2,153	2,152	2,151	2,150	2,149	2,147	2,146	2,144	2,143	2,142
0,45	2,141	2,139	2,138	2,137	2,135	2,134	2,133	2,131	2,130	2,129
0,46	2,128	2,127	2,126	2,124	2,123	2,122	2,121	2,120	2,118	2,117
0,47	2,115	2,114	2,112	2,111	2,109	2,108	2,107	2,105	2,104	2,103
0,48	2,102	2,100	2,099	2,098	2,097	2,096	2,094	2,093	2,092	2,090
0,49	2,089	2,088	2,086	2,085	2,083	2,082	2,080	2,079	2,078	2,076
0,50	2,075	2,073	2,072	2,070	2,069	2,068	2,067	2,066	2,065	2,064
0,51	2,063	2,061	2,060	2,059	2,058	2,057	2,055	2,054	2,053	2,051
0,52	2,050	2,048	2,047	2,046	2,044	2,043	2,041	2,040	2,039	2,037
0,53	2,036	2,034	2,033	2,032	2,030	2,029	2,028	2,026	2,025	2,024
0,54	2,023	2,020	2,019	2,018	2,017	2,016	2,014	2,013	2,012	2,010
0,55	2,009	2,007	2,006	2,004	2,003	2,002	2,000	1,999	1,997	1,996
0,56	1,995	1,994	1,992	1,990	1,989	1,987	1,985	1,984	1,983	1,981
0,57	1,980	1,978	1,977	1,975	1,974	1,973	1,971	1,970	1,968	1,967

d/D	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0,58	1,966	1,964	1,963	1,962	1,960	1,959	1,957	1,956	1,955	1,953
0,59	1,952	1,950	1,949	1,947	1,946	1,944	1,943	1,941	1,940	1,938
0,60	1,937	1,935	1,934	1,932	1,931	1,929	1,928	1,926	1,925	1,923
0,61	1,922	1,920	1,919	1,917	1,916	1,914	1,913	1,911	1,910	1,908
0,62	1,907	1,905	1,904	1,902	1,901	1,899	1,898	1,896	1,895	1,893
0,63	1,892	1,890	1,888	1,887	1,885	1,883	1,881	1,880	1,878	1,877
0,64	1,875	1,874	1,872	1,871	1,869	1,868	1,866	1,865	1,863	1,862
0,65	1,860	1,858	1,857	1,855	1,854	1,852	1,850	1,849	1,847	1,846
0,66	1,844	1,842	1,841	1,839	1,838	1,836	1,834	1,833	1,831	1,830
0,67	1,828	1,826	1,824	1,823	1,821	1,819	1,817	1,816	1,814	1,813
0,68	1,811	1,809	1,807	1,806	1,804	1,802	1,801	1,799	1,798	1,796
0,69	1,795	1,793	1,792	1,790	1,789	1,787	1,785	1,783	1,782	1,780
0,70	1,778	1,776	1,775	1,773	1,771	1,769	1,767	1,766	1,764	1,763
0,71	1,761	1,759	1,758	1,756	1,754	1,752	1,750	1,749	1,747	1,746
0,72	1,744	1,742	1,740	1,739	1,737	1,735	1,733	1,732	1,730	1,728
0,73	1,726	1,724	1,723	1,721	1,719	1,717	1,715	1,713	1,711	1,709
0,74	1,707	1,705	1,704	1,702	1,700	1,698	1,696	1,694	1,693	1,691
0,75	1,689	1,687	1,686	1,684	1,682	1,680	1,678	1,676	1,675	1,673
0,76	1,671	1,669	1,668	1,666	1,664	1,662	1,660	1,658	1,656	1,654
0,77	1,652	1,650	1,648	1,646	1,644	1,642	1,640	1,638	1,636	1,634
0,78	1,632	1,630	1,628	1,626	1,624	1,622	1,620	1,618	1,616	1,614
0,79	1,612	1,610	1,608	1,606	1,604	1,602	1,600	1,598	1,596	1,594
0,80	1,592	1,590	1,588	1,586	1,584	1,582	1,580	1,578	1,575	1,573
0,81	1,571	1,569	1,567	1,565	1,563	1,561	1,559	1,556	1,554	1,552
0,82	1,550	1,548	1,546	1,544	1,542	1,540	1,538	1,535	1,533	1,531
0,83	1,529	1,527	1,524	1,522	1,520	1,518	1,516	1,513	1,511	1,509
0,84	1,507	1,505	1,502	1,500	1,498	1,496	1,494	1,491	1,489	1,486
0,85	1,484	1,482	1,480	1,477	1,475	1,473	1,471	1,469	1,467	1,464
0,86	1,462	1,460	1,457	1,455	1,453	1,451	1,449	1,446	1,444	1,441
0,87	1,439	1,437	1,434	1,432	1,429	1,427	1,425	1,422	1,420	1,417
0,88	1,415	1,412	1,410	1,407	1,405	1,402	1,400	1,397	1,394	1,391
0,89	1,388	1,385	1,383	1,380	1,378	1,375	1,373	1,370	1,367	1,364
0,90	1,361	1,359	1,356	1,353	1,350	1,347	1,345	1,342	1,339	1,336
0,91	1,333	1,330	1,327	1,324	1,321	1,318	1,315	1,312	1,309	1,306
0,92	1,303	1,301	1,298	1,295	1,292	1,289	1,286	1,283	1,280	1,277
0,93	1,274	1,271	1,268	1,265	1,262	1,258	1,255	1,252	1,249	1,246

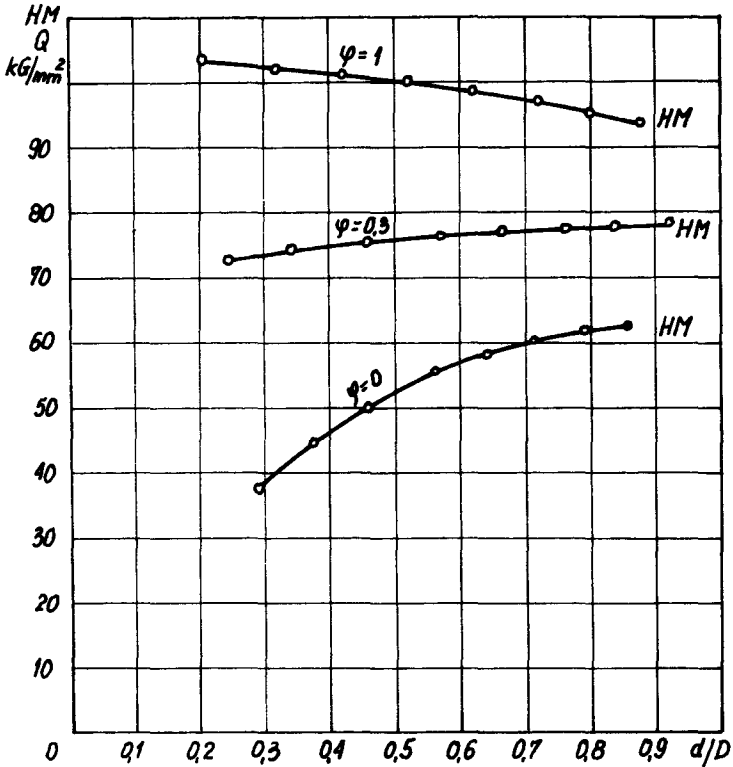
d/D	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0,94	1,243	1,239	1,236	1,232	1,229	1,226	1,222	1,219	1,215	1,212
0,95	1,208	1,204	1,201	1,197	1,194	1,190	1,186	1,183	1,179	1,176
0,96	1,172	1,168	1,165	1,161	1,157	1,153	1,149	1,145	1,140	1,136
0,97	1,131	1,126	1,122	1,117	1,113	1,108	1,103	1,099	1,094	1,089
0,98	1,084	1,079	1,073	1,068	1,062	1,057	1,051	1,044	1,037	1,030
0,99	1,023	1,015	1,006	0,998	0,989	0,981	0,971	0,960	0,949	0,938
1,00	0,8927									

Przy wzrastającym jednak stopniu zgniotu materiału badanego zmniejszony efekt umocnienia coraz słabiej kompensuje spadek współczynnika M. Wywołuje to coraz mniejszy wzrost twardości Meyera przy wzrastającej wartości stosunku d/D a dla silnie zgniecionego materiału nawet jej spadek.

Tego rodzaju zmiany twardości przedstawiono na rysunkach 2.9. i 2.10. Ogólnie można stwierdzić, że im bardziej jest umocniony materiał, tym przy mniejszych wartościach stosunku d/D występuje spadek twardości.



Rys. 2.9. Zależność twardości Brinella od wartości stosunku d/D dla miedzi o różnym zgnieciu [3, 9, 10, 11]



Rys. 2.10. Zależność twardości Meyera i średniej granicy plastyczności od wartości stosunku d/D dla miedzi o różnym zgnioście [5, 10, 11]

2.3. Ustalanie związków między twardością a wytrzymałością na rozciąganie

Jedną z cenniejszych zalet pomiarów twardości metodą Brinella jest możliwość ustalania na podstawie liczby twardości Brinella doraźnej wytrzymałości materiału na rozciąganie. Już w 1900 r. Brinell zwrócił uwagę na tę możliwość i wyraził zależność między wytrzymałością na rozciąganie i twardością w postaci:

$$R_m = r HB \quad (2.11.)$$

Według Brinella [1] dla węglowych, wyżarzonych stali podoeutektoidalnych współczynnik $r = 0,347$.

Dla niskowęglowej stali wyżarzonej A. Hadfield podał tę zależność w postaci wzoru

$$R_m = 0,313 HB + 10 \text{ kg/mm}^2$$

Zagadnienie związku zachodzącego między wytrzymałością na rozciąganie a twardością było przedmiotem prac licznych badaczy, które wykazały, że dla metali plastycznych dających duże przewężenie przy rozciąganiu można ustalić zależności podane w tablicach 2.2. i 2.3.

Tablica 2.2.

Najczęściej spotykane wartości współczynnika przeliczeniowego r dla niektórych materiałów

L.p.	Materiał	Twardość	R_m
1.	Stal	$125 < HB < 175$	0,343 HB
2.	Stal	$HB > 175$	0,362 HB
3.	Aluminium (odlew)		0,26 HB
4.	Brąz i mosiądz wyżarzony		0,55 HB
5.	Brąz i mosiądz walcowany		0,40 HB

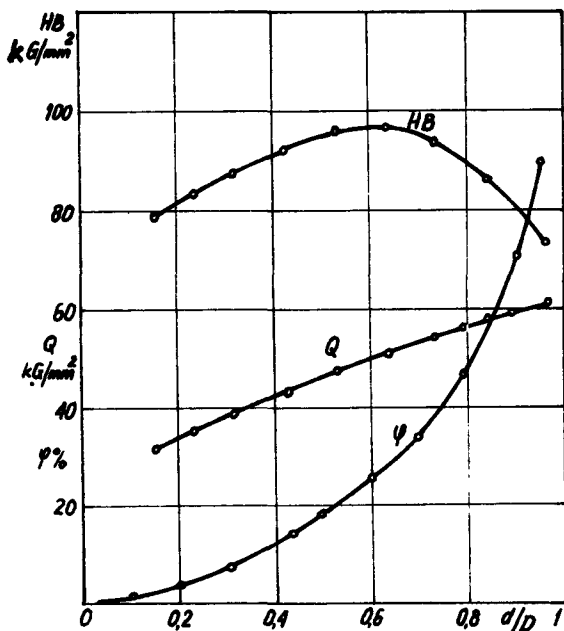
Tablica 2.3.

Wartości współczynnika przeliczeniowego dla różnych metali

L.p.	Materiał	$r = \frac{R_m}{HB}$	d/D
1.	Żeliwo	0,15	0,4
2.	Lane stopy aluminium	0,25	0,45
3.	Stale wysokowytrzymałe	0,33	0,33
4.	Stale niskowęglowe	0,36	0,45
5.	Plastyczne stopy aluminium	0,38	0,4
6.	Stale austenityczne i mosiądze	0,45	0,4

Rozpatrując dotychczasowe wyniki badań należy przede wszystkim zwrócić uwagę na dużą rozbieżność wartości współczynnika przeliczeniowego r podanych przez różnych autorów dla tych samych materiałów.

Wyniku takiego należało się spodziewać gdyż, jak to przedstawiono na rysunkach 2.11.–2.13., liczba twardości Brinella dla danego materiału zależy od wartości stosunku d/D przy czym w miarę wzrostu tego stosunku twardość rośnie a następnie maleje przechodząc przez maksimum.



Rys. 2.11. Twardość, średnia granica plastyczności oraz średnie odkształcenie dla stali St0 w zależności od wartości stosunku d/D [3, 5, 10, 12]

Współczynnik przeliczeniowy będący stosunkiem stałej wartości R_m do zmiennej wartości HB musi również ulegać zmianie ze wzrostem wartości stosunku d/D przechodząc do minimum. Zmianę tego współczynnika w zależności od wartości stosunku d/D dla niektórych materiałów przedstawiono na rysunku 2.14.

Opierając się na wyprowadzonych w poprzednim rozdziale zależnościach wyprowadzimy wiążącą wartość współczynnika przeliczeniowego z parametrami próby rozciągania i próby twardości.

Biorąc pod uwagę przyjęte równanie krzywej umocnienia

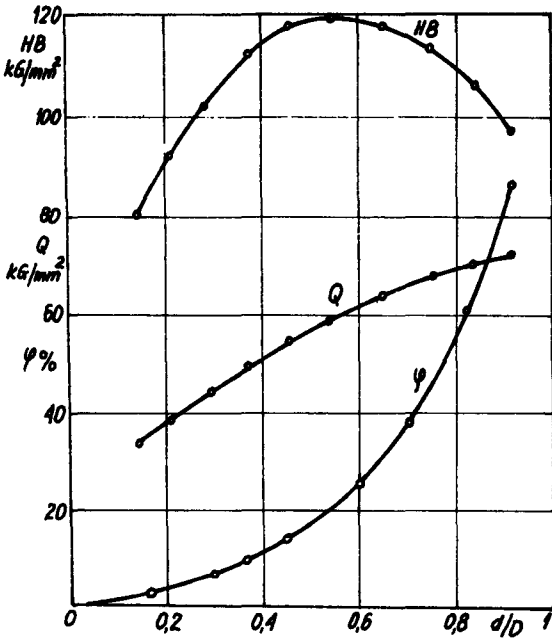
$$Q = c \varphi^m$$

możemy wytrzymałość na rozciąganie znaleźć w następujący sposób:

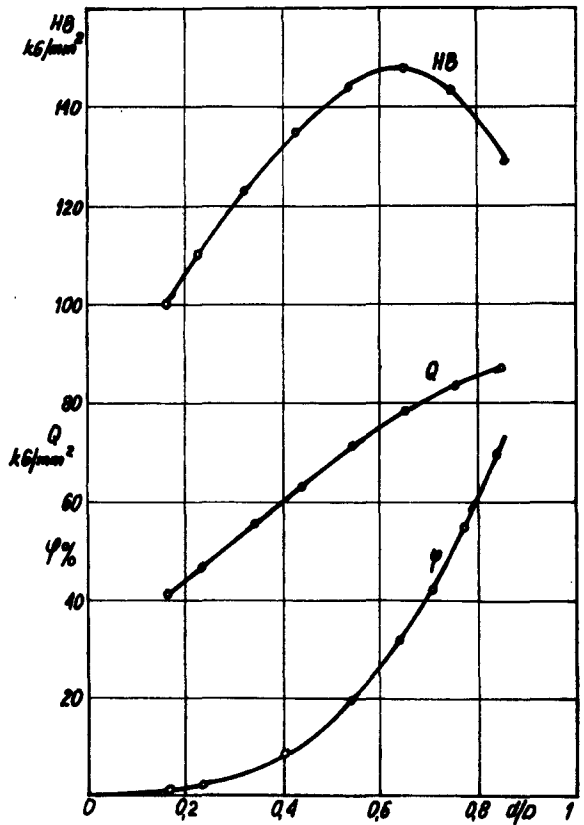
$$R_m = \frac{P_{\max}}{A_0}$$

Dla dowolnego stadium rozciągania wartość siły P wyrazi się:

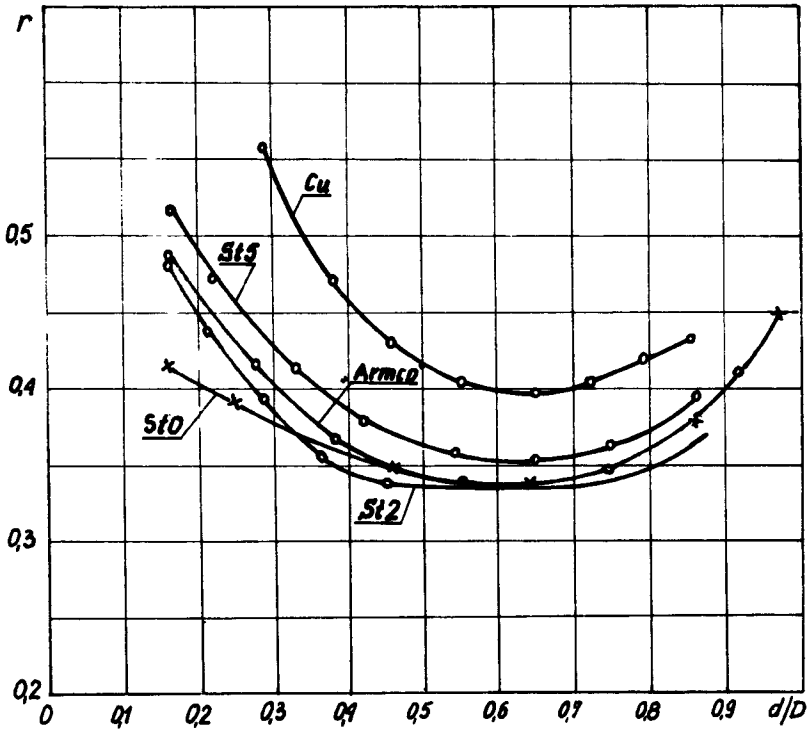
$$P = QF = c \varphi^m A \tag{2.12.}$$



Rys. 2.12. Twardość, średnia granica plastyczności oraz średnie odkształcenie dla stali St2 w zależności od wartości stosunku d/D [3, 5, 10, 12, 13]



Rys. 2.13. Twardość, średnia granica plastyczności oraz średnie odkształcenie dla stali St5 w zależności od wartości stosunku d/D [3, 5, 10, 12, 13]



Rys. 2.14. Wartości współczynnika przeliczeniowego dla różnych materiałów [4, 7, 9, 10, 11, 12]

wartość A znajdziemy z zależności

$$\varphi = \ln \frac{A_0}{A}$$

stąd zaś

$$A = A_0 e^{-\varphi} \tag{2.13.}$$

podstawiając tę wartość do wzoru (2.12.) dostaniemy:

$$P = c A_0 \varphi^m e^{-\varphi}$$

Przyrównując do zera wartość pochodnej

$$\frac{dP}{d\varphi} = 0$$

otrzymamy:

$$\varphi = m \tag{2.14.}$$

Wobec tego wartość siły P w chwili pojawienia się szyjki wyniesie:

$$P_{\max} = c A_0 m^m e^{-m}$$

oraz wytrzymałość na rozciąganie

$$R_m = \frac{P_{\max}}{A_0} = c m^m e^{-m}$$

Ponieważ w chwili osiągnięcia przy rozciąganiu maksymalnej wartości siły rozciągającej wydłużenie równomierne próbki wynosi a_r łatwo jest wykazać na podstawie zależności (2.14.), że zachodzi zależność

$$m = \ln(1 + a_r)$$

W ten sposób możemy związać wartość m występującą we wzorach z parametrem próby rozciągania.

Z rysunku 2.15. na którym naniesiono znalezione wartości średnich odkształceń dla różnych materiałów wynika, że układają się one w pasmie w kształcie paraboli, której przebieg można wyrazić przy pomocy równania:

$$\varphi_\gamma = a \left(\frac{d}{D} \right)^p = a \sin^p \gamma \quad (2.15.)$$

Dla określenia współczynników a i p naniesiono znalezione wartości odkształceń na wykresie we współrzędnych podwójnie logarytmicznych – rys. 2.16.

Z wykresu tego znajdujemy następujące wartości

$$a = 0,8$$

$$p = 2$$

Przybliżona wartość średniego odkształcenia dla różnych materiałów wyrazi się zatem zależnością

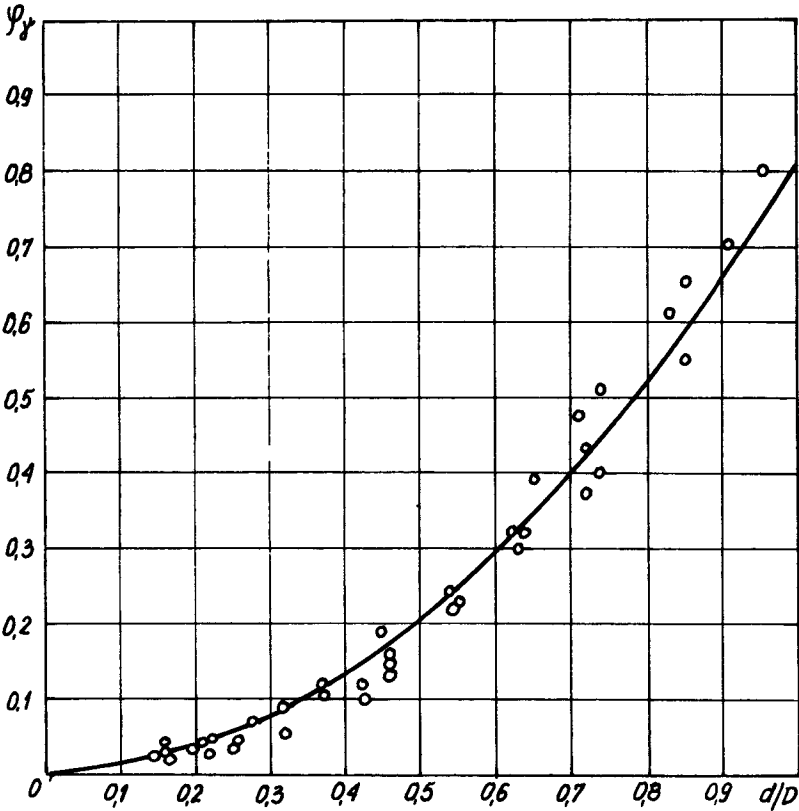
$$\varphi_\gamma = 0,8 \sin^2 \gamma \quad (2.16.)$$

Zgodnie z zależnością (2.7.) oraz (2.15.) możemy twardość Brinella wyrazić:

$$HB = QB = c \varphi_\gamma^m B$$

Wobec tego współczynnik przeliczeniowy przyjmie postać

$$r = \frac{R_m}{HB} = \frac{m^m e^{-m}}{\varphi_\gamma^m B} \quad (2.17.)$$



Rys. 2.15. Wartości φ_γ dla różnych wartości stosunku d/D [10, 11, 14]

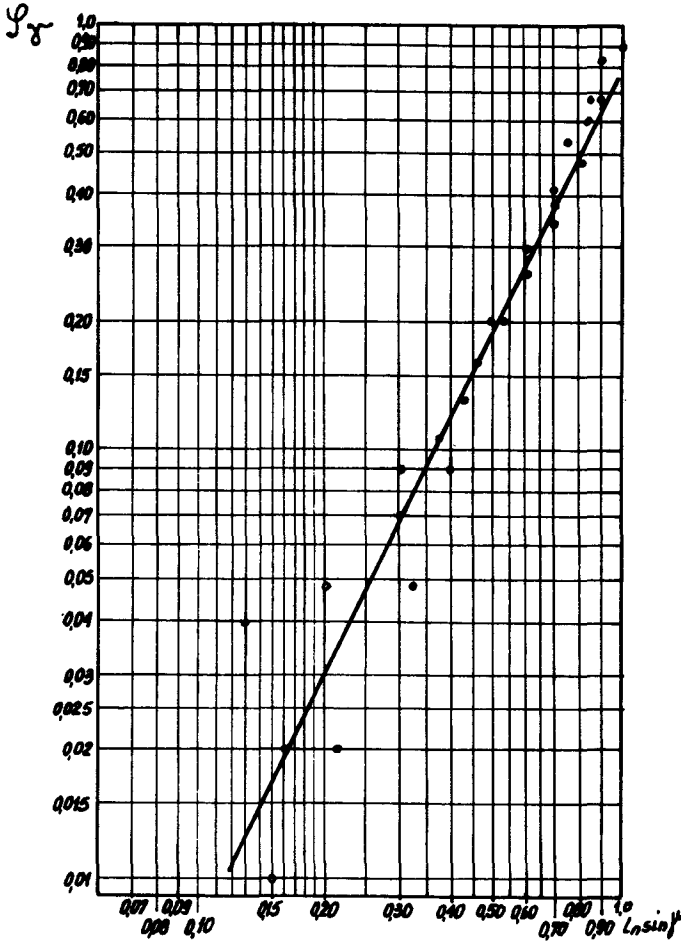
Z zależności (2.17.) wynika, że wartość współczynnika przeliczeniowego zależy od współczynnika potęgowego m oraz wartości stosunku d/D od którego zależy φ_γ oraz wartość B .

Równocześnie należy zwrócić uwagę, że współczynnik B zależy od wartości współczynnika tarcia. Jest to oczywiste gdyż wzrost współczynnika tarcia wywołuje wzrost liczby twardości a tym samym zmniejszenie się współczynnika przeliczeniowego r .

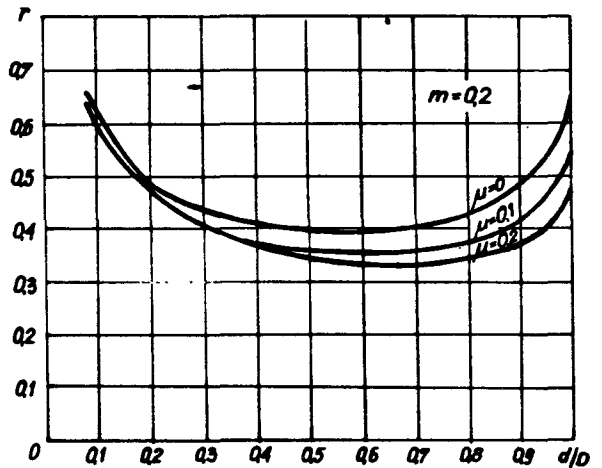
Dla wyjaśnienia wpływu wartości współczynnika potęgowego m oraz współczynnika tarcia μ na wartość współczynnika przeliczeniowego r dokonano obliczeń jego wartości dla różnych wartości m i μ . Wyniki tych obliczeń przedstawiono na rysunkach 2.17. i 2.18.

Z wykresów 2.17. i 2.18. sporządzonych dla różnych wartości m możemy stwierdzić znaczny wpływ zmiany współczynnika tarcia na wartość współczynnika przeliczeniowego, przy czym różnice te rosną ze wzrostem wartości stosunku d/D .

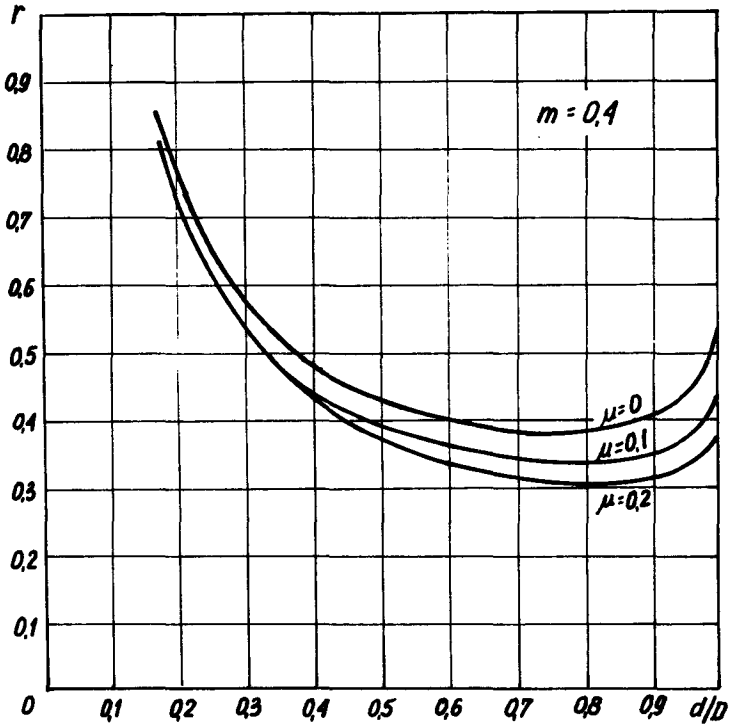
Na rysunkach 2.19.–2.21. przedstawiono wpływ rodzaju materiału, charakteryzowanego wartością współczynnika m , przy stałej wartości współczynnika tarcia na wartość



Rys. 2.16. Zależność odkształcenia od wartości stosunku d/D [3,8]



Rys. 2.17. Zależność współczynnika przeliczeniowego r od wartości współczynnika tarcia i stosunku d/D dla wartości $m = 0,2$ [4, 9, 10, 11, 12]



Rys. 2.18. Zależność współczynnika przeliczeniowego r od wartości współczynnika tarcia i stosunku d/D dla wartości $m = 0,4$ [4, 9, 10, 11, 12]

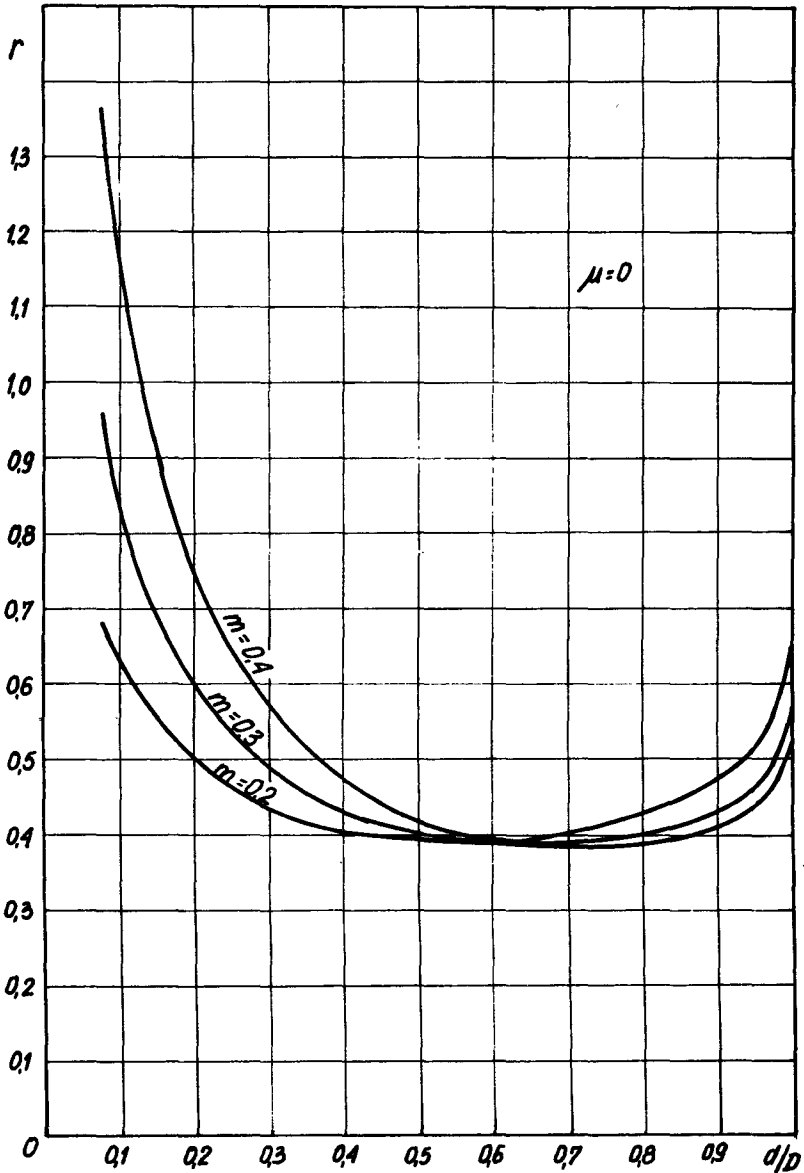
współczynnika przeliczeniowego. Z wykresów tych wynika bardzo interesujący fakt, że krzywe odpowiadające różnym wartościom m dają zbliżone wartości współczynnika przeliczeniowego r dla wartości stosunku d/D zawartego w granicach 0,55–0,65. Należy również zwrócić uwagę, że zakres ten nie ulega zmianie przy różnych wartościach współczynnika tarcia μ . Jedyne wartości współczynnika przeliczeniowego r ulegają zmianie.

Na rysunku 2.22.a. wyrysowano krzywe odpowiadające skrajnym wartościom $m = 0,2$ i $m = 0,4$ dla $\mu = 0$ i $0,2$ oraz dla współczynników tarcia najczęściej spotykanych w praktyce zawartych w granicach $\mu = 0,1–0,2$ – rys. 2.22.b.

Analizując przebieg krzywych na tych wykresach należy stwierdzić, że w podanym zakresie wartości d/D znacznie większy wpływ na wartość współczynnika przeliczeniowego mają zmiany wartości współczynnika tarcia niż rodzaj badanego materiału, charakteryzowany wartością m .

Zmienność współczynnika przeliczeniowego r zachodząca przy zmiennej wartości d/D i zmiennym tarcu tłumaczy fakt dużej rozbieżności między wartościami tego współczynnika, podawanymi przez różnych autorów.

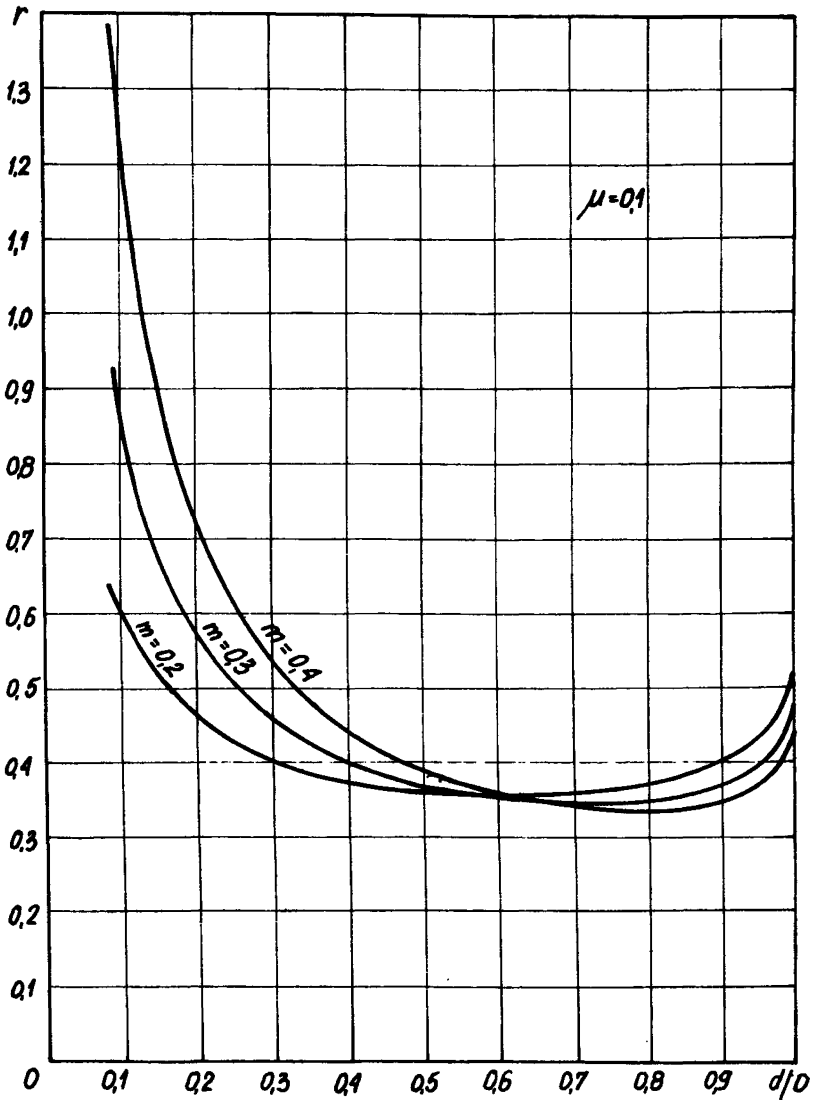
Z przeprowadzonych rozważań wynika, że dla uzyskania minimalnych rozbieżności przy określaniu wytrzymałości na rozciąganie na podstawie pomiarów twardości należy



Rys. 2.19. Zależność współczynnika przeliczeniowego r od wartości stosunku d/D dla różnych wartości współczynnika m i współczynnika tarcia $\mu = 0$ [4, 9, 10, 11, 12]

obciążenia dobierać w ten sposób, by otrzymać wartość stosunku d/D zawartą w podanych granicach.

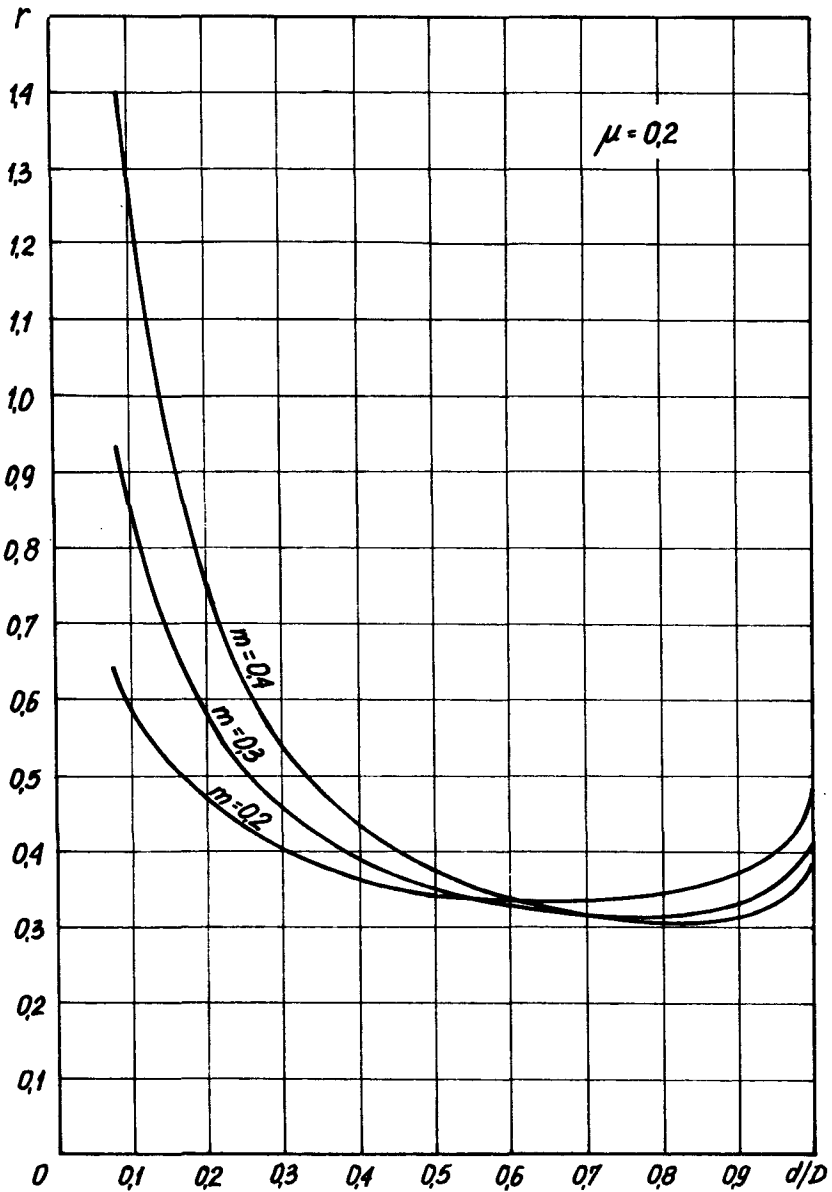
Drugim czynnikiem warunkującym uzyskanie porównywalnych wyników jest utrzymanie możliwie stałej wartości współczynnika tarcia.



Rys. 2.20. Zależność współczynnika przeliczeniowego r od wartości stosunku d/D dla różnych wartości współczynnika m i współczynnika $\mu = 0,1$ [4, 9, 10, 11, 12]

Dla spełnienia tego warunku możemy zastosować dwie metody: pierwsza z nich polega na uzyskaniu możliwie niskiej wartości współczynnika tarcia przez zastosowanie wielokrotnego smarowania w procesie wgniatania kulki. Można ocenić, że wartość współczynnika tarcia występującego w takich warunkach wyniesie około 0,05.

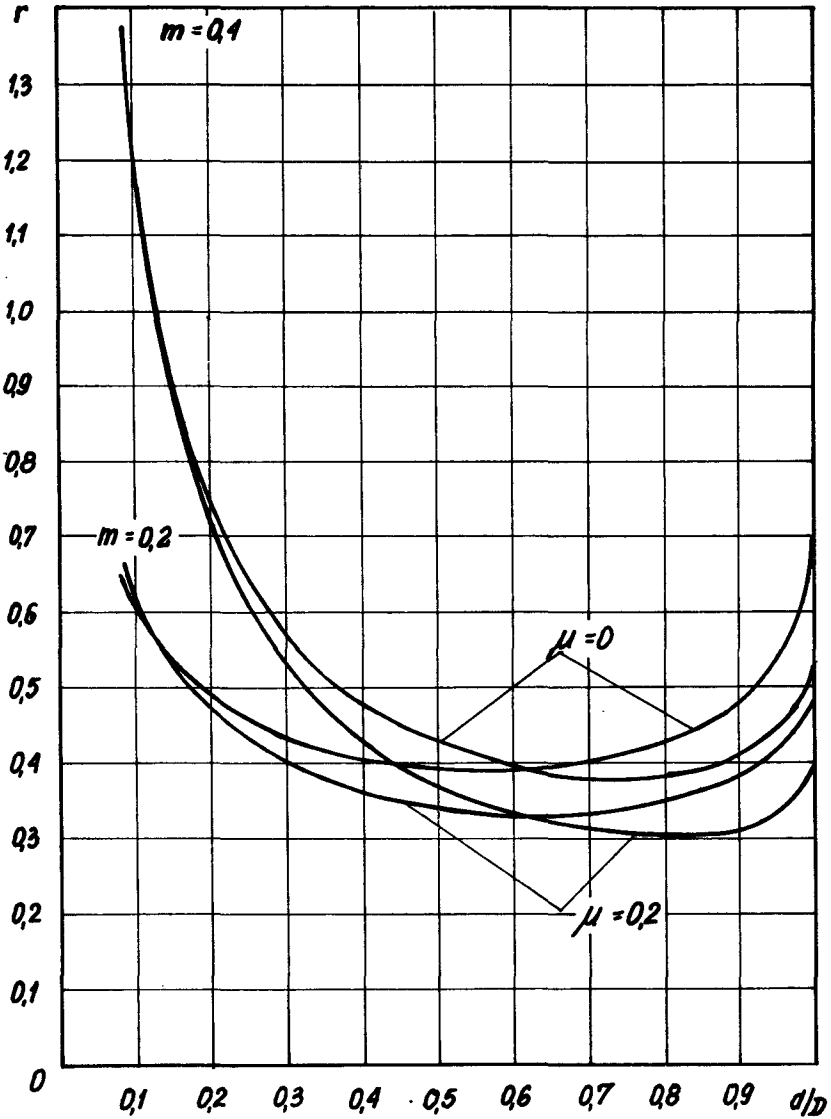
Dруга metoda pozwalająca uzyskać również minimalną rozbieżność wyników po-



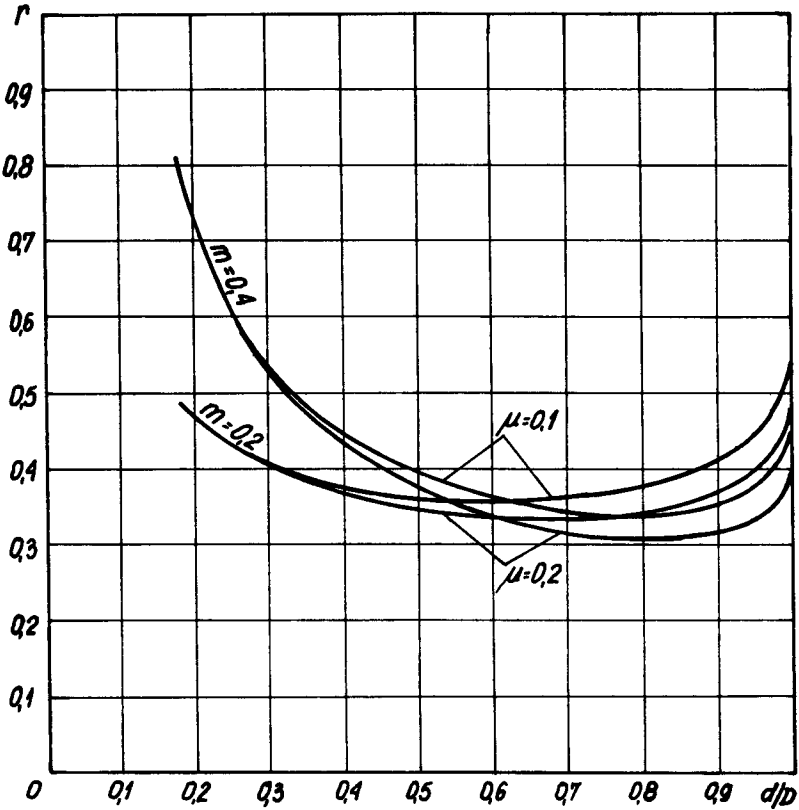
Rys. 2.21. Zależność współczynnika przeliczeniowego r od wartości stosunku d/D dla różnych wartości m przy stałym współczynniku tarcia $\mu = 0,2$ [4, 9, 10, 11, 12]

lega na stworzeniu warunków dla powstania możliwie dużego tarcia, co można uzyskać przez staranne odtłuszczenie kulki i badanego materiału. Jak będzie wykazane w roz-

działe 2.4. wzrost współczynnika tarcia ponad wartość $\mu = 0,2$ w zakresie wartości stosunku $d/D = 0,55 - 0,65$ nie ma praktycznie znaczenia.



Rys. 2.22. Wpływ wartości współczynnika m oraz tarcia na wartość współczynnika przeliczeniowego r dla różnych wartości stosunku d/D ; a - dla $\mu = 0$ i $0,2$ [4, 6, 9, 10, 11, 12]



Rys. 2.22. Wpływ wartości współczynnika m oraz tarcia na wartość współczynnika przeliczeniowego r dla różnych wartości stosunku d/D ; b – dla $\mu = 0,1$ i $0,2$ [4, 6, 9, 10, 11, 12]

2.4. Badanie wpływu tarcia na wyniki pomiarów twardości Brinella i Meyera

Podczas wgniatania wgłębnika w materiał przy pomiarze twardości występuje płynięcie materiału wzdłuż jego powierzchni. Siła nacisku wywierana na wgłębnik musi zatem pokonać nie tylko opory płynięcia materiału, lecz również siły tarcia występujące na powierzchni wgłębnika.

Powstaje więc istotne pytanie w jakim stopniu zmiany tego tarcia, wywołane warunkami towarzyszącymi pomiarom twardości mogą wpłynąć na ich wynik.

Celem poniższych rozważań jest zbadanie ilościowego wpływu wartości współczynnika tarcia dla różnych wartości stosunku d/D przy bardziej ogólnym założeniu uwzględniającym proporcjonalność siły tarcia do nacisku istniejącego w danym punkcie czaszy kulistej.

W rozdziale 2.2. wykazano, że w przypadku braku tarcia, naprężenie normalne w punkcie A – rys. 2.6. jest równe:

$$\sigma_{n_A} = 2k \left(1 + \frac{\pi}{2} - \gamma \right)$$

W przypadku istnienia tarcia wystąpi w punkcie A, oprócz składowej normalnej, również składowa styczna – rys. 2.23., której wartość wyniesie:

$$\tau_A = \mu \sigma_{n_A} \quad (2.18.)$$

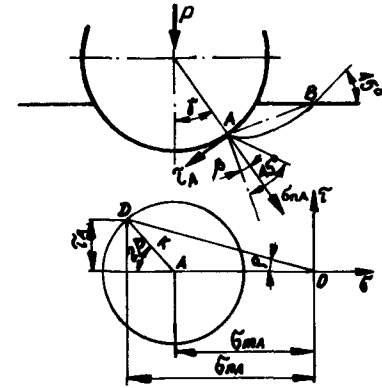
Osie główne naprężeń w punkcie A ulegają obrotowi o pewien kąt β a razem z nimi obraca się również o ten sam kąt styczna do linii poślizgowej.

Stan naprężenia w punkcie A w obecności tarcia przedstawia rys. 2.23. Prosta OD na tym rysunku została poprowadzona pod kątem ρ dla którego

$$\operatorname{tg} \rho = \mu \quad (2.19.)$$

gdzie μ jest współczynnikiem tarcia.

Wartość kąta β o który obróciły się osie główne w punkcie A możemy w pierwszym przybliżeniu obliczyć z zależności



Rys. 2.23. Naprężenia na powierzchni czaszy kulistej w obecności tarcia [6, 10, 11, 12]

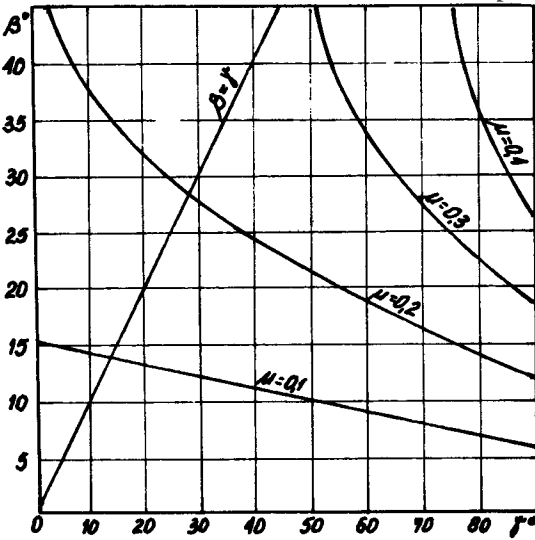
$$\sin 2\beta = \frac{\tau}{k} = 2\mu \left(1 + \frac{\pi}{2} - \gamma \right) \quad (2.20.)$$

Na rysunku 2.24. przedstawiono wartości kąta β w zależności od kąta γ oraz wartości współczynnika tarcia μ . Z rysunku tego widać, że już przy wartości współczynnika tarcia $\mu = 0,2$ zostaje osiągnięta w pobliżu osi kulki graniczna wartość kąta $\beta = 45^\circ$.

W wyniku obrotu osi głównych kąt α o który obraca się styczna do linii poślizgowej przy przejściu z punktu A do punktu B zwiększa się o wartość kąta β

Kąt ten wyniesie obecnie:

$$\alpha = \frac{\pi}{2} - \gamma + \beta \quad (2.21.)$$



Rys. 2.24. Zależność kąta β od kąta γ dla różnych wartości współczynnika tarcia μ [6, 10, 11, 12]

Skorygowana wartość σ_{mA} będzie

$$\sigma_{mA} = -k - 2k \left(\frac{\pi}{2} - \gamma + \beta \right)$$

a wartość naprężenia normalnego wyniesie

$$\begin{aligned} \sigma_{nA} &= -k - 2k \left(\frac{\pi}{2} - \gamma + \beta \right) - k \cos 2\beta \\ &= -2k \left(1 + \frac{\pi}{2} - \gamma + \beta - \sin^2 \beta \right) \end{aligned} \quad (2.22.)$$

i odpowiednia wartość naprężenia stycznego

$$\tau = \mu \sigma_{nA} = -2k \mu \left(1 + \frac{\pi}{2} - \gamma + \beta - \sin^2 \beta \right) \quad (2.23.)$$

Wobec tego, że skorygowaną wartość naprężenia stycznego uległa zmianie, musi ulec również zmianie wartość kąta β . Łatwo jednak wykazać, że wprowadzenie następnej skorygowanej wartości β daje minimalne różnice i dlatego możemy zadowolić się wartością kąta β uzyskaną z pierwszego przybliżenia.

Dla określenia wartości błędu powstałego wskutek tego uproszczenia oznaczmy nową skorygowaną wartość kąta β przez β_1 . Otrzymamy wówczas

$$\sin 2 \beta_1 = \frac{\tau}{k} = 2 \mu \left(1 + \frac{\pi}{2} - \gamma + \beta - \sin^2 \beta \right)$$

Przyjmując w tym wzorze $\gamma = 0$, przy której to wartości kąt β posiada wartość maksymalną oraz wartość współczynnika tarcia $\mu = 0,1$, dostaniemy

$$\sin 2 \beta = 2 \mu \left(1 + \frac{\pi}{2} - \gamma \right) = 0,5142$$

stąd zaś

$$\beta = 0,2705$$

oraz

$$1 + \frac{\pi}{2} - \gamma + \beta - \sin^2 \beta = 2,7700$$

wobec tego

$$\sin 2 \beta_1 = 2 \mu (1 + \frac{\pi}{2} - \gamma + \beta - \sin^2 \beta) = 0,5540$$

skorygowana wartość β_1 wyniesie

$$\beta_1 = 0,29357$$

oraz

$$1 + \frac{\pi}{2} - \gamma + \beta_1 - \sin^2 \beta_1 = 2,7806$$

Błąd powstały w wyniku zmiany kąta β wyniesie

$$s = \left(\frac{1 + \frac{\pi}{2} - \gamma + \beta_1 - \sin^2 \beta_1}{1 + \frac{\pi}{2} - \gamma + \beta - \sin^2 \beta} - 1 \right) 100\% = 0,38\%$$

Jak z powyższego obliczenia wynika wystarczającą dokładność uzyskujemy postępując się pierwszym przybliżeniem wartości kąta β

Biorąc pod uwagę wartość τ obliczoną ze wzoru (2.23.) znajdziemy składową normalną działającą na element powierzchni kulki dA

$$\begin{aligned} dP_k &= -\sigma_{nA} dA \cos \gamma - \tau dA \sin \gamma = \\ &= -\sigma_{nA} dA \cos \gamma - \mu \sigma_{nA} \sin \gamma = -\sigma_{nA} dA (\cos \gamma + \mu \sin \gamma) \end{aligned}$$

$$dP_k = 2k \left(1 + \frac{\pi}{2} - \gamma + \beta - \sin^2 \beta \right) \pi D \sin \gamma \frac{D}{2} d\gamma (\cos \gamma + \mu \sin \gamma)$$

Podstawiając do powyższego wyrażenia $2k = Q$ otrzymamy:

$$dP_k = Q \frac{\pi D^2}{2} \left(1 + \frac{\pi}{2} - \gamma + \beta - \sin^2 \beta \right) \sin \gamma (\cos \gamma + \mu \sin \gamma) d\gamma \quad (2.24.)$$

oznaczając

$$\beta - \sin^2 \beta = C_1 \quad (2.25.)$$

oraz

oraz

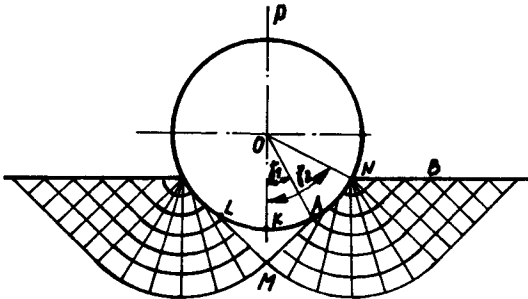
$$\cos \gamma + \mu \sin \gamma = C_2 \quad (2.26.)$$

otrzymamy

$$dP_k = \frac{\pi D^2}{2} QC_2 \left(1 + \frac{\pi}{2} - \gamma + C_1\right) \sin \gamma d\gamma \quad (2.27.)$$

Wartości siły P_k działającej na powierzchnię kulki odpowiadającej łukowi AN nie można bezpośrednio otrzymać przez całkowanie zależności (2.27.), gdyż występuje w niej składnik C_1 , który jest funkcją kąta β wyrażającego się

$$\beta = \frac{1}{2} \arcsin 2\mu \left(1 + \frac{\pi}{2} - \gamma\right)$$



Rys. 2.25. Przebieg linii poślizgowych przy wgniataniu kulki [3, 4, 7]

Dla obliczenia wartości siły potrzebnej do wgniatania kulki rozpatrzmy rozkład naprężeń istniejących pod kulką na podstawie siatki linii poślizgowych przedstawionych na rysunku 2.25. dla wartości współczynnika tarcia $\mu = 0,2$.

Z przebiegu linii poślizgowych przedstawionych na tym rysunku wynika, że obszar AKLM położony pod kulką przedstawia sobą stożek, posiadający jako podstawę wycinek czaszy kulistej, poruszający się razem z kulką jako jedno ciało sztywne.

Wierzchołek tego stożka M wyznaczają linie poślizgowe AM i LM wychodzące z powierzchni kulki i przecinające oś OM pod kątem 45° .

Nacisk potrzebny do wgniatania kulki musi pokonać zatem wartości sił normalnych i stycznych działających na powierzchnię boczną stożka oraz pozostałą część powierzchni czaszy kulistej.

Dla każdego punktu położonego na powierzchni bocznej stożka zarówno naprężenie normalne jak i styczne posiadają stałą wartość, przy czym

$$\sigma_{n_A} = \sigma_{m_A} = -k - 2k \frac{\pi}{2} = -k(1 + \pi) \quad (2.28.)$$

natomiast naprężenia styczne osiągają wartość graniczną

$$\tau = k \quad (2.29.)$$

Znając naprężenia normalne i styczne działające na powierzchnię boczną stożka można obliczyć wartość siły potrzebnej do wgniatania stożka w materiał.

Należy jednocześnie zwrócić uwagę, że naprężenia główne dla punktów położonych na powierzchni bocznej rozpatrywanego stożka tworzą kąt 45° z kierunkiem tworzącej stożka, przy czym jedno skierowane jest zgodnie z kierunkiem działania siły. Wartość tego naprężenia wynosi

$$\sigma_y = -k - k(1 + \pi) = -k(2 + \pi) \quad (2.30.)$$

Wartość siły wgniatającej stożek P_{st} znajdziemy łatwo biorąc pod uwagę fakt, że naprężenia wyrażone zależnością (2.30.) działają na powierzchnię koła o średnicy AL równą $D \sin \gamma_1$

$$\begin{aligned} P_{st} &= \frac{\pi D^2}{4} \sin^2 \gamma_1 \sigma_y = k(2 + \pi) \frac{\pi D^2}{4} \sin^2 \gamma_1 = \\ &= Q(2 + \pi) \frac{\pi D^2}{8} \sin^2 \gamma_1 = D^2 QW \sin^2 \gamma_1 \end{aligned} \quad (2.31.)$$

gdzie:

$$W = (2 + \pi) \frac{\pi}{8} = 2,02 \quad (2.32.)$$

natomiast γ_1 jest połową kąta środkowego czaszy na której opiera się wgniatany stożek.

Wartość kąta γ_1 odpowiadającą punktowi A znajdziemy z zależności

$$a = \frac{\pi}{2} - \gamma_1 + \beta = \frac{\pi}{2}$$

stąd zaś

$$\gamma_1 = \beta$$

Wartość tę najlepiej określić z wykresu (rys. 2.24.) prowadząc na nim prostą $\beta = \gamma$ i znajdując punkty przecięcia z odpowiednimi krzywymi.

Przy wgniataniu kulki powyżej punktu A należy brać pod uwagę działanie na powierzchnię kulki naprężeń normalnych i stycznych przedstawionych przy pomocy zależności (2.22.) i (2.23.).

Wartość siły działającej na powierzchnię kulki P_k obliczymy przeprowadzając całkowanie metodą różnic skończonych.

Na rysunku 2.26. przedstawiono wykres zależności

$$y_k = \frac{1}{D^2 Q} \frac{dP_k}{d\gamma} = \frac{dK}{d\gamma} = \frac{\pi}{2} \left(1 + \frac{\pi}{2} - \gamma + C_1\right) C_2 \sin \gamma \quad (2.33.)$$

w funkcji kąta γ dla różnych wartości współczynników tarcia μ i dla wartości γ zawartych między γ_1 i γ_2 , a na rysunku 2.27. podano wykres wartości współczynnika obciążenia:

$$K_{\mu} = \frac{P_k}{D^2 Q} = \sum \gamma \Delta \gamma \quad (2.34.)$$

Strzałki zaznaczone na rysunkach 2.26. i 2.27. wskazują miejsca w których krzywe odpowiadające różnym wartościom współczynnika tarcia μ przecinają krzywą odpowiadającą stożkowi.

W przypadku gdy współczynnik tarcia $\mu = 0$ otrzymamy

$$\begin{aligned} \beta &= 0 \\ C_1 &= 0 \\ C_2 &= \cos \gamma \end{aligned}$$

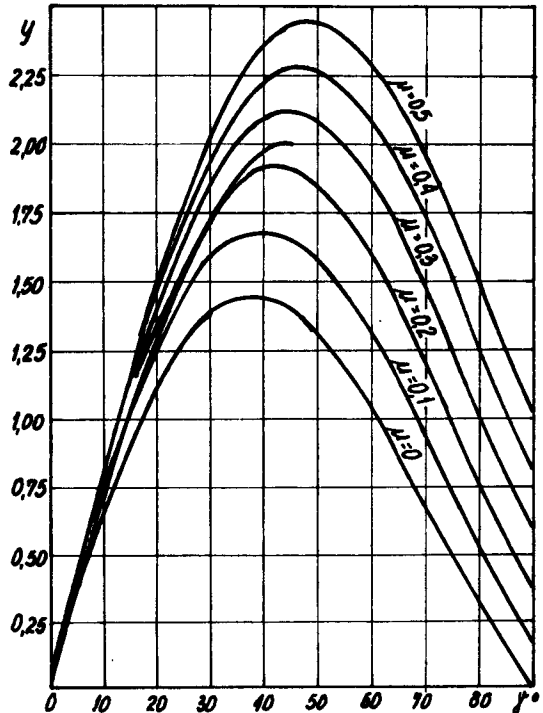
a wartość siły P wyrazi się

$$\begin{aligned} P &= D^2 \frac{Q}{2} \int \left(1 + \frac{\pi}{2} - \gamma \right) \sin \gamma \cos \gamma d \gamma = \\ &= QD^2 \frac{\pi}{4} \left[\left(1 + \frac{\pi}{2} - \gamma \right) \sin^2 \gamma + \frac{2 \gamma - \sin 2 \gamma}{4} \right] \end{aligned}$$

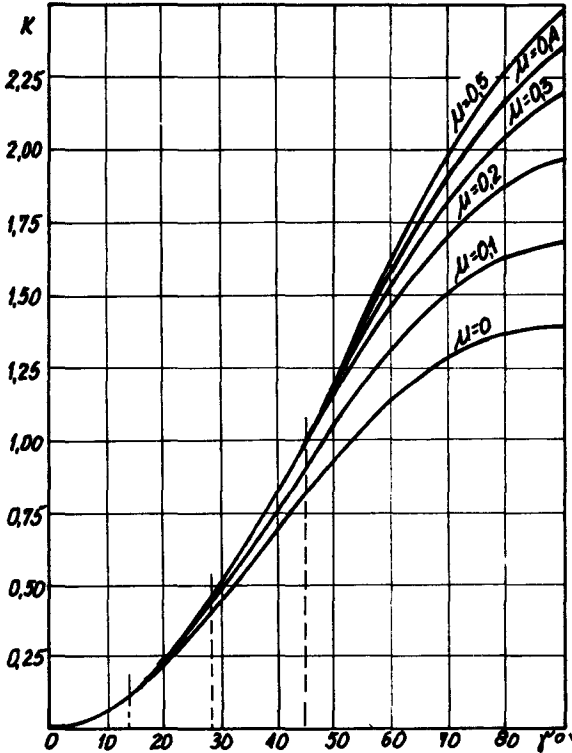
całkowita wartość siły wgniatającej kulkę będzie zatem wynosiła

$$P = P_{st} + P_k = D^2 Q \left(W \sin^2 \gamma_1 + \sum_{\gamma=\gamma_1}^{\gamma=\gamma_2} \gamma \Delta \gamma \right) \quad (2.35.)$$

Biorąc pod uwagę, że powierzchnia czaszy kulistej wyraża się



Rys. 2.26. Zależność funkcji y od wartości kąta γ^0 i współczynnika tarcia μ [6, 10, 11, 12]



Rys. 2.27. Zależność wartości współczynnika K od wartości kąta γ i współczynnika tarcia μ [6, 10, 11, 12]

$$A_{\text{czaszy}} = \frac{\pi D^2}{2} (1 - \cos \gamma)$$

możemy obliczyć twardość Bri-nella z zależności

$$\begin{aligned} HB &= \frac{P}{A_{\text{czaszy}}} = \\ &= \frac{D^2 Q W \sin^2 \gamma_1 + D^2 Q \sum \gamma \Delta \gamma}{\frac{\pi D^2}{2} (1 - \cos \gamma)} \end{aligned} \quad (2.36.)$$

Zależność (2.36.) możemy również wyrazić w postaci

$$\begin{aligned} HB &= 2Q \frac{\frac{\pi}{8} (2 + \pi) \sin^2 \gamma_1 + \sum \gamma \Delta \gamma}{\pi (1 - \cos \gamma)} \\ &+ \frac{\sum \gamma \Delta \gamma}{\pi (1 - \cos \gamma)} \end{aligned}$$

lub

$$HB = Q \frac{2 \left[\frac{\pi}{8} (2 + \pi) \sin^2 \gamma_1 + \sum \gamma \Delta \gamma \right]}{\pi (1 - \cos \gamma)} = Q \quad (2.37.)$$

gdzie:

$$B_{\mu} = \frac{2 \left[\frac{\pi}{8} (2 + \pi) \sin^2 \gamma_1 + \sum \gamma \Delta \gamma \right]}{\pi (1 - \cos \gamma)} \quad (2.38.)$$

jest analogicznym jak poprzednio współczynnikiem proporcjonalności między twardością i granicą plastyczności dla określonej wartości stosunku d/D zależnym od wartości współczynnika tarcia μ .

Wyliczone wartości współczynnika B_{μ} dla różnych wartości współczynnika tarcia

oraz wartości stosunku d/D przedstawiono wykreślnie na rysunku 2.28. Z rysunku tego widać, że tarcie wywołuje wzrost współczynnika B_μ wskutek czego mierzona twardość pozornie wzrasta.

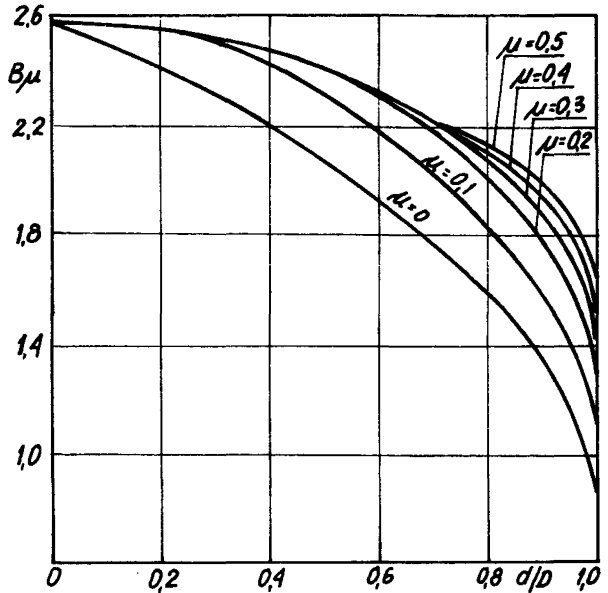
Błąd pomiaru wywołany zawyżeniem twardości na skutek występującego tarcia możemy ująć przy pomocy zależności

$$s = \frac{B_\mu - B}{B} \cdot 100\% \quad (2.39.)$$

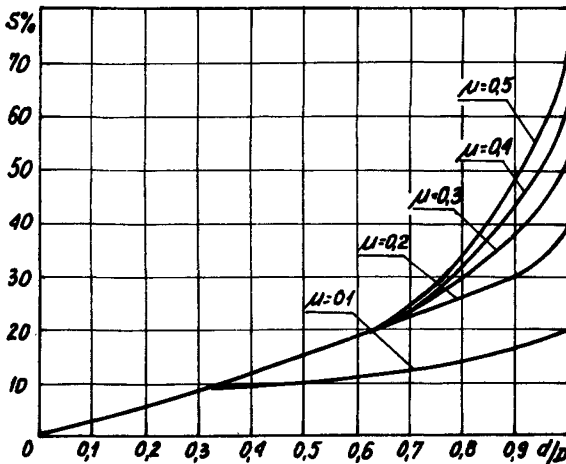
przy czym wartości B_μ i B są wzięte dla tej samej wartości kąta γ .

Na rysunku 2.29.

przedstawiono wartości błęd s w zależności od wartości współczynnika tarcia oraz wartości stosunku d/D .



Rys. 2.28. Zależność wartości współczynnika B_μ od wartości stosunku d/D i współczynnika tarcia μ [6, 10, 11, 12]



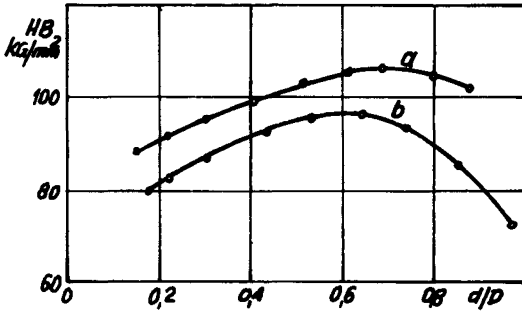
Rys. 2.29. Błąd pomiaru twardości dla różnych wartości współczynnika tarcia μ [6, 10, 11, 12]

Z rysunku tego wynika, że dla odcisków w granicach stosunku d/D od 0,2–0,7 zawyżenie twardości wywołane działaniem tarcia przy niskiej wartości współczynnika tarcia $\mu = 0,1$ wynosi ok. 10%. Przy wzrastającej wartości współczynnika tarcia procentowe zawyżenie twardości wzrasta bardziej przy wyższych wartościach stosunku d/D i np. dla wartości $\mu = 0,2$ zmienia się w granicach 14–25%. Dalszy wzrost współczynnika tarcia wywołuje nieznaczny wzrost twardości.

Dla doświadczalnego zbadania wpływu tarcia na wyniki po-

miarów twardości należy badania twardości przeprowadzić w ten sposób by uzyskać możliwie niskie i wysokie wartości współczynnika tarcia.

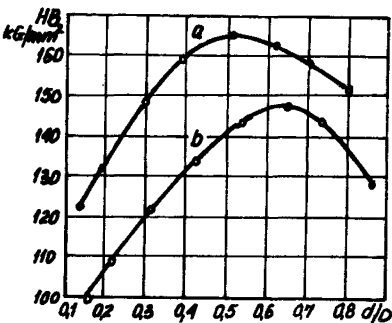
Dla uzyskania możliwie niskiego współczynnika tarcia należy próbki bonderyzować a następnie smarować smarem aktywnym. Dla dalszego zmniejszenia tarcia należy kilkakrotnie przerywać proces wgniatania kulki dla ponownego smarowania.



Rys. 2.30. Wyniki pomiarów twardości stali St3 przy wysokim (a) i niskim (b) współczynniku tarcia μ [6, 10, 11, 12]

i przy niskich wartościach stosunku d/D.

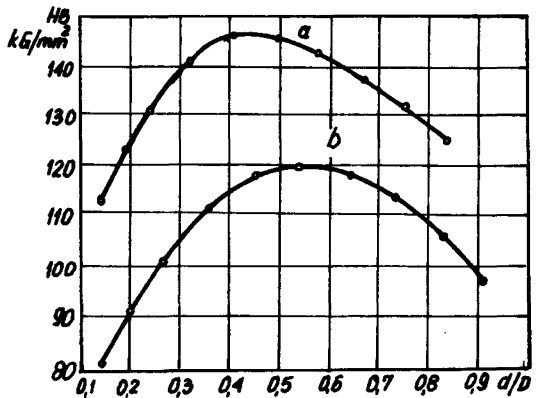
W przypadku wykonywania precyzyjnych pomiarów twardości np. przy badaniu różnych czynników wpływających na tę twardość należy zwrócić specjalną uwagę na zachowanie warunków zapewniających niezmienną wartość współczynnika tarcia μ .



Rys. 2.32. Wyniki pomiarów twardości stali St5 przy wysokim (a) i niskim (b) współczynniku tarcia μ [6, 10, 11, 12]

Dla uzyskania możliwie dużego tarcia należy starannie odtłuścić próbki i kulki.

Wyniki pomiarów twardości dla wybranych materiałów przedstawiono na rysunkach 2.30., 2.31. i 2.32. Na wszystkich wykresach zaznaczył się wyraźnie wpływ różnej wartości współczynnika tarcia. Przeprowadzone badania wykazały duży wpływ tarcia zaznaczający się wyraźnie zarówno przy małych wartościach współczynnika tarcia jak



Rys. 2.31. Wyniki pomiarów twardości stali St2 przy wysokim (a) i niskim (b) współczynniku tarcia μ [6, 10, 11, 12]

Z punktu widzenia porównywalności wyników pomiarów należałoby próbę twardości przeprowadzać przy odtłuszczonej węglanicy i materiale.

Wysoka i stała wartość współczynnika tarcia uzyskana w tych warunkach zapewnia najmniejszy błąd pomiaru.

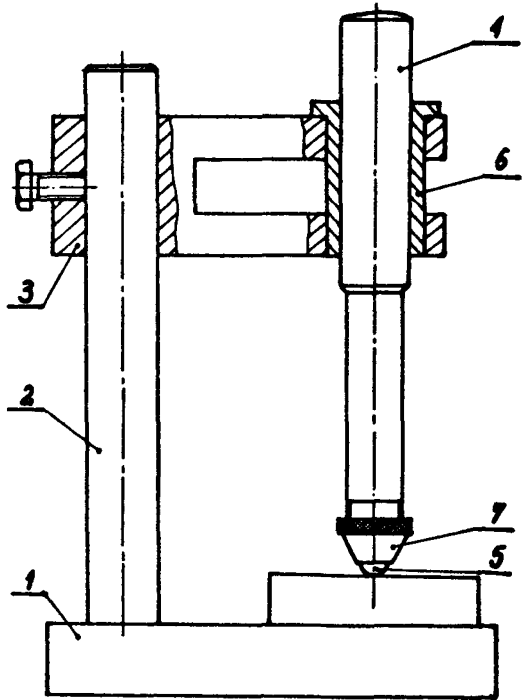
2.5. Przebieg ćwiczenia

2.5.1. Metodyka przeprowadzania pomiarów twardości

Pomiary twardości należy przeprowadzać przy użyciu przyrządu przedstawionego na rysunku 2.33. Przyrząd ten składa się z podstawy 1, kolumny 2, uchwyty przesuwnej 3 oraz stempla 4, na którym mocuje się kulkę 5, przy pomocy której dokonuje się pomiarów. Stempel prowadzony jest dokładnie w tulei 6. Przyrząd należy umieścić na maszynie wytrzymałościowej przy pomocy której wywiera się żądany nacisk na kulkę.

Dla zmniejszenia do minimum tarcia występującego między kulką i próbką wgniatanie kulki należy przeprowadzać w kilku etapach przy wzrastającym obciążeniu. Po każdym etapie zarówno kulkę jak i próbkę należy smarować olejem chloroparafinowym. W przypadku próbek stalowych należy stosować fosforanowanie próbek.

Pomiary twardości należy przeprowadzić w możliwie szerokim zakresie wartości d/D . Twardość należy obliczać ze wzoru



Rys. 2.33. Oprzyrządowanie do przeprowadzania pomiarów twardości [3–14] ; a – przyrząd do wykonywania pomiarów twardości: 1 – podstawa, 2 – kolumna, 3 – uchwyt przesuwny, 4 – stempel, 5 – kulka, 6 – tuleja, 7 – oprawka kulki

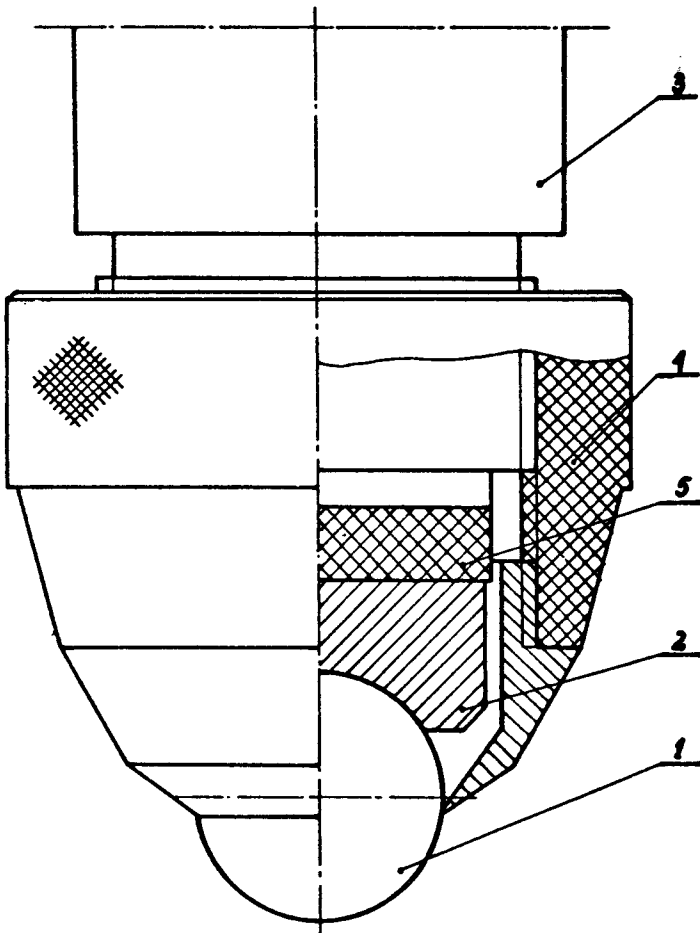
$$HB = \frac{P}{D^2} \cdot \frac{2}{\pi (1 - \cos \gamma)} = \frac{P}{D^2} C$$

gdzie

$$C = \frac{2}{\pi (1 - \cos \gamma)}$$

Wartości C dla zakresu $d/D < 0,2$ i $d/D > 0,7$ zestawiono w zakresie $d/D = 0,05-1,0$ w tablicy 2.4.

Wyliczoną twardość zestawić w postaci wykresów $HB = f(d/D)$



Rys. 2.33. Oprzyrządowanie do przeprowadzania pomiarów twardości 3–14 ; b – sposób zamocowania kulki w oprawce 7 (z rys. 2.33.a) dla pomiarów twardości w temperaturze otoczenia i podwyższonej: 1 – kulka, 2 – gniazdo, 3 – stempel, 4 – nakrętka metalowa lub ceramiczna, 5 – podkładka metalowa lub ceramiczna

Tablica 2.4.

Wartości współczynnika C

d/D	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0,05	509	490	470	453	436	422	405	391	378	366
0,06	354	342	332	321	310	301	292	283	275	267
0,08	259	252	245	239	232	226	220	214	209	204

d/D	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0,08	199	194	189	184	181	176	172	168	164	160
0,09	157	153	150	147	144	141	138	135	132	130
0,10	127	124	122	120	117	115	113	111	109	107
0,11	105	103	101	99,4	97,6	96,0	94,3	92,7	91,1	89,6
0,12	88,1	86,6	85,2	83,8	82,5	81,2	79,9	78,6	77,4	76,2
0,13	75,0	73,9	72,7	71,6	70,6	69,5	68,5	67,5	66,5	65,6
0,14	64,6	63,7	62,8	61,9	61,1	60,2	59,4	58,6	57,8	57,0
0,15	56,3	55,5	54,8	54,1	53,4	52,7	52,0	51,3	50,7	50,0
0,16	49,4	48,8	48,2	47,6	47,0	46,4	45,9	45,3	44,8	44,3
0,17	43,7	43,2	42,7	42,2	41,7	41,2	40,8	40,3	39,9	39,4
0,18	39,0	38,5	38,1	37,7	37,3	36,9	36,5	36,1	35,7	35,3
0,19	34,9	34,6	34,2	33,9	33,5	33,2	32,8	32,5	32,1	31,8
0,20	31,5	31,2	30,9	30,6	30,3	30,0	29,7	29,4	29,1	28,8
0,21	28,5	28,3	28,0	27,7	27,5	27,2	27,0	26,7	26,5	26,2
0,22	26,0	25,7	25,5	25,3	25,1	24,8	24,6	24,4	24,2	24,0
0,23	23,7	23,5	23,3	23,1	22,9	22,7	22,5	22,3	22,2	22,0
0,24	21,8	21,6	21,4	21,2	21,1	20,9	20,7	20,5	20,4	20,2
0,25	20,0	19,9	19,7	19,6	19,4	19,3	19,1	19,0	18,8	18,7
0,26	18,5	18,4	18,2	18,1	17,9	17,8	17,7	17,5	17,4	17,3
0,27	17,1	17,0	16,9	16,8	16,6	16,5	16,4	16,3	16,2	16,0
0,28	15,9	15,8	15,7	15,6	15,5	15,4	15,2	15,1	15,0	14,9
0,29	14,8	14,7	14,6	14,5	14,4	14,3	14,2	14,1	14,0	13,9
0,30	13,8	13,7	13,6	13,5	13,5	13,4	13,3	13,2	13,1	13,0
0,31	12,9	12,8	12,8	12,7	12,6	12,5	12,4	12,3	12,3	12,2
0,32	12,1	12,0	12,0	11,9	11,8	11,7	11,7	11,6	11,5	11,4
0,33	11,4	11,3	11,2	11,2	11,1	11,0	11,0	10,9	10,8	10,8
0,34	10,7	10,6	10,6	10,5	10,4	10,4	10,3	10,2	10,2	10,1
0,35	10,1	10,0	9,95	9,89	9,83	9,77	9,72	9,66	9,61	9,55
0,36	9,50	9,44	9,39	9,33	9,28	9,23	9,18	9,12	9,07	9,02
0,37	8,97	8,92	8,87	8,82	8,77	8,72	8,68	8,63	8,58	8,53
0,38	8,49	8,44	8,39	8,35	8,30	8,26	8,21	8,17	8,13	8,08
0,39	8,04	8,00	7,95	7,91	7,87	7,83	7,79	7,75	7,71	7,67
0,40	7,63	7,59	7,55	7,51	7,47	7,43	7,39	7,35	7,32	7,28
0,41	7,24	7,20	7,17	7,13	7,10	7,06	7,02	6,99	6,95	6,92
0,42	6,88	6,85	6,82	6,78	6,75	6,71	6,68	6,65	6,62	6,58

d/D	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0,43	6,55	6,52	6,49	6,46	6,42	6,39	6,36	6,33	6,30	6,27
0,44	6,24	6,21	6,18	6,15	6,12	6,09	6,06	6,04	6,01	5,98
0,45	5,95	5,92	5,90	5,87	5,84	5,81	5,79	5,76	5,73	5,71
0,46	5,68	5,65	5,63	5,60	5,58	5,55	5,53	5,50	5,48	5,45
0,47	5,43	5,40	5,38	5,35	5,33	5,30	5,28	5,26	5,23	5,21
0,48	5,19	5,16	5,14	5,12	5,10	5,07	5,05	5,03	5,01	4,98
0,49	4,96	4,94	4,92	4,90	4,88	4,86	4,83	4,81	4,79	4,77
0,50	4,75	4,73	4,71	4,69	4,67	4,65	4,63	4,61	4,59	4,57
0,51	4,55	4,53	4,51	4,50	4,48	4,46	4,44	4,42	4,40	4,38
0,52	4,37	4,35	4,33	4,31	4,29	4,28	4,26	4,24	4,22	4,21
0,53	4,19	4,17	4,15	4,14	4,12	4,10	4,09	4,07	4,05	4,04
0,54	0,402	4,00	3,99	3,97	3,96	3,94	3,92	3,91	3,89	3,88
0,55	3,86	3,85	3,83	3,82	3,80	3,79	3,77	3,76	3,74	3,73
0,56	3,71	3,70	3,68	3,67	3,65	3,64	3,63	3,61	3,60	3,58
0,57	3,57	3,56	3,54	3,53	3,51	3,50	3,49	3,47	3,46	3,45
0,58	3,43	3,42	3,41	3,39	3,38	3,37	3,36	3,34	3,33	3,32
0,59	3,31	3,29	3,28	3,27	3,26	3,24	3,23	3,22	3,21	3,20
0,60	3,18	3,17	3,16	3,15	3,14	3,12	3,11	3,10	3,09	3,08
0,61	3,07	3,06	3,04	3,03	3,02	3,01	3,00	2,99	2,98	2,97
0,62	2,96	2,94	2,93	2,92	2,91	2,90	2,89	2,88	2,87	2,86
0,63	2,85	2,84	2,83	2,82	2,81	2,80	2,79	2,78	2,77	2,76
0,64	2,75	2,74	2,73	2,72	2,71	2,70	2,69	2,68	2,67	2,66
0,65	2,65	2,64	2,63	2,62	2,61	2,61	2,60	2,59	2,58	2,57
0,66	2,56	2,55	2,54	2,53	2,52	2,51	2,51	2,50	2,49	2,48
0,67	2,47	2,46	2,45	2,45	2,44	2,43	2,42	2,41	2,40	2,39
0,68	2,39	2,38	2,37	2,36	2,35	2,35	2,34	2,33	2,32	2,31
0,69	2,31	2,30	2,29	2,28	2,27	2,27	2,26	2,25	2,24	2,23
0,70	2,23	2,22	2,21	2,20	2,20	2,19	2,18	2,17	2,17	2,16
0,71	2,15	2,14	2,14	2,13	2,12	2,12	2,11	2,10	2,09	2,09
0,72	2,08	2,07	2,07	2,06	2,05	2,04	2,04	2,03	2,02	2,02
0,73	2,01	2,00	2,00	1,99	1,98	1,98	1,97	1,96	1,96	1,95
0,74	1,94	1,94	1,93	1,92	1,92	1,91	1,91	1,90	1,89	1,89
0,75	1,88	1,87	1,87	1,86	1,86	1,85	1,84	1,84	1,83	1,82
0,76	1,82	1,81	1,81	1,80	1,79	1,79	1,78	1,78	1,77	1,76
0,77	1,76	1,75	1,75	1,74	1,73	1,73	1,72	1,72	1,71	1,71
0,78	1,70	1,69	1,69	1,68	1,68	1,67	1,67	1,66	1,66	1,65

Z porównania wartości HB wziętych dla tych samych wartości d/D obliczyć błąd pomiaru twardości s spowodowany występowaniem tarcia między penetratorem a badanym materiałem. Wyniki obliczeń przedstawić na wykresie w postaci wykresu $s = f(d/D)$.

2.5.3. Ustalanie związków między twardością a wytrzymałością na rozciąganie

przeprowadzić wg następującej metodyki:

a/ przy starannie odtłuszczonym badanym materiale i wgłębniku. W tym przypadku można przyjąć wartość $\mu = 0,2$,

b/ dzieląc dany zakres siły wgniatającej kulkę na szereg podzakresów np.: na 10 etapów każdorazowo smarując odcisk chloroparafina lub stearynianem cynku. Można przyjąć, że dla tego przypadku wartość współczynnika tarcia wyniesie $\mu = 0,05$, a więc można w przybliżeniu wziąć wartości r dla $\mu = 0$ korzystając np. z wykresu 2.22.a.

Porównać ze sobą wartości r otrzymane w obu wyżej podanych przypadkach (a) i (b) zestawiając je w postaci wykresu $r = f(d/D)$ i podać uzasadnienie rozbieżności (zgodności) uzyskanych wyników pomiarów. Wyznaczyć najbardziej zbliżoną do rzeczywistości wartość R_m jak również określić wartość średniej granicy plastyczności Q (przy wykorzystaniu danych zawartych w tabelicy 2.1.).

2.5.4. Zestawić uzyskane wyniki pomiarów twardości przy $\mu = 0,2$ i $\mu = 0$ w postaci wykresu $HB_{\mu} = f(d/D)$ i $HB = f(d/D)$ dokonując omówienia wyników przy uwzględnieniu rezultatów badań i danych wyszczególnionych w punktach 2.5.2. i 2.5.3.

2.5.5. Pomiary twardości metodą Rockwella i Vickersa należy prowadzić zgodnie z instrukcją znajdującą się w Laboratorium Materiałoznawstwa.

Wykaz ważniejszych oznaczeń

HB	–	twardość Brinella
HM	–	twardość Meyera
D	–	średnica kulki
$d = D \sin \gamma$	–	średnica odcisku
P	–	nacisk
$P_n = ad^n$	–	prawo Meyera
n	–	współczynnik potęgowy Meyera
n'	–	współczynnik potęgowy Meyera dla materiału idealnie plastycznego

$$n'' = 2m \frac{\varphi \gamma}{\varphi_0 + \varphi \gamma}$$

$$C = \frac{2}{(1 - \cos \gamma)}$$

2γ
 a

$$\sigma_m = \frac{\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3}{3}$$

σ_n
 k

Q
 B

M

K

φ

$$\varphi \gamma$$
$$\varphi_0$$
$$Q = c \varphi^m$$

m

c

μ

β

s

P_{st}

P_k

$B \mu$

- wartość o jaką zwiększa się współczynnik potęgowy Meyera w przypadku materiału umacniającego się

- współczynnik dla obliczania twardości Brinella

$$HB = \frac{P}{D^2} C$$

- kąt czasy powstałej przy wgniataniu kulki

- kąt obrotu stycznej do linii poślizgowej

- naprężenie średnie

- naprężenie normalne

- promień dużego koła Mohra w zakresie odkształceń plastycznych

- granica plastyczności materiału

- współczynnik wiążący twardość Brinella ze średnią granicą plastyczności $HB = Q B$

- współczynnik wiążący twardość Meyera ze średnią granicą plastyczności $HM = Q M$

- współczynnik charakteryzujący wartość nacisku $P = Q D^2 K$

- odkształcenie logarytmiczne $\varphi = \ln \frac{A_0}{A} = \ln (1 + \epsilon)$

- średnie odkształcenie materiału pod kulką

- odkształcenie materiału wyjściowego

- równanie krzywej umocnienia

- współczynnik potęgowy charakteryzujący zdolność materiału do umacniania się

- stała materiałowa

- współczynnik tarcia

- kąt obrotu naprężeń głównych wywołany tarciem

- błąd pomiaru twardości w %

- nacisk potrzebny do wgniatania stożka

- nacisk działający na powierzchnię kulki

- współczynnik wiążący twardość Brinella ze średnią granicą plastyczności w obecności tarcia $HB = Q B \mu$

R_m – wytrzymałość na rozciąganie

$$r = \frac{R_m}{HB} \quad - \quad \text{współczynnik przeliczeniowy}$$

Literatura

- [1] A. Brinell – II Congres Int. des Methodes d'essai. Paris 1900
- [2] E. Meyer – Untersuchungen über Härteprüfung und Härte. ZVDI N17, 1908
- [3] T. Pełczyński – Wyznaczanie krzywej umocnienia materiału za pomocą pomiarów twardości Brinella i Meyera. Prace IMP Z. 49–50, 1965
- [4] T. Pełczyński – Związek między współczynnikiem potęgowym E. Meyera a współczynnikiem próby rozciągania. Mechanik Nr 10, 1966
- [5] T. Pełczyński – O współczynniku potęgowym E. Meyera. Prace IMP Z. 51, 1966
- [6] T. Pełczyński – Wpływ tarcia na wyniki pomiarów twardości. Prace IMP Z. 51, 1966
- [7] T. Pełczyński – Związek między wytrzymałością na rozciąganie a liczbą twardości Brinella. Prace IMP Nr 3, 1967
- [8] T. Pełczyński – Zależność liczby twardości od kąta wierzchołkowego stożka przy pomiarach twardości. Prace IMP Nr 4, 1966
- [9] T. Pełczyński – Wyznaczanie wytrzymałości na rozciąganie na podstawie pomiarów twardości. Mechanik Nr 7, 1967
- [10] T. Pełczyński – Wyznaczanie dokładnych krzywych umocnienia dla różnych materiałów. Prace IPPT, 1978
- [11] T. Pełczyński – Twardość rzeczywista metali i stopów. Prace IPPT, 1979
- [12] T. Pełczyński – Dowód stosowalności teorii linii poślizgowych do obliczania odkształceń osiowo symetrycznych. Prace IPPT, 1979
- [13] T. W. Pełczyński, T. A. Pełczyński – Teoria procesów obróbki plastycznej. Cz. I. Mechanika procesów obróbki plastycznej. Wydawnictwa Politechniki Warszawskiej. Warszawa 1978, 1979 i 1982
- [14] T. W. Pełczyński, T. A. Pełczyński – Teoria procesów obróbki plastycznej. Cz. II. Fizyka procesów obróbki plastycznej. Wydawnictwa Politechniki Warszawskiej. Warszawa 1983
- [15] A. Krupkowski – Work of Deformation at Brinell Hardness Test. PAN Kraków 1962
- [16] St. Błażewski – Pomiar twardości metali. PWT Warszawa 1954
- [17] S. Katarzyński, S. Kocańda, M. Zakrzewski – Badanie własności mechanicznych metali. PWT Warszawa 1961

INSTRUKCJE BADANIA TWARDOŚCI

A. POMIAR TWARDOŚCI METODĄ BRINELLA

- I. Temat ćwiczenia: Badania twardości materiałów metodą Brinella
- II. Cel ćwiczenia: Badanie związków między budową strukturalną materiałów a twardością. Poznanie zasad pomiaru twardości metodą Brinella.
- III. Ważniejsze pytania kontrolne:
 1. Istota pomiaru twardości metodą Brinella
 2. Budowa i działanie aparatu Brinella
 3. Wpływ wielkości obciążenia na wynik pomiaru twardości Brinella
 4. Związek między twardością a wytrzymałością na rozciąganie
 5. Inne metody badania twardości materiałów przy użyciu penetratorów w kształcie kulki
 6. Wady i zalety próby twardości metodą Brinella
- IV. Literatura uzupełniająca:
 1. Praca zbiorowa pod red. A. Werońskiego: Ćwiczenia laboratoryjne z Materiało znawstwa. Wyd. Uczelniane, PL, Lublin, 1985.
 2. Praca zbiorowa: Metaloznawstwo. Wyd. Śląsk, Katowice 1979
 3. Z. Wendorff: Metaloznawstwo, WNT, Warszawa 1976
 4. K. Przybyłowicz: Metaloznawstwo. Część I, Wyd. AGH, Kraków 1980
 5. W. Jaśkiewicz: Wstęp do ćwiczeń laboratoryjnych z metaloznawstwa. Istota twardości, Wyd. Uczelniane PL, Lublin 1982
 6. R. Janas: Metaloznawstwo z ćwiczeniami laboratoryjnymi, PWN, Warszawa 1987
 7. L. Dobrzański, R. Nowosielski: Badania własności fizycznych, WNT, Warszawa 1987
- V. Przebieg ćwiczenia:
 1. Urządzenia i materiały do badań
 - 1.1. Twardościomierz hydrauliczny Brinella typ B2
 - 1.2. Mikroskop do odcisków Brinella
 - 1.3. Wzorce kontrolne twardości
 - 1.4. Próbkki metali i stopów:
 - a) ze stali St2S i St4S w stanie surowym i po wyżarzaniu zupełnym
 - b) ze stali gat. 10, 20, 30, 45, 60 po wyżarzaniu normalizującym,
 - c) żeliwo szare, żeliwo sferoidalne, staliwo węglowe, stal St3
 - d) żelazo Armco, miedź, aluminium, tytan
 - e) mosiądz, brąz, dural, stop tytanu.
 - 1.5. Instrukcja obsługi twardościomierza typ B2
 - 1.6. Instrukcja obsługi mikroskopu do pomiaru odcisków
 - 1.7. Szlifierka, papiery ściernie
 2. Przebieg badań:

Przed rozpoczęciem ćwiczenia student obowiązkowo **zapoznaje się z zaleceniami instrukcji bhp**. Prowadzący zajęcia sprawdza opanowanie wiadomości podanych w instrukcji

bhp i znajomość problematyki badawczej. Po dopuszczeniu do wykonywania ćwiczenia należy wykonać następujące czynności:

- 2.1. Uważnie przeczytać instrukcję obsługi twardościomierza
- 2.2. Sprawdzić jakość powierzchni badanych próbek w miejscu pomiaru twardości, w razie potrzeby szlifować ręcznie przy użyciu papierów ściernych o ziarnistości 100÷300
- 2.3. Zapoznać się z wymaganiami podanymi w PN-91/H-04350 i dobrać niezbędne warunki wykonania próby:
 - a) średnicę kulki w zależności od grubości próbki
 - b) wartość współczynnika K w zależności od gatunku materiału i przewidywanej twardości
 - c) wielkość siły obciążającej F w zależności od średnicy kulki i przyjętego współczynnika K
 - d) czas działania siły obciążającej
 - e) odstęp środków odcisków
 - f) dokładność pomiaru odcisków
 - g) dokładność podawania wyników twardości.
- 2.4. Opracować i uzgodnić z prowadzącym ćwiczenia zakres badań
- 2.5. Zgodnie z instrukcją obsługi twardościomierza wykonać minimum jeden pomiar próbny
- 2.6. Wykonać na każdej otrzymanej próbce po 3 odciski.
- 2.7. Dokonać pomiaru średnic odcisków za pomocą lupy lub mikroskopu do odcisków Brinella w dwóch wzajemnie prostopadłych kierunkach
- 2.8. Wykonać szkic badanych próbek z zaznaczeniem miejsc pomiaru twardości
- 2.9. Wyznaczyć twardość materiału w HB ze wzorów lub odczytać z tablic podanych w załączniku
- 2.10. W oparciu o PN-76/H-04357 porównać otrzymane twardości HB z twardościami według Vickersa oraz Rockwella
- 2.11. Wyznaczyć wartość wytrzymałości na rozciąganie R_m badanych próbek

3. Opracowanie wyników i sprawozdania

Sprawozdanie z badań winno zawierać następujące punkty:

- 3.1. Cel badań, przedmiot badań, spis literatury pomocniczej
- 3.2. Schemat ilustrujący zasadę działania twardościomierza Brinella
- 3.3. Dobór warunków pomiaru
- 3.4. Szkic badanych próbek z zaznaczeniem miejsc wykonania odcisków
- 3.5. Tabelaryczne zestawienie wyników badań
- 3.6. Omówienie błędów pomiaru
- 3.7. Wykresy zmian twardości (np. wpływ zawartości węgla na twardość stali węglowych)
- 3.8. Analizę wyników i wnioski dotyczące związków między twardością a budową strukturalną badanych materiałów

4. Materiały uzupełniające:

- 4.1. Instrukcja obsługi twardościomierza Brinella typ B2

4.2. Instrukcja obsługi mikroskopu MPB-2

4.3. Polskie Normy:

PN-91/H-04350. Pomiar twardości metali sposobem Brinella

PN-76/H-04357. Tablice twardości stali i staliwa według Vickersa, Brinella i Rockwella

B. POMIAR TWARDOŚCI METODĄ ROCKWELLA

I. Temat ćwiczenia: Badania twardości materiałów metodą Rockwella

II. Cel ćwiczenia: Badanie związków między budową strukturalną materiałów a twardością. Poznanie zasad pomiaru twardości metodą Rockwella

III. Ważniejsze pytania kontrolne:

1. Istota pomiaru twardości metodą Rockwella przy użyciu stożka i kulki
2. Cel stosowania obciążenia wstępnego F_0 przy pomiarze twardości
3. Błędy pomiarów twardości na powierzchniach krzywoliniowych oraz błędy spowodowane przesunięciem osi symetrii wałka i wglębniaka
4. Zasady doboru różnych skal pomiaru twardości (A, B, C i F)
5. Wady i zalety metody Rockwella
6. Wpływ i temperatury odpuszczania na twardość stali zahartowanej
7. Związki między twardością wg Rockwella a innymi własnościami mechanicznymi

IV. Literatura uzupełniająca:

1. Praca zbiorowa pod red. A. Werońskiego: Ćwiczenia laboratoryjne z Metaloznawstwa. Wyd. Uczelniane PL, Lublin 1985
2. L. Dobrzański, R. Nowosielski: Badania własności fizycznych, WNT, Warszawa 1987
3. K. Przybyłowicz: Metaloznawstwo. Część I, Wyd. AGH, Kraków 1980
4. Z. Wendorff: Metaloznawstwo. WNT, Warszawa 1976
5. R. Janas: Metaloznawstwo z ćwiczeniami laboratoryjnymi, PWN, Warszawa 1987
6. W. Jaśkiewicz: Wstęp do ćwiczeń laboratoryjnych z metaloznawstwa. Istota twardości. Wyd. Uczelniane PL, Lublin 1982
7. Praca zbiorowa: Metaloznawstwo. Wyd. Śląsk, Katowice 1979

V. Przebieg ćwiczenia:

1. Urządzenia i materiały do badań
 - 1.1. Twardościomierz Rockwella
 - 1.2. Wzorce kontrolne twardości
 - 1.3. Próbki metali i stopów:
 - a) próbki stalowe w gat. 40H hartowane i odpuszczane w temperaturze 473K, 673K i 873K
 - b) próbki stalowe w gat. 20, 45, 65 po hartowaniu w wodzie
 - c) próbki stalowe w gat. 45 hartowane w wodzie, oleju, w strumieniu powietrza
 - d) próbki stalowe w gat. 45, N8, N11 hartowane w wodzie

- e) próbki stalowe w gat. 45G2 po hartowaniu powierzchniowym
- f) próbki hartowane metodą Jominy'ego – stal gat. 35HGS, 40HM,
- g) próbki stalowe po obróbce cieplno-chemicznej: nawęglane, azotowane, chromowane
- h) próbki cienkich taśm stalowych i stopów odlewniczych,
- i) próbki twardych stopów odlewniczych

1.4. Instrukcja obsługi twardościomierza Rockwella

1.5. Szlifierka, papier ścierny

2. Przebieg badań:

Przed rozpoczęciem ćwiczenia student obowiązkowo **zapoznaje się z zaleceniami instrukcji bhp**. Prowadzący zajęcia sprawdza opanowanie wiadomości podanych w instrukcji bhp i znajomość problematyki badawczej.

Po dopuszczeniu do wykonywania ćwiczenia należy wykonać następujące czynności:

- 2.1. Uważnie zapoznać się z załączoną instrukcją obsługi twardościomierza
- 2.2. Sprawdzić jakość powierzchni badanych próbek w miejscu pomiaru twardości, w razie potrzeby szlifować ręcznie przy użyciu papierów ściernych o ziarnistości 100 – 300
- 2.3. Zapoznać się z wymaganiami podanymi w PN-91/H-04355 i dobrać niezbędne warunki wykonania próby:
 - a) rodzaj skali (A,B,C lub F) w zależności od grubości badanej próbki i przewidywanej twardości
 - b) rodzaj wglębniaka
 - c) obciążenie
 - d) rozmieszczenie odcisków
- 2.4. Opracować i uzgodnić z prowadzącym ćwiczenia program badań (wglębniak, obciążenie, ilość pomiarów, kolejność pomiarów, dokładność itp.)
- 2.5. Zgodnie z instrukcją obsługi twardościomierza wykonać minimum jeden pomiar próbny
- 2.6. Wykonać na każdej otrzymanej próbce ustaloną ilość pomiarów. Wyniki badań zestawzić w tablicy pomiarów
- 2.7. Wykonać szkic badanych próbek z zaznaczeniem miejsc pomiaru twardości
- 2.8. Przy badaniu powierzchni cylindrycznych uwzględnić poprawki (tablica Z2-1 i Z2-2) wg PN-91/H-04355
- 2.9. W oparciu o PN-76/H-04357 porównać otrzymane twardości Rockwella z twardościami według Vickersa i Brinella

3. Opracowanie wyników i sprawozdania

Sprawozdanie z badań winno zawierać następujące punkty:

- 3.1. Cel badań, przedmiot badań, spis literatury pomocniczej
- 3.2. Schemat ideowy twardościomierza Rockwella
- 3.3. Dobór warunków pomiaru
- 3.4. Szkic badanych próbek z zaznaczeniem miejsc wykonania odcisków,
- 3.5. Tabelaryczne zestawienie wyników badań
- 3.6. Omówienie błędów pomiaru

- 3.7. Wykresy zmian twardości (np. wpływ temperatury odpuszczania na twardość zahartowanej stali)
- 3.8. Analizę wyników i wnioski dotyczące związków między twardością a budową strukturalną badanych materiałów
4. Materiały uzupełniające:
 - 4.1. Instrukcja obsługi twardościomierza Rockwella
 - 4.2. Polskie Normy: PN-91/H-04355. Pomiar twardości metali sposobem Rocwella. Skala A, B, C i F
PN-76/H-04357. Tablice twardości stali i staliwa według Vickersa, Brinella i Rockwella

C. POMIAR TWARDOŚCI METODĄ VICKERSA

- I. Temat ćwiczenia: Badania twardości materiałów metodą Vickersa
- II. Cel ćwiczenia: Badanie związków między budową strukturalną materiałów a twardością. Poznanie zasad pomiaru twardości metodą Vickersa
- III. Ważniejsze pytania kontrolne:
 1. Budowa i działanie twardościomierza Vickersa
 2. Istota pomiaru twardości metodą Vickersa
 3. Wpływ obciążenia na wynik pomiaru twardości Vickersa
 4. Związek między twardością a wytrzymałością na rozciąganie
 5. Metody badania twardości materiałów przy użyciu penetratorów w kształcie piramidki diamentowej
 6. Zalety i wady próby twardości metali metodą Vickersa
 7. Porównanie zalet i wad badań twardości metali metodą Vickersa, Brinella i Rockwella
- IV. Literatura uzupełniająca:
 1. Praca zbiorowa pod red. A. Werońskiego: Ćwiczenia laboratoryjne z Metaloznawstwa. Wyd. Uczelniane PL, Lublin 1985
 2. Praca zbiorowa: Metaloznawstwo. Wyd. Śląsk, Katowice 1979
 3. Z. Wendorff: Metaloznawstwo. WNT, Warszawa 1976
 4. K. Przybyłowicz: Metaloznawstwo. Część I. Wyd. AGH, Kraków 1980
 5. L. Dobrzański, R. Nowosielski: Badania własności fizycznych, WNT, Warszawa 1987
 6. W. Jaśkiewicz: Wstęp do ćwiczeń laboratoryjnych z metaloznawstwa. Istota twardości. Wyd. Uczelniane PL, Lublin 1982
 7. R. Janas: Metaloznawstwo z ćwiczeniami laboratoryjnymi. PWN, Warszawa 1987
- V. Przebieg ćwiczenia:
 1. Urządzenia i materiały do badań
 - 1.1. Twardościomierz typ HPO-250
 - 1.2. Wzorce kontrolne twardości
 - 1.3. Instrukcja obsługi twardościomierza typ HPO-250
 - 1.4. Szlifierka, papiery ściernie

1.5. Próbkki metali i stopów

- a) próbki ze stali gat. 10; 20; 30; 45; 60 po wyżarzaniu normalizującym
- b) próbki ze stali gat. 45 – normalizowane, hartowane, hartowane i odpuszczane
- c) stal gat. 45 – hartowana powierzchniowo
- d) stal gat. 10 – nawęglana
- e) stal gat. 38HMJ – azotowana
- f) stal gat. 20 – po zgnioście na zimno
- g) taśma stalowa, mosiężna o grubości 0,5 mm
- h) węgliki spiekane typ S10 i H10

2. Przebieg badań

Przed rozpoczęciem ćwiczenia student obowiązkowo **zapoznaje się z zaleceniami instrukcji bhp**. Prowadzący zajęcia sprawdza opanowanie wiadomości podanych w instrukcji bhp i znajomość problematyki badawczej. Po dopuszczeniu do wykonywania ćwiczenia należy wykonać następujące czynności:

- 2.1. Uważnie przeczytać instrukcję obsługi twardościomierza
- 2.2. Sprawdzić jakość powierzchni badanych próbek w miejscu pomiaru twardości, w razie potrzeby szlifować ręcznie przy użyciu papierów ściernych o ziarnistości 100 ÷ 600 lub wypolerować
- 2.3. Zapoznać się z wymaganiami podanymi w PN-91/H-04360 i dobrać niezbędne warunki wykonania próby:
 - a) największe dopuszczalne obciążenie w zależności od grubości wyrobu lub badanej warstwy i przewidywanej twardości HV
 - b) rozmieszczenie odcisków
 - c) obciążenie wglębniaka (zalecane obciążenie 294 N)
 - d) czas działania obciążenia (10-15s)
 - e) liczbę pomiarów
- 2.4. Opracować i uzgodnić z prowadzącym ćwiczenia program badań
- 2.5. Zgodnie z instrukcją obsługi twardościomierza wykonać minimum jeden pomiar próbny
- 2.6. Wykonać na każdej otrzymanej próbce ustaloną ilość odcisków (min. 3 pomiary)
- 2.7. Pomiar przekątnych odcisku wykonać za pomocą urządzenia pomiarowego z dokładnością $\pm 0,001$ mm. Do obliczenia twardości Vickersa należy przyjąć średnią arytmetyczną wartość długości przekątnych jednego odcisku
- 2.8. Wykonać szkic badanych próbek z zaznaczeniem miejsc pomiaru twardości
- 2.9. Wyznaczyć twardość materiału w HV ze wzorów lub odczytać z tablic podanych w załączniku (PN-91/H-04360)
- 2.10. W oparciu o PN-76/H-04357 porównać otrzymane twardości HV z twardościami według Brinella i Rockwella
- 2.11. Wyznaczyć wartość wytrzymałości na rozciąganie R_m badanych próbek.

3. Opracowanie wyników i sprawozdania

Sprawozdanie z badań winno zawierać następujące punkty:

- 3.1. Cel badań, przedmiot badań, spis literatury pomocniczej

3.2. Schemat ilustrujący zasadę działania twardościomierza Vickersa

3.3. Dobór warunków pomiarów

3.4. Szkic badanych próbek z zaznaczeniem miejsc wykonania odcisków

3.5. Tabelaryczne zestawienie wyników badań

3.6. Omówienie błędów pomiaru

3.7. Wykresy zmian twardości (np. określenie głębokości warstwy utwardzonej)

3.8. Analizę wyników i wnioski dotyczące związków między twardością a budową strukturalną badanych materiałów

4. Materiały uzupełniające:

4.1. Instrukcja obsługi twardościomierza HPO-250 (Vickers-Brinell)

4.2. Polskie Normy:

PN-91/H-04360. Pomiar twardości metali sposobem Vickersa przy obciążeniu 9,8 do 980N (1 do 100 kG)

PN-76/H-04357. Tablice twardości stali i staliwa według Vickersa, Brinella i Rockwella

3. BADANIA METALOGRAFICZNE MAKROSKOPOWE

3.1. Wpływ technologii wykonania na strukturę materiałów

W zależności od określanych właściwości, badania materiałów można podzielić na następujące rodzaje: mechaniczne (próba rozciągania, twardości, udarności itd.), fizyczne (przewodności elektrycznej, cieplnej, rozszerzalności, tłumienia drgań itp.), chemiczne (analiza jakościowa i ilościowa), badania metalograficzne (makro i mikroskopowe). Informacji o budowie strukturalnej, o wadach materiałów jak: rzadzinny, pęknięcia, pory, pęcherze, o powiązaniu powłok ochronnych z podłożem dostarczają badania metalograficzne makroskopowe. Umożliwiają one również ocenę wpływu różnych procesów metalurgicznych i zabiegów technologicznych jak obróbka cieplna, cieplno-chemiczna, przeróbka plastyczna, spawanie, na zmiany strukturalne. Prawidłowa interpretacja struktury pozwala na bezbłędne wnioskowanie o rodzaju zabiegu i poprawnym jego przeprowadzeniu. W przypadkach gdy obróbka badanego elementu jest złożona i składa się z kilku operacji np. obróbki plastycznej, cieplnej i mechanicznej, typowe cechy powstających zmian w strukturze, wyglądzie powierzchni, w rodzaju istniejących wad zanikają. Wyniki badań metalograficznych makroskopowych są wówczas niewystarczające dla jednoznacznej oceny materiału. Muszą być uzupełnione badaniami innymi, najczęściej mechanicznymi, technologicznymi, fizycznymi, chemicznymi i wtedy dopiero można dokonać prawidłowej interpretacji zaobserwowanych zjawisk.

Badania makroskopowe polegają na obserwacji gołym okiem lub za pomocą lupy o powiększeniu nie przekraczającym 30 x, powierzchni przedmiotów, ich przełomów względnie przekrojów.

3.2. Badania przekrojów

Najczęściej badania te przeprowadza się na zgładach tzw. makroskopowych. Wystarczy wówczas szlifować tylko do ziarnistości papieru 320, rzadko wymagana jest ziarnistość papieru drobniejsza.

Zgłady takie stanowią cały przekrój wyrobu lub półwyrobu lub też odpowiednio duży wycinek przekroju a ich powierzchnie posiadają zakres od kilku cm^2 do kilkudziesięciu dm^2 .

Bardzo ważną czynnością jest pobranie materiału do zglądu i przecięcie we właściwym miejscu, dlatego przygotowanie zglądu powinno być poprzedzone analizą celu badania aby można było uzyskać maksymalną ilość informacji. W zależności od położenia płaszczyzny cięcia w stosunku do wymiarów przedmiotu (do głównej osi przedmiotu lub do przebiegu włókien dla przedmiotów po przeróbce plastycznej) wyróżnia się próbki poprzeczne i podłużne. W odlewach płaszczyznę cięcia wybiera się najczęściej przez miejsca o największych skupiskach wad jak np. jam skurczowych, rzadzisz i porowatości, dla odkwek o największym stopniu przerobu plastycznego.

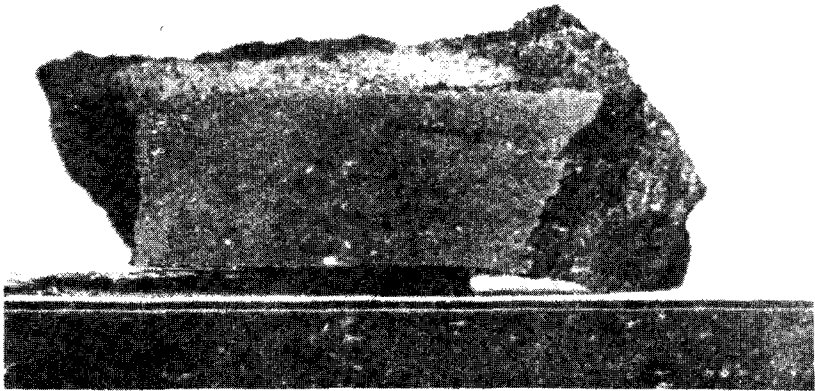
Badania makroskopowe umożliwiają obserwację jednocześnie całego przedmiotu, dlatego nadają się do ocen prawidłowości wykonania takich zabiegów technologicznych jak odlewanie, przeróbka plastyczna, spawanie, nawęglanie itp.

W wyniku tych badań można stwierdzić:

- a/ nieciągłości materiału – jamy skurczowe, pęcherze, zażużlenia, pęknięcia;
- b/ strukturę pierwotną – wynik krystalizacji w odlewie;
- c/ segregację strefową wynikłą z niejednorodności składu chemicznego i strukturalnego;
- d/ linie płynięcia i włóknistość jako rezultat przeróbki plastycznej;
- e/ niejednorodność budowy wynikłą z obróbki cieplnej lub ciepłno-chemicznej;
- f/ występowanie linii i pasm poślizgu (linii Lüdersa) tworzących się w materiale po przekroczeniu granicy plastyczności.

Nieciągłości materiału

Nieciągłości materiału ujawnia się bezpośrednio przez obserwację zglądu lub po wytrawieniu.



Rys. 3.1. Przykład jamy skurczowej, pęcherzy i zażużlenia

Odczynniki stosowane najczęściej w makroskopowych badaniach podano w tablicy 3.1.

Tablica 3.1.

Odczynniki stosowane najczęściej w makroskopowych badaniach stopów żelaza

Od- czynnik	Skład chemiczny	Przygotowanie próbki	Warunki trawienia (temp.czas)	Zastosowanie
1	2	3	4	5
Ancy- ca	20 g siarczanu mie- dziowego 80 g chlorku amonu 1000 cm ³ wody	szlifowanie	20 ^o C 0,5– 5 min	Ujawnianie segregacji fosfo- ru, a także węgla; ujawnianie struktury pierwotnej. (Miej- sca o podwyższonej zawarto- ści fosforu ciemniej)
Heyna	10 g chlorku mie- dziowo-amonowe- go 120 cm ³ wody			
Ober- hoffe- ra	10 g chlorku mie- dziowego 0,5 g chlorku że- lazowego 500 cm ³ alkoholu etylowego 500 cm ³ wody 50 cm ³ kwasu sol- nego	polerowa- nie	20 ^o C 10– 60 s	Ujawnianie segregacji fosfo- ru; szczególne zastosowanie do ujawniania struktury pierwotnej (Miejsc o obni- żonej zawartości fosforu ciemniej)
Bau- manna	2–5 cm ³ kwasu siarkowego 100 cm ³ wody	szlifowanie (struganie, toczenie)	20 ^o C 1– 5 min	Ujawnianie segregacji siarki (Miejscom występowania siarczków na powierzchni próbki odpowiadają brązo- we plamki siarczku srebra na papierze bromowo-srebro- wym)
Nital	5 cm ³ kwasu azotowego 100 cm ³ alkoho- lu etylowego	polerowanie (szlifowanie)	20 ^o C do kilku minut	Ujawnianie odwęglenia lub nawęglenia. Ujawnianie se- gregacji węglików po ob- róbce plastycznej
Fry- makro	45–90 g chlorku miedziowego 180–120 cm ³ kwasu solnego 100 cm ³ wody	szlifowanie	20 ^o C 5–30 min	Ujawnianie „lini sił” w stal- ach niskowęglowych skłon- nych do starzenia po zgno- cie

1	2	3	4	5
Roztwór kwasu solnego	100 cm ³ kwasu solnego 100 cm ³ wody	toczenie struganie	70°C 1–3 h 70°C 2–5 min	Do głębokiego trawienia stali węglowych i niskostopowych ujawnianie wad i przebiegu włókien. Ujawnianie głębokości za hartowania oraz miękkich plam na powierzchni
Roztwór kwasu siarkowego	10–20 cm ³ kwasu siarkowego 90–80 cm ³ wody	toczenie	20°C do 20 h	Do głębokiego trawienia stali węglowych i niskostopowych ujawnianie nieciągłości materiału, przebiegu włókien, trawienie wtrąceń niemetalicznych. (Stosowany do dużych przedmiotów)
Roztwór kwasu azotowego	25 cm ³ kwasu azotowego 75 cm ³ wody	struganie		
Jacewiczca	10 cm ³ kwasu siarkowego 40 cm ³ kwasu solnego 50 cm ³ wody	toczenie struganie	w temp. 60–70°C do 1 h	Do głębokiego trawienia szczególnie stali stopowych
Roztwór nadsiarczynu amonowego	10 g nadsiarczynu amonowego 90 cm ³ wody	szlifowanie	20°C 1–2 min	Ujawnianie wielkości ziarna w niskowęglowych stalach gruboziarnistych i makrostruktury złączy spawanych
Roztwór chlorku miedziowo-amonowego	nasycony roztwór wodny chlorku miedziowo-amonowego	szlifowanie	20°C 1–2 min	Ujawnianie płatków śnieżnych

Dla stopów żelaza skład roztworów podaje PN–61/H–04502 a dla metali i stopów nieżelaznych PN–75/H–05411. Bezpośrednio przed trawieniem powierzchnię zgładów należy dokładnie odtłuścić przez przetarcie tamponami waty zamoczonej w alkoholu lub innym rozpuszczalniku organicznym łatwo odparowującym na wolnym powietrzu. Warunki trawienia określa konkretna próba. Odczynniki do głębokiego trawienia silnie atakują miejsca o powierzchni bardzo rozwiniętej i aktywnej tzn. tam gdzie występują

rzadzinny, pęknięcia, strefy naprężeń i różnice w składzie chemicznym o normalnym potencjalnie elektrodowym bardziej ujemnym w stosunku do pozostałej części powierzchni. W celu ujednorodnienia struktury lub nawet składu chemicznego stosuje się często wyżarzanie normalizujące lub ujednorodniające. Skuteczność tego zabiegu kontroluje się badaniami metalograficznymi.

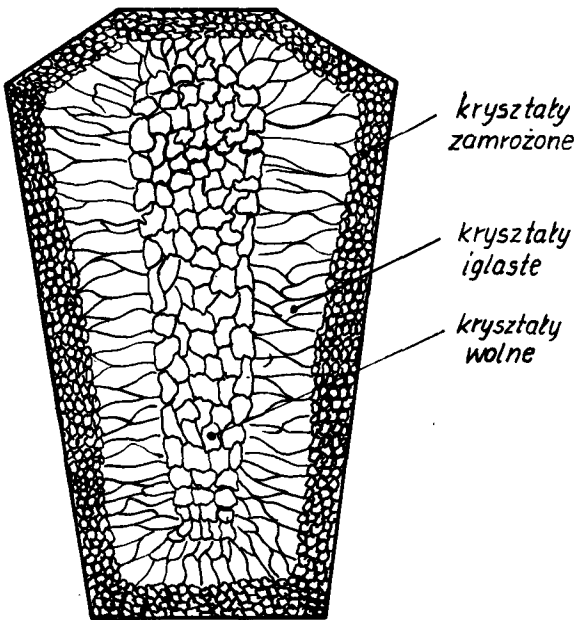
Dla stali nisko i średnio węglowych stosuje się często odczynniki o działaniu powierzchniowym np. Heyna, który ujawnia drobne pęcherze, rzadzinny wychodzące na powierzchnię zgładu i porowatości.

Wady o charakterze nieciągłości jak pory, jamy usadowe (skurczowe), rzadzinny w odlewach, pęknięcia na skutek naprężeń odlewniczych i hartowniczych, zawalcowania, wady spawalnicze widoczne są na powierzchni przedmiotów bez specjalnego ich przygotowania (rys. 3.1.). Często jednak konieczne jest stosowanie głębokiego trawienia, które znacznie poszerza wady dzięki czemu widoczność ich wyraźnie się polepsza. Do ujawniania płatków śnieżnych lepiej nadaje się odczynnik słabiej trawiący.

Struktura pierwotna

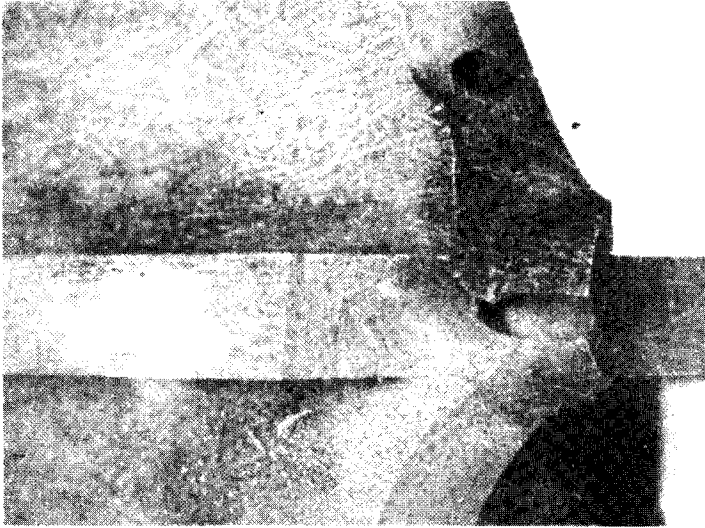
Jest to struktura jaka tworzy się podczas krzepnięcia stopu. Struktura odlewu jest podobna do struktury wlewka i dzieli się na kilka stref (rys. 3.2.). Podczas przeróbki plastycznej poszczególne strefy odkształcają się, ziarna kruche rozdrabniają a plastyczne wy-

dłużają tworząc strukturę włóknistą. Strefa najbardziej zanieczyszczona to strefa środkowa. W częściach kutek zachowany jest podobny rozkład zanieczyszczeń z tym, że poszczególne strefy układają się w pasma równoległe do sił rozciągających lub prostopadle do sił ściskających. Przy silnym stopniu przekucia w obecności zanieczyszczeń otrzymuje się strukturę makroskopową włóknistą. Niektóre zanieczyszczenia jak np. fosfor podczas krzepnięcia rozpuszczają się w metalu nierównomiernie dając tzw. segregację dendrytyczną. Środki ziarn i naj-



Rys. 3.2. Struktura wlewka tworząca się przy krzepnięciu

pierw utworzone dendryty są bogatsze w żelazo , a w części później krystalizującej bogatszej w fosfor pozostaje pewna niejednorodność składu chemicznego nieusuwalna w wyżarzaniu ujednorodniającym (rys. 3.3.). Różnice składu również przyczyniają się



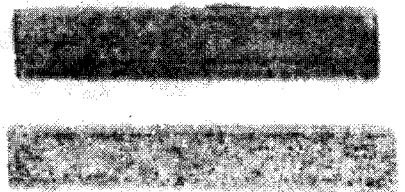
Rys. 3.3. Struktura pierwotna dendrytyczna

do powstawania włóknistości w materiałach przerabianych plastycznie i zaznaczania się linii płynięcia metalu. Z kształtu włóknistości szacunkowo można określić stopień przeróbki plastycznej. Do wykrywania struktury pierwotnej używa się tych samych odczynników jak wyżej (tablica 3.1.).

Segregacja strefowa

Oznaczenie segregacji strefowej składu chemicznego stopów żelaza sprowadza się najczęściej do ujawniania rozkładu zanieczyszczeń fosforem i siarką. Ujawnienie segregacji fosforu przez trawienie odczynnikami Oberhoffera umożliwi określenie struktury pierwotnej. Rozkład wtrąceń siarczkowych wykrywa się za pomocą próby Baumanna (rys. 3.4.)

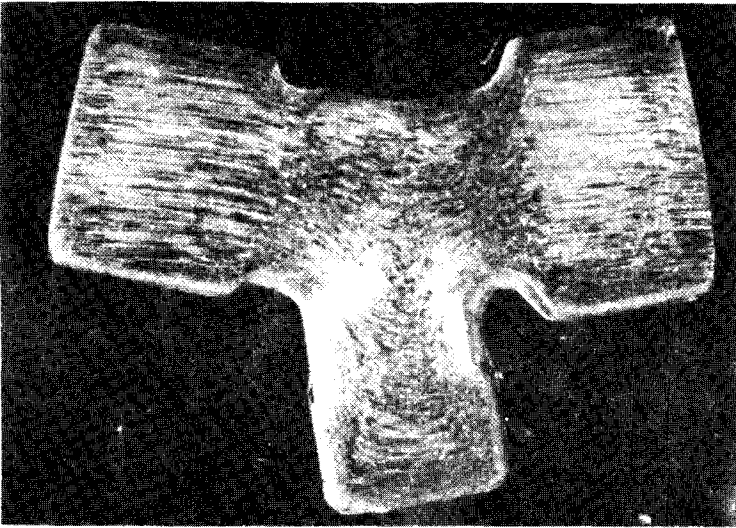
Ujawnienie rozmieszczenia siarki ma na celu nie tylko sprawdzenie jednorodności materiału lecz również może posłużyć do sprawdzenia współosiowości wlewka i odkuwki. Poza tym bada się także rozmieszczenie węgla (odczynnik Anczyca lub Heyna) oraz składników stopowych.



Rys. 3.4. Odbitka Baumanna

Linie płynięcia

Sposób wykrywania linii płynięcia i włóknistości przedstawiono w poprzednim punkcie. W uzupełnieniu należy dodać, że ujawnianie pasmowości i włóknistości powstałej w rezultacie przeróbki plastycznej można dokonać poprzez trawienie zglądów jednym z przedstawionych w tablicy 3.1. odczynników do głębokiego trawienia. W trakcie przeróbki plastycznej zarówno wtrącenia niemetaliczne jak i ziarna ulegają odkształceniom plastycznym lub zostają rozbite i rozdrobnione. Ziarna podlegające rozciągnięciu w kierunku, w którym wydłuża się materiał powodują powstawanie struktury zwanej włóknistą. Włóknisty charakter struktury wywołuje anizotropowość własności metali (rys.3.5.).



Rys. 3.5. Przykład struktury włóknistej

Miejscowe odkształcenia plastyczne w stalach można ujawnić odczynnikiem Fry.

Niejednorodność budowy

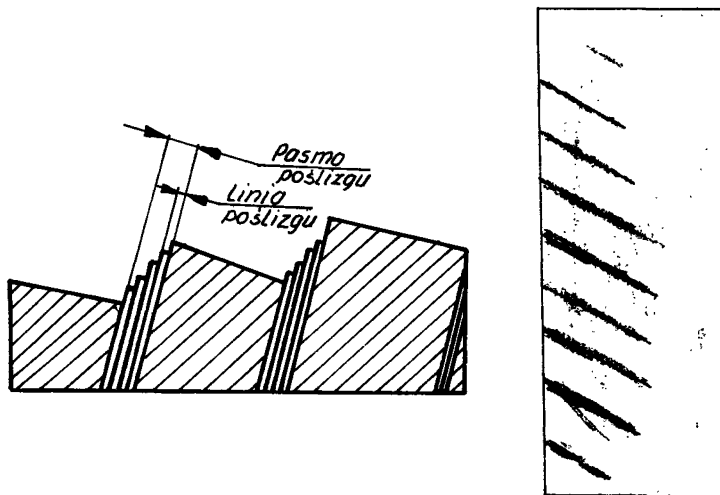
Niejednorodność struktury może być spowodowana przez różne zabiegi jak np. hartowanie, nawęglanie, azotowanie, spawanie i miejscowy zgniot. Niejednorodność można wyróżnić na zglądzie stosując trawienie 10% roztworem nadsiarczanu amonu.

Linie zgniotu

Linie zgniotu są śladami poślizgów zachodzących w materiale po przekroczeniu granicy plastyczności na zimno, przy czym wzajemnym przesunięciom podlegają warstewki w kryształach i pojawiają się linie poślizgów Lüdersa.

Kontynuowanie odkształcenia plastycznego powoduje uruchamianie nowych linii

poślizgu w płaszczyznach równoległych wskutek czego tworzą się pasma poślizgu. Linie i pasma poślizgu można wykryć w stali przez działanie odczynnikami Fry. (rys. 3.6.).



Rys. 3.6. Linie poślizgu Lüdersa

Badania wykazały, że zaczerwienie miejsc, w których występują linie i pasma poślizgu jest spowodowane nagromadzeniem azotu rozpuszczonego w stali w miejscach odkształconych (atmosfery Cottrella). Trawieniem tym można ujawnić skłonność stali niskowęglowej do starzenia. Stale nie starzejące się uspokojone za pomocą takich pierwiastków jak Al lub V nie ujawniają pasm płynięcia.

3.3. Badania przekłomów

Na podstawie badań stosowanych podczas określonego procesu technologicznego np. obróbki cieplnej można wyciągnąć wiele wniosków odnośnie przegrzania, nawęglenia, niedogrzenia itp.

Charakter przekłomu powstałego w pracy urządzenia podczas awarii pomaga często w ustaleniu przyczyny powstałego pęknięcia. Przekłom doraźny powstaje przy nagłym zniszczeniu części a cała jego powierzchnia jest najczęściej jednorodna z ewentualnie ujawniającymi się wadami materiałowymi (rys. 3.7.). Przekłom zmęczeniowy powstaje gdy przyczyną zniszczenia były naprężenia zmienne. Powierzchnia przekłomu zmęczeniowego składa się z dwóch wyraźnie rozgraniczonych stref: strefy pęknięcia zmęczeniowego i strefy pęknięcia doraźnego. Strefa pęknięcia zmęczeniowego ma wygładzoną, muszlową powierzchnię z widocznymi stadiami jego rozwoju tzw. liniami spoczynku. Przekłom zmęczeniowy bierze swój początek w miejscu skupienia naprężeń tzw. ognisku (rys. 3.8.).

Przełom ciągliwy wykazuje wydłużone fragmenty ziarn w kierunku działania siły (powstały przy rozciąganiu tworzy tzw. „plaster”), na przełomie kruchym nie ma widocznych odkształceń plastycznych.

Jeżeli zniszczenie materiału następuje przez ziarna to wtedy mamy do czynienia z przełomem transkryystalicznym, gdy po granicach ziarn to przełom taki jest międzykryystaliczny. Ziarna zachowują wówczas nieuszkodzone kształty a pojedyncze kryształy wystają wyraźnie ponad powierzchnię.



Rys. 3.7. Przełom doraźny z charakterystyczną ziar-
nistą, szorstką powierzchnią



Rys. 3.8. Przełom zmęczeniowy

Przełomy międzykryystaliczne występują w materiałach kruchych takich jak żeliwo, stal zahartowana, przełomy transkryystaliczne wzdłuż tzw. płaszczyzn łupliwości w materiałach ciągliwych. W temperaturach podwyższonych przełom jest najczęściej międzykryystaliczny a w niskich transkryystaliczny, obciążenie udarowe sprzyja powstawaniu przełomu transkryystalicznemu, a długotrwałe – międzykryystalicznemu.

3.4. Ocena powierzchni

Oceny jakości powierzchni dokonuje się zarówno dla półwyrobów jak i dla gotowych wyrobów.

Powierzchnia kęsisk, prętów kutych, walcowanych, blach, kształtowników, nie

powinna wykazywać pęknięć, zawałowań, łusek, uszkodzeń mechanicznych (rys, zagnieceń, zagięć) wykraczających poza wymiary dopuszczalne warunkami PN.

Wymagania stawiane jakości powierzchni gotowych wyrobów są najczęściej jeszcze wyższe i obejmują np. określanie gładkości, czystości (bez rdzy, zgorzeliny), wyglądu (bez wżerów i plam, jasna, błyszcząca, matowa, koloru szarego, czarnego itp.).

Wskazania dotyczące przebiegu badań

Jako zasadę należy przyjąć rozpoczęcie badań metalograficznych od powiększeń najmniejszych.

Taki sposób postępowania stanowi podstawę prawidłowej analizy struktury metali i stopów oraz umożliwia prawidłową ocenę badań metalograficznych.

Głównie z uwagi na racjonalność wykorzystania zastosowanego zabiegu w przygotowaniu próbek zaleca się następującą kolejność badań: ocena jakości powierzchni, badania defektoskopowe, badania cieplne, badania przełomów, zgładów nie trawionych i trawionych, badania mikroskopowe itd.

Oceny wyników dla konkretnego materiału, półwyrobu, gotowego wyrobu dokonuje się w oparciu o normy (PN, BN, ZN), warunki odbioru technicznego, instrukcje lub w odniesieniu do innej dokumentacji technicznej obowiązującej w takim przypadku. Nie stosuje się określeń w rodzaju zły – dobry, drobno – gruboziarnisty, głęboki – płytki, jeżeli nie podaje się konkretnych kryteriów ocen związanych z określoną normą, skalą czy wzorcem.

Niżej podane są normy, którymi należy posługiwać się przy dokonywaniu ocen badanych materiałów: /5/BN–78/0800–04, PN–64/H–04513, PN–60/H–04509, PN–66/H–04507, PN–57/H–04501.

3.5. Badania spoin

Szczególne zastosowanie mają badania makroskopowe złącz spawanych wykonywanych przy kwalifikowaniu sposobów spawania, przy kontroli jakości spawania i przy egzaminowaniu spawaczy.

W badaniach złączy spawanych ujawnia się:

1. błędy kształtu geometrycznego i wymiarów,
2. wady budowy spoiny (podtopienia, wycieki, przyklejenia, rozlewy, nawisy i braki przetopu),
3. nieciągłości w spoinie (jak porowatości, zażużenia, pęknięcia).

Wpływ tych wad zaznacza się przede wszystkim w wytrzymałości połączenia spawanego. Gruby nadlew powoduje usztywnienie złącza i miejscowe spiętrzenie naprężeń. Nieregularny kształt spoiny nie tylko obniża wytrzymałość złącza lecz również powoduje dużą stratę spoiwa.

Brak przetopu, rozlanie, nawisy (spoiwo nie wtapia się w metal rodzimy) zmniejszają

czynną grubość spoiny a tym samym obniżają jej wytrzymałość.

Podtopienia na brzegach spoiny zmniejszają przekrój złącza, a przy obciążeniach dynamicznych działając jako karb, obniżają wytrzymałość doraźną i zmęczeniową. Bardzo poważną wadą powodującą znaczny spadek wytrzymałości złącza są miejscowe braki wtopienia tzw. przyklejenia.

3.6. Przebieg ćwiczenia

3.6.1. Badania odlewów

- A. Cel badania: sprawdzenie wymiarów, ocena jakości powierzchni, wykrywanie wad wewnętrznych: nieciągłości materiału, obecności struktury dendrytycznej, segregacji strefowej.
- B. Urządzenia i materiały do badań: lupa, odczynniki chemiczne, próbki.
- C. Przebieg ćwiczenia: ocena wizualna okiem nieuzbrojonym i przy użyciu lupy powierzchni, przygotowanie próbek (przełomu i zgładu), obserwacja przełomu, badanie zgładu.
- D. Opracowanie wyników i sprawozdanie: w sprawozdaniu należy podać: przedmiot badań, cel badań, literaturę pomocniczą, sposób przygotowania próbek, przebieg badań, wyniki (rysunki, zdjęcia), wnioski.

3.6.2. Badania wyrobów hutniczych po przeróbce plastycznej (odkuwek)

- A. Cel badań: ocena jakości powierzchni i wymiarów (jeżeli norma techniczna na wyrób takie wymagania określa), badania przełomów (określenie ziarnistości, charakteru przełomu i ewentualnych wad), badanie zgładów nie trawionych i trawionych (stwierdzanie nieciągłości, struktury pierwotnej, włóknistości, segregacji strefowej, niejednorodności budowy).
- B. Urządzenia i materiały do badań: jak w p. 3.6.1.
- C. Przebieg ćwiczenia: ocena wizualna powierzchni, przygotowanie próbek (przełomu i zgładu w odpowiednim przekroju), badania przełomu i zgładu: ocena zgodnie z normą techniczną, jeżeli takie badania są przewidziane, próba Baumanna, trawienie celem ujawnienia segregacji fosforu, węglików, wielkości ziarna i makrostruktury, głębokie trawienie.
- D. Opracowanie wyników i sprawozdanie: opracowanie sprawozdania wg p. 3.6.1.

3.6.3. Badanie części maszyn po awarii

- A. Cel badań: ustalenie przyczyny awaryjnego uszkodzenia, poznanie warunków pracy

elementu, oraz okoliczności towarzyszących zniszczeniu.

- B. Urządzenia i materiały do badań: jak w p. 3.6.1.
- C. Przebieg ćwiczenia: sprawdzenie zgodności wymiarów i gatunku materiału z dokumentacją techniczną, ocena charakteru zniszczenia z obserwacji przełomu, badanie zgładów nie trawionych i trawionych (wykrywanie wad materiałowych, włóknistości, budowy strukturalnej i segregacji składu chemicznego).
- D. Opracowanie wyników: opracowanie sprawozdania zawierającego opis warunków pracy i ewentualnych okoliczności uszkodzenia części, analizę otrzymanych wyników, wnioski i zalecenia (zdjęcia, rysunki).

3.6.4. Badania spoin

- A. Cel badań: ocena jakości spoin na podstawie badań przez oględziny zewnętrzne, badania wytrzymałości i makroskopowe.
- B. Urządzenia i materiały do badań: złącza spawane, lupa, maszyna wytrzymałościowa.
- C. Przebieg ćwiczenia: oględziny zewnętrzne — prawidłowość zestawienia części łączonych, pomiary grani i lica oraz ocena wad powierzchniowych, badania cech wytrzymałościowych, badania makroskopowe — przygotowanie zgładów, ocena kształtu spoiny, obecność wad, jakości wtopienia i ocena materiału rodzimego.
- D. Opracowanie wyników i sprawozdania wg p. 3.6.1.

Pytania kontrolne

1. Scharakteryzować badania metalograficzne makroskopowe.
2. Jakie rodzaje badań przewidziane są w badaniach makroskopowych?
3. Wymienić wady wykrywalne przy oględzinach zewnętrznych wyrobów metalowych.
4. Jakich informacji dostarcza przełom?
5. Opisać przebieg badań przekrojów.
6. Podać zasadę racjonalnego przygotowania i wykorzystania preparatów do badań.
7. Podać związek pomiędzy technologią wykonania elementu a charakterystycznymi cechami strukturalnymi materiału: nieciągłościami, strukturą pierwotną, segregacją strefową, liniami płynięcia, włóknistością, niejednorodnością budowy i liniami Lüdersa.

Literatura

1. F. Staub i inni — Metaloznawstwo. Wyd. Śląsk. Katowice 1979
2. Z. Wendorff — Metaloznawstwo. PWN, Warszawa 1972
3. K. Wesołowski — Metaloznawstwo i obróbka cieplna, WNT, Warszawa, 1974

4. K. Przybyłowicz – Metaloznawstwo. Część I. AGH Kraków, 1980
5. Praca zbiorowa – Atlas metalograficzny struktur. Stal. WNT, Warszawa 1964
6. St. Prowans – Materiałoznawstwo. PWN, Warszawa 1977
7. PN–57/H–04501 Badania makrostruktury stali. Próba głębokiego trawienia.
PN–66/H–04507 Oznaczanie wielkości ziarna metali.
PN–60/H–04509 Próba przełomu niebieskiego.
PN–64/H–04513 Próba przełomu.
BN–78/0800–04 Metale nieżelazne. Wady powierzchni.

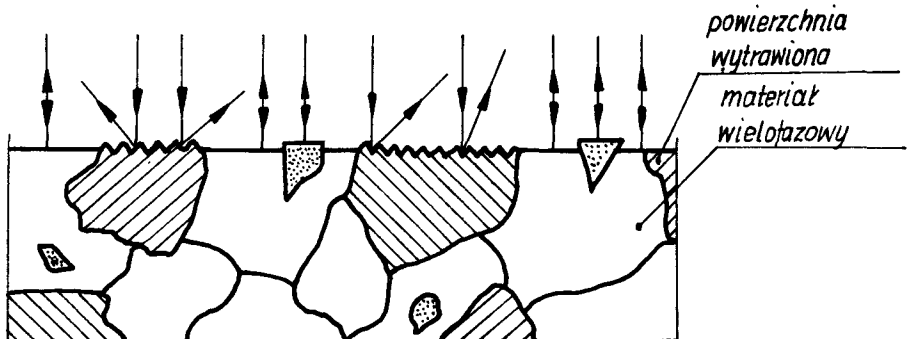
4. BADANIA METALOGRAFICZNE MIKROSKOPOWE

4.1. Wprowadzenie

W badaniach metalograficznych mikroskopowych, świetlny mikroskop jest nadal podstawowym narzędziem stosowanym w technice pomimo szybkiego rozwoju mikroskopii elektronowej. Poza stosowanymi wcześniej mikroskopami transmisyjnymi, ostatnio korzysta się często z mikroskopów elektronowych skanningowych (pracują na zasadzie odbicia wiązki elektronów od badanego obiektu).

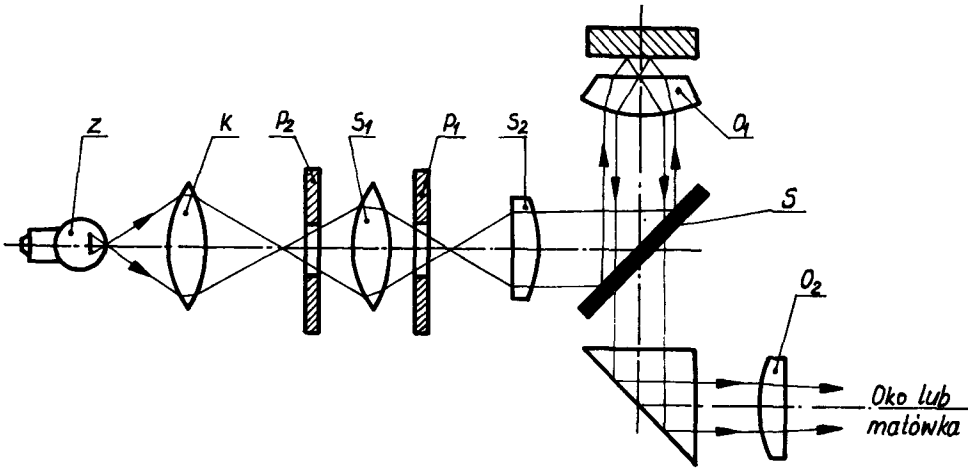
Badania mikroskopowe polegają na obserwacji powierzchni próbki odpowiednio przygotowanej (zgładu metalograficznego) przy powiększeniu od 50–2000 razy (mikroskop elektronowy powiększa 250000 x). Próbki – zgłady metalograficzne można obserwować po wypolerowaniu jak też po wypolerowaniu i wytrawieniu specjalnymi roztworami. Na zgładach nie trawionych można ocenić wszelkiego rodzaju wtrącenia niemetaliczne (ilość, rozmieszczenie, wielkość), obecność pęcherzy, rzadzisz, mikropęknięć itp., natomiast na zgładach trawionych ocenia się rodzaj, ilość, wielkość składników strukturalnych, wielkość ziarna, ich orientację, grubość powłok itp.

Przydatność metody mikroskopowej do badań metalograficznych uwarunkowana jest możliwością uzyskania określonego użytecznego powiększenia, które zależy od zdolności rozdzielczej mikroskopu i głębi ostrości. Powstawanie obrazu w mikroskopie metalograficznym i jego budowa została przedstawiona na rys. 4.1. i rys. 4.2.



Rys. 4.1. Powstawanie obrazu w mikroskopie świetlnym przez odbicie od powierzchni trawionej

4.2. Budowa mikroskopu metalograficznego



Rys. 4.2. Schemat budowy mikroskopu metalograficznego optycznego

Mikroskop metalograficzny różni się od biologicznego tym, że próbki bada się w świetle odbitym. Składowymi częściami mikroskopu są: źródło światła (Z), system kondensujący promienie (K), pomocnicze soczewki (S_1 i S_2), oświetlacz prostopadły lub ukośny (S), obiektyw (O_1), okular (O_2), przysłona P_1 ograniczająca pole widzenia i P_2 przysłona aperturowa.

Rzeczywiste powiększenie daje obiektyw, natomiast okular obraz powiększony przez obiektyw powtórnie powiększa bez ujawniania dodatkowych szczegółów. Powiększenie określa się jako stosunek wielkości liniowej obrazu przedmiotu do wielkości tego przedmiotu.

Powiększenie mikroskopu określone jest zależnością:

$$P = \frac{F}{f_{ob}} \cdot \frac{D}{f_{ok}} = P_{ob} \cdot P_{ok} \quad (4.1.)$$

gdzie:

P – powiększenie,

F – odległość pomiędzy obrazem obiektywu a ogniskiem przedmiotowym okularu,

D – odległość dogodnego widzenia = 250 mm,

f_{ob} – ogniskowa obiektywu,

f_{ok} – ogniskowa okularu,

P_{ob} – powiększenie obiektywu,

P_{ok} – powiększenie okularu

Powiększenie użyteczne mikroskopu określa się stosunkiem zdolności rozdzielczej oka, które równa się $200 \mu\text{m}$, do zdolności rozdzielczej mikroskopu, czyli

$$P_u = \frac{200}{d} \quad (4.2.)$$

P_u – powiększenie użyteczne,

d – zdolność rozdzielcza mikroskopu, przy czym $d = \frac{\lambda}{2A}$ dla ukośnego oświetlenia,

λ – długość fali światła widzialnego, przyjmuje się $\lambda = 0,55 \mu\text{m}$ (światła żółtego),

A – apertura numeryczna obiektywu, przyjmuje się za 1,0, stąd:

$$d = \frac{0,55}{2,0} = 0,275,$$

zatem

$$P_u = \frac{200}{0,275} = 750$$

Dla A różnej od 1,0 i uwzględniając zakres długości fali światła widzialnego, powiększenie użyteczne mikroskopu posiada praktyczną wartość:

$$P_u = (500 \div 1000) \cdot A \quad (4.3.)$$

Właściwy dobór pary obiektywów – okular dokonuje się tak, aby powiększenie użyteczne nie przekraczało 750-krotnej apertury obiektywu. Stąd wynika, że obiektyw mający powiększenie własne 50x i aperturę $A = 0,55$ nie powinien być używany do obserwacji przy powiększeniach większych od 400x, w związku z czym powiększenie okularu nie powinno przekraczać 8x.

4.3. Zdolność rozdzielcza mikroskopu

Powiększenie mikroskopu uwarunkowane jest zdolnością rozdzielczą „ d ” obiektywu. Za zdolność rozdzielczą obiektywu uważa się najmniejszą odległość, którą można jeszcze rozróżnić pomiędzy dwoma równoległymi odcinkami na przedmiocie bez ich zlewania się w jedną linię w obserwacji mikroskopowej

$$d_1 = \frac{\lambda}{2A} \quad \text{dla ciemnego pola widzenia} \quad (4.4.)$$

lub
$$d_2 = \frac{\lambda}{A} \quad \text{dla jasnego pola widzenia} \quad (4.5.)$$

A – aperturę numeryczną obiektywu określa wzór:

$$A = n \sin \frac{\alpha}{2}, \text{ dla przypadku } d_2;$$

$$2A = n \sin \alpha, \text{ dla przypadku } d_1,$$

gdzie:

n – współczynnik załamania światła,

α – kąt rozwarcia soczewki.

Przy większej aperturze obiektywu otrzymuje się rozróżnienie drobniejszych szczegółów w strukturze. Im większa apertura tym mniejsza głębia ostrości ($1/A^2$). Racjonalny dobór A obiektywu dla uzyskania odpowiedniej głębii ostrości wynika z relacji:

$$A = \frac{0,3}{a} \quad (4.6.)$$

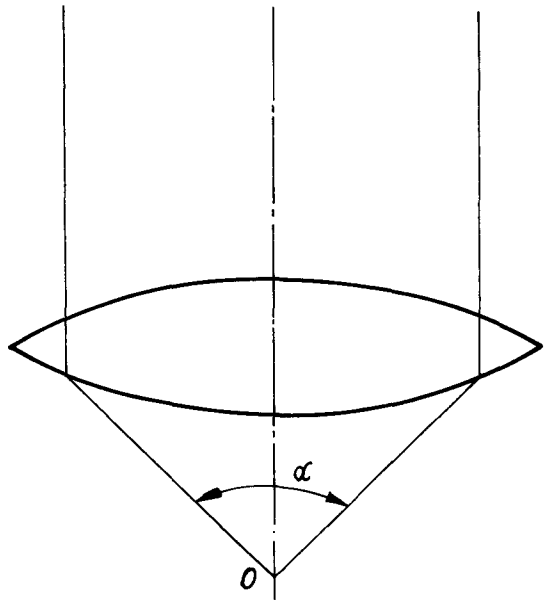
a – minimalna żądana wielkość szczegółów w μm .

Największa teoretycznie, numeryczna apertura A jest bliska $n \approx 1$ dla obiektywów tzw. „suchych” czyli takich, które pracują w „powietrzu”. Aperturę można zwiększyć przez zastosowanie

olejku cedrowego pomiędzy obiektywem a obserwowanym obiektem (dla olejku $n = 1,515$). Obiektywy te nazywane są imersyjnymi.

W soczewkach jak i ich zespołach występują błędy, które można zmniejszyć przez odpowiednią konstrukcję i dobór szkła w obiektywach.

W zależności od stopnia korekcji wyróżnia się achromaty – skorygowane pod względem aberacji chromatycznej w stosunku do widma żółto-zielonego, apochromaty – skorygowane do całego widma. Achromaty należy stosować przy fotografii łącznie z żółto-zielonymi filtrami i kliszami ortochromatycznymi. Apochromaty można stosować ze wszystkimi filtrami i materiałami fotograficznymi.



Rys. 4.3. Kąt apertury numerycznej obiektywu

Obiektywy planachromatyczne są w zasadzie achromatami z tym, że obraz pośredni (powiększany przez okular) dają płaski. Planachromatów używa się z okularami kompensacyjnymi.

Obiektywy fluorytowe są achromatami z tym, że niektóre soczewki wykonane są z fluorytu. Są to obiektywy jakościowo lepsze od poprzednio wymienionych i używa się ich do uzyskiwania większych powiększeń z okularami kompensacyjnymi. Monochromaty posiadają obiektywy z soczewkami kwarcowymi i służą do robienia zdjęć w świetle fioletowym. Nadają się one do pracy tylko z okularami kwarcowymi. Rodzaj obiektywu wygrawerowany jest na jego oprawie.

Okulary działają jak lupa powiększając obraz otrzymany przez obiektyw. Stosując okulary o różnym powiększeniu nie można uzyskać większego rozróżnienia szczegółów (dalszego zróżnicowania celem uwidocznienia mniejszych elementów) a jedynie obraz staje się większy i tym samym wyraźniejszy. Zdolność rozdzielcza „d” określa górną granicę racjonalnie zastosowanego powiększenia w mikroskopie optycznym, które wynosi 1500x (przy imersji). Dalsze powiększenie tylko rozciąga obraz jest to tzw. powiększenie „puste”. Jeżeli ma się do wyboru kilka par obiektyw—okular, to należy użyć taką parę, która ma silniej powiększający obiektyw, dla uzyskania tego samego powiększenia mikroskopu.

Stosowane są różne rodzaje okularów do obserwacji i zdjęć fotograficznych. Obrazy otrzymane w mikroskopie nie leżą w jednej płaszczyźnie lecz na kuli o dużej średnicy. Jeżeli więc chcemy otrzymać obraz ostry na matówce to okulary muszą być odpowiednio skorygowane. Do fotografii stosuje się okulary „projekcyjne” lub „Homale”, do obserwacji ortoskopowe do małych powiększeń i kompensacyjne korygujące aberacje lub „Huygensa” w zestawie z obiektywami „achromatami”. Okulary kompensacyjne w znacznym stopniu korygują błędy obiektywów. Stosuje się je do achromatów, apochromatów i planachromatów. Okulary „Homale” posiadają zdolność usuwania krzywizn pola, służą do mikrofotografii. Okulary ortoskopowe czyli periskopowe charakteryzują się dużym polem widzenia.

4.4. Metody badań

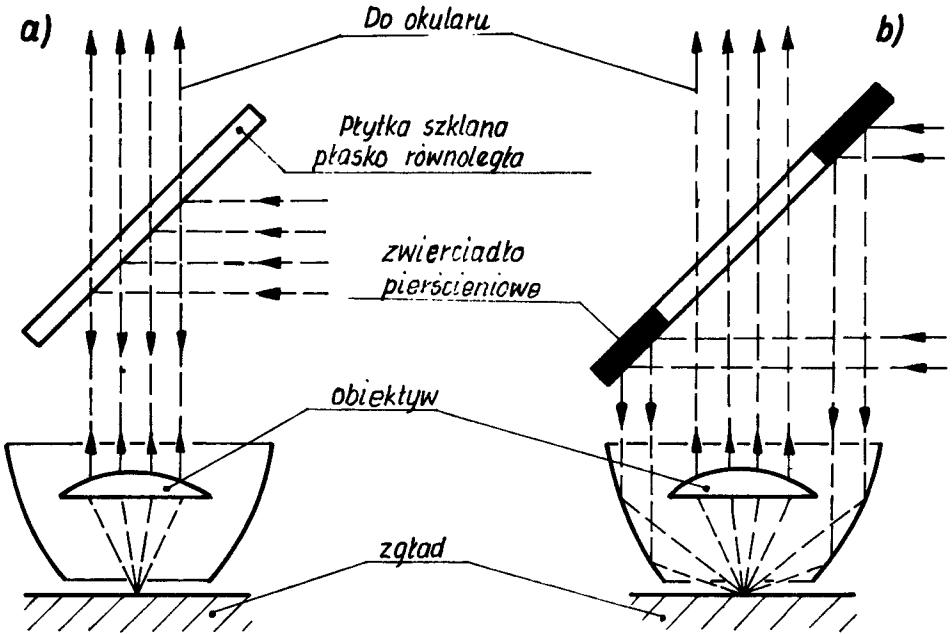
4.4.1. Badania w jasnym polu widzenia

Pod oświetleniem rozumie się sposób oświetlenia badanej próbki. Jeżeli światło pada prostopadle do obserwowanej powierzchni wówczas sposób ten nosi nazwę oświetlenia w polu jasnym (rys. 4.4.a). Do obserwacji wymagany jest kontrastowy obraz struktury. Obserwowane szczegóły muszą być ostre i wąskie. Do oświetlania używa się urządzeń optycznych zwanych oświetlaczami z układem soczewek i przesłon. Wysyłane światło ze źródła zostaje zebrane przez kolektor w płaszczyźnie przesłony aperturowej i skierowane w postaci snopa promieni do mikroskopu. Zmiana wielkości otworu tej przesłony

wywołuje zwiększenie lub zmniejszenie jasności obserwowanego obrazu. Druga przesłona pola widzenia nie zmniejsza jasności lecz usuwa szkodliwe refleksy zmniejszając kontrastowość.

4.4.2. Badania w ciemnym polu widzenia

Przy obserwacji w polu ciemnym próbka jest oświetlona skośnie (rys. 4.4.b).



Rys. 4.4. Oświetlacze do mikroskopów metalograficznych. a/ oświetlacz do obserwacji w jasnym polu widzenia, b/ oświetlacz do obserwacji w ciemnym polu widzenia (liniami przerywanymi oznaczono bieg promieni świetlnych)

Oświetlenie skośne pozwala zwiększyć zdolność rozdzielczą lecz wyraźnie pociemnia obraz co wymaga dłuższego naświetlania przy robieniu zdjęć.

Badania umożliwiają ujawnianie bardzo drobnych szczegółów ponieważ wyraźniej zaznaczają się one na czarnym tle obrazu. Dobrze uwidaczniają się rysy, zadrapania, wgłębienia (wady powierzchni), a najbardziej użyteczna jest ta metoda przy identyfikacji wtrąceń niemetalicznych.

4.4.3. Metoda światła spolaryzowanego

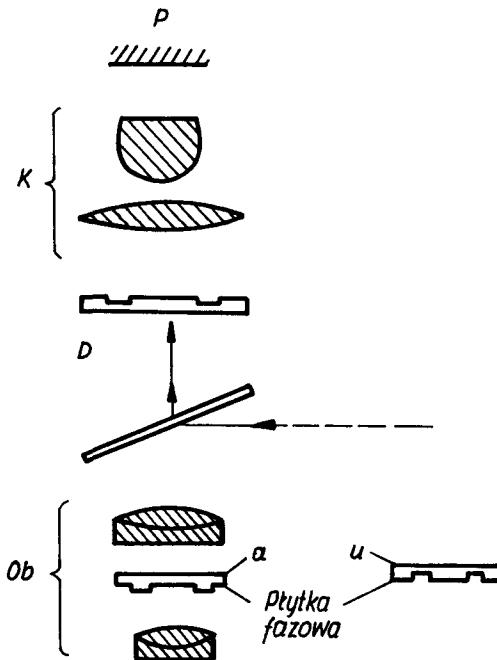
Obserwacji zgatadu w świetle liniowo spolaryzowanym można dokonać włączając

w bieg promieni (między źródło światła a okular) polaryzator i analizator. Obserwacja w świetle spolaryzowanym stosowana jest w przypadku konieczności podwyższenia kontrastu ziarn, ustalenia ich względnej orientacji, oceny jakościowej składu fazowego i identyfikacji niektórych faz. Powierzchnia zgładów nie powinna wykazywać reliefu – nierówności powierzchni. Relief powierzchni jako skutek trawienia, a także rysy utrudniają prowadzenie badań, dlatego obserwację prowadzi się na zgładach polerowanych mechanicznie (polerowanie elektrolityczne jest nieprzydatne). Światło spolaryzowane umożliwia obserwację struktury dzięki powstawaniu kontrastu ziarn wynikającego z anizotropowości optycznych tych ziarn.

Metoda jest mniej przydatna przy obserwacji znacznych powiększeń, gdyż obiektywy o dużej aperturze wprowadzają dodatkową zmianę fazy w odbitej wiązce światła spolaryzowanego.

4.4.4. Metoda kontrastu fazowego

Metoda ta polega na wykorzystaniu nieznacznych różnic w fazie światła odbitego od powierzchni zgładu. Po odbiciu promieniowania od poszczególnych składników strukturalnych zgładu wykazujących małe różnice wysokości, podlega ono różnym



Rys. 4.5. Schemat optycznych części mikroskopu przy użyciu kontrastu fazowego

ugięciom co wyraźnie wpływa na przesunięcia w fazie rozproszonych promieni. Przez włączenie w bieg promieni świetlnych tzw. płytki fazowej otrzymuje się kontrast. Czułość tej metody jest bardzo duża, można wykrywać szczegóły struktury o różnicach w wysokości na zgładzie powyżej 5,0 nm. Brak kontrastu barwy lub zmian w refleksie nie wyklucza możliwości obserwacji szczegółów struktury. Stosowanie kontrastu fazowego wymaga następujących dodatkowych urządzeń mikroskopu:

- a/ przesłony pierścieniowej włączonej w miejsce przesłony pola widzenia (D),
- b/ dodatkowe soczewki do wytworzenia obrazu w miejscu płytki fazowej (K),
- c/ płytkę fazową włączoną w układ

soczewek obiektywu; różnica w grubości pierścienia na płytce jest tak dobrana, że światło o określonej długości fali doznaje w nim opóźnienia o $1/4 \lambda$ (rys. 4.5.).

Promienie przechodzące przez płytkę w zależności od tego, w którym miejscu przez nią przechodzą doznają opóźnień w fazie o $1/4$ długości fali. Współdziałanie dodatkowe elementów w mikroskopie stwarza kontrasty w obrazie mikroskopowym.

Metoda kontrastu interferencyjnego umożliwia obserwacje topografii powierzchni w tych przypadkach, gdy różnice wysokości szczegółów są rzędu $\frac{1}{20} \lambda$, co odpowiada 2,5 nm. Zasada kontrastu interferencyjnego polega na nakładaniu się promieni świetlnych odbitych od szczegółu oraz dodatkowej powierzchni pomocniczej (w kontraście fazowym interferują promienie ugięte i odbite od tego samego szczegółu).

Odmianą kontrastu interferencyjnego jest tzw. kontrast Nomarskiego. Przesunięcie obrazu względem siebie uzyskuje się przez wprowadzenie do układu optycznego mikroskopu, pryzmatu Wollastona. Przy doborze przesunięcia obrazu i dodatkowym włączeniu polaroidów następuje wzmacnianie jednych i wygaszanie innych promieni, co daje obraz plastyczny i barwny. Badania prowadzi się zarówno na zgładach polerowanych jak i trawionych.

4.4.5. Badania w temperaturach podwyższonych (metalografia wysokotemperaturowa)

Zastosowanie urządzenia do badań metalograficznych w podwyższonych temperaturach umożliwia obserwację struktur istniejących w podwyższonych temperaturach jak również śledzenie zmian zachodzących w tych warunkach, np. alotropowych i fazowych, w procesach rekrytalizacji, spiekaniu itd. Badanie kinetyki przemian ułatwia rejestracja zmian struktury na taśmie filmowej.

W metodzie tej struktura ujawnia się dzięki tzw. trawieniu cieplnemu. Próbkę z przygotowanym zgładem umieszcza się w przestrzeni grzejnej z próżnią od 10^{-3} – 10^{-5} mmHg (0,13 – 0,001 Pa). Przy wysokiej temperaturze w próżni następuje odparowanie metalu z granic ziarn lub miejsc bardziej odkształconych. Również dzięki zmianom objętości zachodzącym w przemianach alotropowych powstaje relief na zgładzie.

Trawienie zgładu można przeprowadzić metodą bombardowania powierzchni badanej jonami rozrzedzonego gazu, którym prędkość i kierunek nadaje przyłożone pole elektryczne o określonym potencjale, w odpowiednio ustalonej próżni np. 10^{-2} mmHg (1,33 Pa). Jest to tzw. trawienie jonowe. Metoda badań mikroskopowych stopów w podwyższonych temperaturach posiada poważne znaczenie w badaniach naukowych.

4.5. Przebieg badań mikroskopowych

Badania mikroskopowe wymagają dokładnego przygotowania powierzchni zgładów w celu prawidłowego uzyskania informacji o budowie wewnętrznej materiałów i jej zmianach wywołanych obróbką cieplną, cieplno-chemiczną, plastyczną itp.

Powierzchnia próbek przygotowywana jest przeważnie poprzez następujące zabiegi: wycinanie, szlifowanie, polerowanie oraz trawienie. Zgłady ukośne są coraz częściej stosowane w przypadkach badania cienkich warstw dyfuzyjnych, powłok galwanicznych itd. Jeżeli bada się warstwy przypowierzchniowe, celem uzyskania należytej ostrości obrazu przy dużych powiększeniach (uniknięcia zaokrąglenia krawędzi) stosuje się różne zabezpieczenia krawędzi próbek przed przystąpieniem do szlifowania. Często mocuje się je w odpowiednich uchwytach, inkluduje (zatapia) w niskotopliwych metalach (np. stop Wooda) lub tworzywach sztucznych a najlepiej metodą nakładania na powierzchnię próbki powłoki galwanicznej. Wstępnie badaną powierzchnię wygładza się pilnikiem, papierem ściernym o dużej ziarnistości lub na szlifierkach.

Szlifowanie przeprowadza się kilkustopniowo począwszy od papieru nr 100 poprzez 200, 300, 400, 600 aż do numeru 800–1000. Przy przechodzeniu na papiery o drobniejszych ziarnach należy za każdym razem spłukać próbkę celem dokładnego usunięcia materiału ściernego (większych ziarn). Przez cały czas trwania zabiegu, gdy uzyska się całkowitą równoległość rys wzdłuż szlifowania próbkę obraca się pod kątem 90° i na przemian powtarza proces.

W tabeli podano twardości kilku materiałów ściernych i polerujących.

	Twardość wg Mohsa
MgO	6
Fe ₂ O ₃ (czerwień polska)	6
Proszek (65% Al ₂ O ₃ + 35% Fe ₃ O ₄)	8
Al ₂ O ₃ (korund)	9–9,3
SiC (karborund)	9,5
B ₄ C (węgiel boru)	9,75
diament	10

Polerowania dokonuje się na poziomo ustawionych tarczach obrotowych wyłożonych filcem, pokrytych zawiesiną wodną Al₂O₃. Polerowanie powinno trwać aż do zaniku rys spowodowanych szlifowaniem. Długie polerowanie jest niekorzystne z wielu powodów jak: powiększania zagłębień, zaciągania materiału i zniekształcania struktury. Należy podkreślić duży wpływ polerowania zgładu na wyrazistość i wierne odwzorowanie struktury.

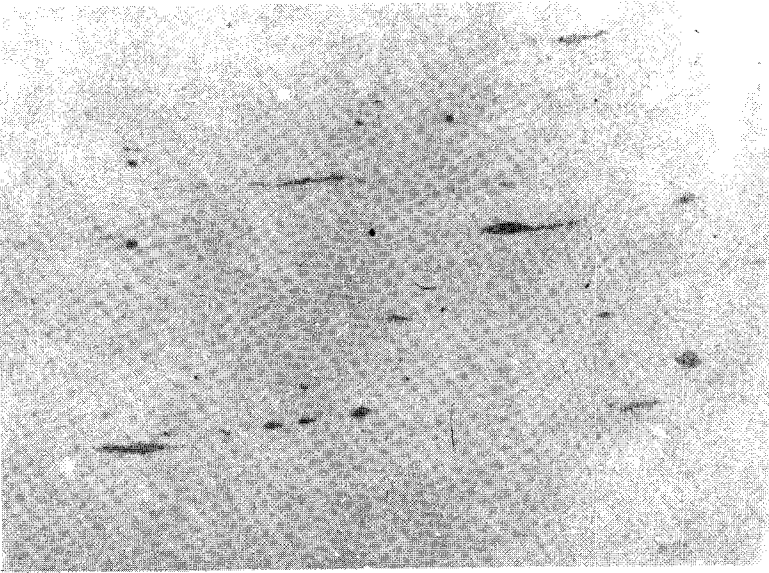
Polerowanie mechaniczne powoduje zmiany struktury w warstwie powierzchniowej. Grubość warstwy o zniekształconej strukturze zależy od twardości polerowanego materiału. Przez stosowanie wielokrotnego kolejnego polerowania i trawienia można uzyskać nie zniekształconą strukturę. Polerowanie może powodować wykruszenie z powierzchni zgładu materiału miękkiego wtrąceń niemetalicznych, dlatego też stosuje się często hartowanie i bardzo krótkie polerowanie.

Polerowanie elektrolityczne pozwala uniknąć wyżej wymienionych wad, jednak nie zawsze jest przydatne dla stopów wielofazowych na skutek powstawania na powierzchni

mikroogniw, które utrudniają wyrównanie powierzchni (różnice potencjału elektrochemicznego poszczególnych ziarn).

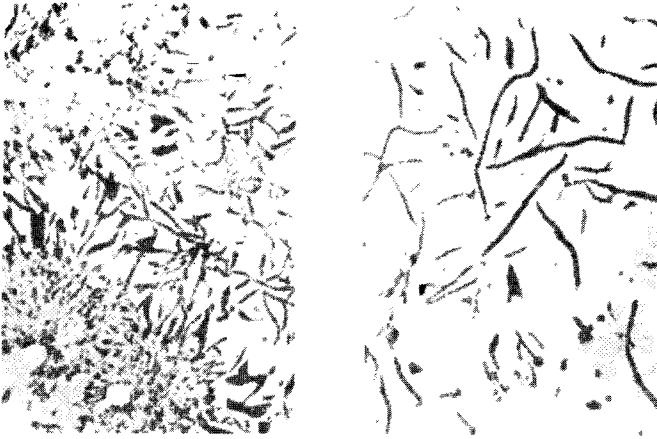
Niedogodności polerowania elektrolitycznego polegają na trudnościach doboru odpowiedniego dla określonego materiału składu roztworu — elektrolitu, parametrów prądowych oraz czasu polerowania. Próbkę zanurza się w elektrolicie z połączeniem bieguna (+) z anodą. Po polerowaniu próbkę spłukuje się ciepłą lub zimną wodą, następnie alkoholem i w końcu suszy strumieniem ciepłego powietrza. Kontrolę jakości polerowania prowadzi się często przy pomocy mikroskopu.

Mikro-elektropolerki służą do wypolerowania powierzchni zglądu i równoczesnego jego wytrawiania z możliwością kontroli w trakcie polerowania. Bezpośrednio po polerowaniu na powierzchni zglądu można obserwować wtrącenia niemetaliczne (rys. 4.6.), a w żeliwach grafit (rys. 4.7.).



Rys. 4.6. Obserwowane pod mikroskopem wtrącenia niemetaliczne na powierzchni nietrawionej (pow. 100x)

Mikrostrukturę wypolerowanej próbki metalu ujawnia się przez trawienie. W zależności od celu badania dobiera się odpowiedni sposób trawienia. Spośród kilku metod trawienia najczęściej stosuje się metodę opartą na selektywnym rozpuszczaniu miejsc o niższym potencjale elektrochemicznym. Miejsca o potencjale elektrochemicznym niższym w stosunku do pozostałej powierzchni zglądu, o charakterze elektroanodowym w utworzonym mikroogniwie, stają się anodami, dlatego ulegają trawieniu. Miejscami takimi są granice ziarn, faz, wtrącenia o charakterze elektroanodowym, punkty wyjścia na powierzchnię linii dyslokacji.



Rys. 4.7. Grafit w żeliwie szarym zwykłym widoczny na powierzchni polerowanej nietrawionej

W innych metodach trawienia wykorzystuje się reakcje wymiany między składnikami odczynnika, a niektórymi składnikami trawionego metalu.

Produkty reakcji osadzają się w postaci warstw o różnej grubości i orientacji na powierzchni ziarn co powoduje różną interferencją światła, tym samym możliwa jest obserwacja struktury. W trawieniu wysokotem-

peraturowym (ciepłym) w próżni omówionym w rozdziale „Badania w temperaturach podwyższonych” następuje najintensywniejsza sublimacja atomów z obszarów i miejsc o podwyższonej energii swobodnej (zdefektowanych). Na powierzchni zglądu powstaje relief wskutek zróżnicowanej szybkości sublimacji atomów.

Zjawisko selektywnej sublimacji atomów z różnych miejsc powierzchni trawionej wykorzystywane jest również w trawieniu jonowo-katodowym. Polega ona na bombardowaniu powierzchni zglądu naładowanymi dodatnio jonami ciężkich gazów szlachetnych. Jony uderzając o powierzchnię najłatwiej wybijają atomy o podwyższonej energii swobodnej, co umożliwia uzyskanie obrazu struktury.

Efekty uzyskiwane w wyniku trawienia uzasadniają jego podział na wytrawianie granic ziarn i uzyskiwanie figur trawienia. Nadwyżka energii swobodnej na granicach ziarn, w obecności domieszek obcych atomów, powoduje, że atomy tam znajdujące się są słabiej związane z podłożem niż pozostałe atomy powierzchniowe. Różne zabarwienie ziarn tej samej fazy wynika z odmiennej orientacji krystalograficznej ziarn względem płaszczyzny zglądu. Płaszczyzny o gęstym upakowaniu atomów są słabiej trawione gdyż atomy są silniej ze sobą związane niż na płaszczyznach o rzadszym upakowaniu. Powiększona energia swobodna atomów w obszarze osi dyslokacji wychodzącej na powierzchnię cechuje zwiększoną rozpuszczalność, podobnie jak w przypadku granic ziarn. Kształt powstających jamek trawienia w obecności wychodzących osi dyslokacji zależy od kierunku przecięcia ziarna płaszczyzną zglądu.

Do trawienia chemicznego stali używa się najczęściej 1–5% roztwór kwasu azotowego w alkoholu – Nital. Dla każdego metalu i stopu istnieje wiele roztworów podanych w tablicy 4.1. Powierzchnię zglądu trawi się – co jest w powszechnym użyciu – tępomem z wety nasyconym roztworem trawiącym lub rzadziej przez zanurzenie i poruszanie

dla usunięcia powstających pęcherzyków gazu. Lekkie zmatowienie wypolerowanej powierzchni często wystarcza do ujawniania charakterystycznych cech struktury. Natychmiast po trawieniu zgład płucze się dokładnie w bieżącej wodzie i alkoholu, a w końcu suszy w strumieniu ciepłego powietrza.

Tablica 4.1.

Odczynniki stosowane najczęściej w mikroskopowych badaniach stopów żelaza

Odczynnik	Skład chemiczny		Warunki trawienia (temperatura, czas)	Zastosowanie
1	2		3	4
Nital	2–5 cm ³ 100 cm ³	kwasu azotowego alkoholu etylowego	20°C kilka do kilkunastu sek.	Odczynnik uniwersalny do stali i żeliw węglowych i niskostopowych. Ujawnia granice ziarn, trawi także ziarna ferrytu, których zabarwienie zależne jest od orientacji
Pikral	2–5 g 100 cm ³	kwasu pikrynowego C ₂ H ₅ OH	20°C do kilku minut	Jak wyżej; w metalografii optycznej stosowany do stali wyżarzonych; w metalografii elektronowej także do hartowanych i ulepszonych
Bechet-Beaujarda	5 g 100 cm ³ 0,5 g	kwasu pikrynowego wody alkilosulfonianu sodu	dobrac eksperymentalnie	Ujawnianie granic ziarn austenitu w stalach zahartowanych i ulepszonych
Roztwór wodny nadsiarczamu amonu	10 g	nadsiarczamu amonu	20°C do kilkunastu sek.	Do stali niskowęglowych, transformatorowych, a także austenitycznych. Zabarwia powierzchnię ziarn ferrytu i austenitu, ujawnia figury trawienia w ferrytyce
Zasadowy pikrynian sodowy	25 g 2 g 75 cm ³	wodortlenku sodu kwasu pikrynowego wody	ok. 50°C kilka do kilkunastu minut	Do stali węglowych i niskostopowych. Trawi (zaciemnia) cementyt i azotki żelaza
Vilella	10 cm ³ 20 cm ³ 30 cm ³	kwasu azotowego kwasu solnego gliceryny	ok. 50°C kilka do kilkunastu msekund	Do wysokostopowych stali chromowych, szybkołącznych i manganowych austenitycznych. Trawi granice ziarn
Roztwór kwasu solnego, azotowego, i fluorowodoru	70 cm ³ 10 cm ³ 6 cm ³ 100 cm ³	kwasu solnego kwasu azotowego fluorowodoru wody	ok. 50°C do kilku minut	Do stali 18-8. Zabarwia powierzchnie ziarn austenitu

c. d. tablicy 4.1.

1	2	3	4	
Murakami	10 g 10 g 100 cm ³	żelazicyjan- ku potasu wodorotlen- ku sodu wody	20 ^o C do kilku min. 60 ^o C ok. 40 min	Do stali stopowych narzędziowych. Trawi węgliki stopowe Do stali 18-8. Trawi wysokotemperatu- rowy ferryt (δ)
Roztwór wodorotlen- ku sodu i żelazicy- janku pota- sasu	30 g 30 g 60 cm ³	wodorotlen- ku sodu żelazicy- janku pota- su wody	temperatura wrzenia do kilku minut	Do stali wysokostopowych Cr i Cr-Ni. Identyfikacja ferrytu (zabarwiany na żółto) oraz fazy δ (zabarwiana na nie- biesko)
Pikral	0,5-1 cm ³ 100 cm ³	kwasu pikry- nowego alkoholu etylowego	20 ^o C do kilku minut	Do żelaza i stali niskowęglowej
Nital/ /pikral	a) 1 cm ³ 99 cm ³ b) 0,5 cm ³ 100 cm ³	kwasu azo- towego alkoholu etylowego kwasu pi- krynowego alkoholu etylowego	20 ^o C ok. 1 min w nitalu, na- stępnie ok. 5 min w pikralu	Ujawnianie rozkładu i gęstości dyslo- kacji przez ujawnianie jamek trawienia

4.6. Ilościowa ocena mikrostruktury metali za pomocą skal wzorców

Ocenę ilościową analizowanej mikrostruktury przeprowadza się najczęściej metoda-
mi porównawczymi, wzrokowo za pomocą porównywania jej z odpowiednimi wzorcami
skali. Skale wzorców składają się z serii fotografii ułożonych w porządku stopniowego
wzrostu określonego składnika mikrostruktury, który jest przedmiotem badania. Zasad-
niczą cechą metody jest określenie stopnia udziału składnika badanego w mikrostruktu-
rze, np.

- 1/ określenie stopnia zanieczyszczenia stali wtrąceniami niemetalicznymi PN-64/H-
-05410
- 2/ mikrostruktura stalowych wyrobów hutniczych (wzorce) PN-66/H-04505
- 3/ cementyt trzeciorzędowy, pasmowość, struktura Widmannstättena PN-63/H-
-04504

lub wiąże się z określoną zależnością porządkowy numer wzorca z wielkością geometrycz-
nego parametru badanego składnika:

- 1/ klasyfikacja grafitu i węgla żarzenia w żeliwie według PN–60/H–04661
- 2/ oznaczanie wielkości ziarna metali PN–66/H–04507.

Metoda porównawcza posiada szereg wad. Wzrokowe porównywanie z fotografiami jest mało dokładne i w dużym stopniu subiektywne. Stwierdza się w niej brak powtarzalności i odtwarzalności wyników. W grę wchodzi tu precyzja ocen, skokowy charakter skali wzorców, ilość i dyspersja badanego składnika, rodzaj zgładu przygotowanego do badań, szczególnie ważny w materiale po przeróbce plastycznej, prostopadły czy równoległy do osi odkształcenia.

Pytania kontrolne

1. Cel badań mikroskopowych.
2. Opisać budowę mikroskopu metalograficznego.
3. Co to jest powiększenie mikroskopu i powiększenie użyteczne?
4. Apertura obiektywu, a zdolność rozdzielcza mikroskopu.
5. Jaka jest funkcja obiektywu, a jaka okularu?
6. Na jakiej zasadzie opiera się obserwacja przedmiotu w jasnym polu widzenia, a na jakiej w ciemnym polu widzenia?
7. Metoda światła spolaryzowanego i kontrastu fazowego oraz ich przydatność.
8. Opisać przebieg przygotowania próbek do badań mikroskopowych, jaki jest cel poszczególnych zabiegów: inkludowania, szlifowania, polerowania oraz trawienia?
9. Podać krótką charakterystykę ilościowej oceny mikrostruktury za pomocą skal wzorców.

Literatura

1. F. Staub i inni – Metaloznawstwo. Wyd. Śląsk, Katowice 1979
2. Z. Wendorff – Metaloznawstwo. PWN, Warszawa 1972
3. St. Prowans – Materiałoznawstwo. PWN, Warszawa 1977
4. K. Przybyłowicz – Metaloznawstwo. Część I. AGH, Kraków 1980
5. Praca zbiorowa – Atlas metalograficzny struktur. Stal. WNT, Warszawa 1964

5. STRUKTURY I WŁAŚCIWOŚCI STALI W STANIE WYŻARZONYM

5.1. Fazy i składniki strukturalne w układzie Fe-Fe₃C

Struktury stali węglowych w stanie wyżarzonym można rozpatrywać w oparciu o wykres równowagi żelazo-węgiel. Istnieją dwa rodzaje układów równowagi:

żelazo – grafit – układ stabilny

żelazo – cementyt – układ metastabilny (rys. 5.1.).

Przy analizowaniu przemian fazowych i struktur stali praktycznie wykorzystuje się układ Fe-Fe₃C. Stopy zawierające do ok. 2% węgla otrzymywane w procesie stalowniczym, po przejściu przez stan ciekły obrabialne plastycznie uważane są za stale. Wszystkie techniczne stopy żelaza zawierają zawsze oprócz Fe i C pewne ilości innych pierwiastków jako wynik procesu metalurgicznego. Spośród nich Mn i Si oraz minimalne ilości Cr, Ni, Cu wpływające korzystnie na własności, traktuje się jako domieszki, natomiast P, S, O, H, N, które wpływają ujemnie – jako zanieczyszczenia. Jeżeli domieszki lub inne pierwiastki celowo wprowadzone do stali przekraczają umowne wartości (jak niżej), to taką stal zalicza się do stopowych. Zawartości tych pierwiastków nie przekraczają zwykle następujących ilości:

mangan – 0,8%

krzem – 0,4%

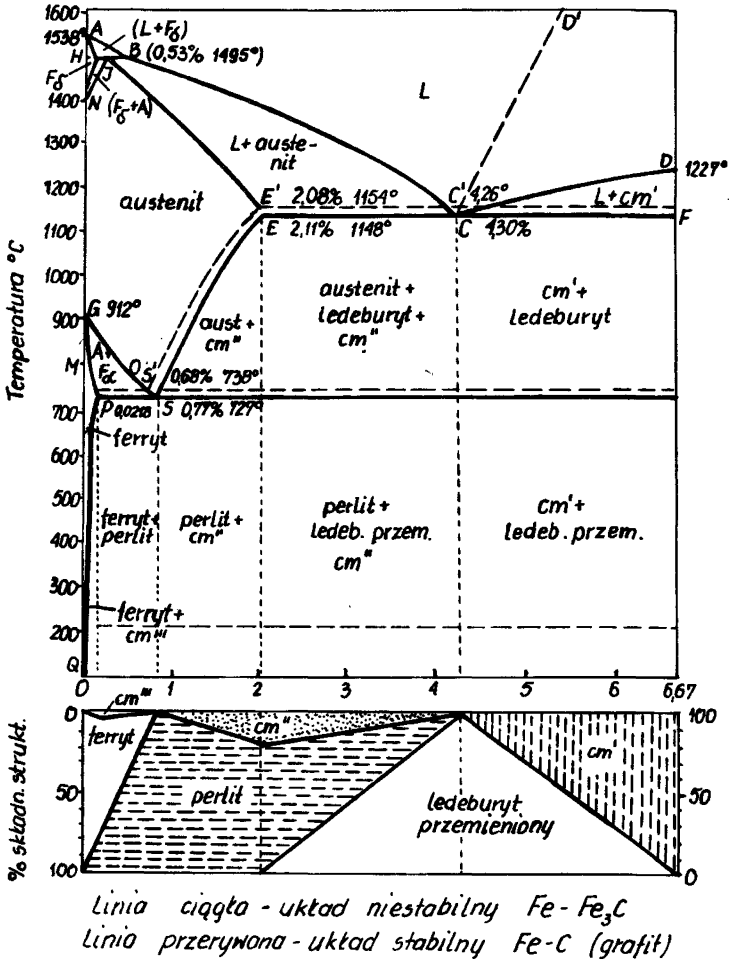
fosfor – 0,05%

siarka – 0,05%

miedź – 0,3%

Do stali niestopowych stosuje się często nazwę – stale węglowe, co nie jest właściwe albowiem wszystkie stale zawierają węgiel; poprawniejsza nazwa to – stale zwykłe. Po wolnym chłodzeniu stale zwykle mają strukturę zbliżoną do struktur stanu równowagi. W odniesieniu do punktu S układu Fe-Fe₃C, stale te można podzielić na trzy zasadnicze grupy:

- I – stale podeutektoidalne, których struktura przy temperaturze otoczenia składa się z dwóch składników strukturalnych: ferrytu i perlitu; są to stale zawierające do 0,8% węgla;
- II – stale eutektoidalne o strukturze perlitycznej; zawartość węgla w tych stalach jest zbliżona do 0,8%;



Rys. 5.1. Układ równowagi żelazo-cementyt [4]

III – stale nadeutektoidalne, zawierające składniki strukturalne: perlit i cementyt wtórny; są to stale o zawartości węgla od 0,8% do 2,1%.

Przy bardzo niskiej zawartości węgla, praktycznie poniżej 0,1% stal ma strukturę prawie całkowicie ferrytyczną. W miarę wzrostu zawartości węgla, ilość perlitu w strukturze powiększa się do składu eutektoidalnego tworząc perlityczną strukturę. Przy dalszym wzroście zawartości węgla pojawia się na granicach ziarn perlitu cementyt

wtórny w postaci siatki, która pogrubia się wraz z zawartością węgla. W stalach zwykłych w stanie równowagi można wyróżnić następujące składniki strukturalne:

1. Ferryt – jest to roztwór stały węgla w żelazie α . Rozpuszczalność węgla w żelazie α przy temperaturze eutektoidalnej wynosi 0,025% zaś przy temperaturach normalnych zaledwie 0,008%. Ferryt ma niską wytrzymałość i twardość ($HB = \text{ok. } 80$, $R_m = \text{ok. } 300 \text{ MPa}$), natomiast dużą plastyczność i udarność ($A_5 = 50\%$, $KM = 200 \text{ J/cm}^2$).
2. Cementyt jest węglikiem żelaza (Fe_3C), zawiera 6,67% C i krystalizuje w układzie rombowym. Cementyt jest składnikiem twardym (ok. 820 HB) o dużej kruchości. W stalach nadeutektoidalnych cementyt występuje jako oddzielny składnik strukturalny, zazwyczaj w postaci siatki na granicach ziarn perlitu. Wyróżniamy cementyt pierwotny powstały z fazy ciekłej, wtórny wydzielony z austenitu w fazie stałej i trzeciorzędowy wydzielany wzdłuż linii PQ.
3. Perlit jest eutektoidalną mieszaniną ferrytu i cementytu, zawierającą 0,8% węgla. Powstaje on z rozkładu austenitu przy temperaturze 727°C . W stalach wolno chłodzonych perlit posiada budowę pasemkową, tj. zbudowany jest z na przemian ułożonych płytek ferrytu i cementytu. Cienkie płytki kruchego cementytu w miękkim i plastycznym ferrycie nadają perlitowi większą twardość i wytrzymałość przy gorszych własnościach plastycznych, wszelako bez objawów kruchości. Stal eutektoidalna o strukturze czysto perlitycznej wykazuje następujące własności: $HB = \text{ok. } 240$, $R_m = \text{ok. } 850 \text{ MPa}$, $A_5 = \text{ok. } 10\%$; dane te dotyczą perlitu grubopasemkowego. Ze zmniejszającą się grubością pasemek ferrytu i cementytu, tj. ze wzrastającym stopniem dyspersji perlitu, zwiększa się jego twardość i wytrzymałość przy obniżeniu własności plastycznych.

W drodze odpowiedniej obróbki cieplnej (wyżarzania zmiękczającego) można uzyskać sferoidyzację cementytu i otrzymuje się wówczas perlit z cementytem kulkowym o strukturze globularnych węglików na tle osnowy ferrytycznej. Tego rodzaju perlit posiada niską twardość i dobre własności plastyczne.

4. Austenit jest roztworem stałym węgla w żelazie $\text{Fe}\gamma$ (o najmniejszej obj. wł.) o strukturze A1. W stalach zwykłych poniżej A_1 austenit jest nietrwały – ulega eutektoidalnemu rozpadowi na mieszaninę ferrytu i cementytu. Ilość rozpuszczonego węgla wynosi od 0,8% w temperaturze 727°C do 2,1% w temp. 1148°C . Jest to faza stosunkowo twarda, o znacznej wytrzymałości przy tym bardzo ciągliwa (o złej skrawalności). Na obrazie mikroskopowym ma wygląd równoosiowych ziarn o prostoliniowych granicach.
5. Ledeburyt jest mieszaniną eutektyczną nasyconego austenitu i cementytu pierwotnego o zawartości 4,3% węgla, krystalizującą w temp. 1148°C . Poniżej temperatury eutektycznej zaczynają się wydzielenia Fe_3C wtórnego wskutek zmniejszania się rozpuszczalności węgla w austenicie. W temp. A_1 austenit podlega rozpadowi na ferryt i cementyt wtórny. Wtedy poniżej temperatury punktu S ledeburyt składa

się z cementytu pierwotnego, wtórnego oraz perlitu i nosi nazwę ledeburytu przemienionego.

5.2. Przemiana perlitu w austenit

Układ Fe-Fe₃C wyjaśnia jakie przemiany zachodzą przy zmianach temperatury z pominięciem jednak czasu. W stali o strukturze perlitycznej w warunkach powolnego nagrzewania po ociążeniu temperatury Ac₁, rozpoczyna się przemiana alotropowa Fe α → Fe γ przebiegająca na płytkach ferrytu. Na granicy styku dwóch faz o zupełnie różnej zawartości węgla w ferrytycie i cementycie powstaje zarodek austenitu, który rozrastając się wypełnia ziarno ferrytu. Następuje przebudowa sieci przestrzennej Fe α (A2) na Fe γ (A1). W miarę postępu przemiany alotropowej austenit ubogi w węgiel nasyca się nim wskutek natychmiastowego rozpuszczania się sąsiednich płytek Fe₃C przy wzroście temperatury. W stali podeutektoidalnej o strukturze ferrytyczno-perlitycznej po nagraniu do Ac₁ perlit w opisany sposób przemienia się w austenit. Dalsze nagrzewanie powoduje przemianę zachodzącą stopniowo w ziarnach ferrytu, prowadząc do powstania ziarn austenitu ubogich w węgiel. W stali nadeutektoidalnej o strukturze perlityczno-cementytowej po nagraniu do Ac₁, perlit przemienia się w austenit jak wyżej a wzrost temperatury powoduje stopniowe rozpuszczanie się cementytu w austenicie. Proces trwa aż do punktu Ac_{cm}. Małe szybkości nagrzania sprawiają, że temperatury przemiany nieznacznie odbiegają od temperatur równowagowych, ale przebiega ona bardzo wolno. Duże szybkości nagrzewania, powodują znaczne podwyższenie temperatury przemiany w stosunku do warunków równowagowych.

5.3. Rozrost ziarn austenitu

W przemianie eutektoidalnej przy nagrzewaniu obserwuje się w praktyce zmniejszenie wielkości ziarna austenitu w stosunku do ziarna perlitu. Przy bardzo małych szybkościach nagrzewania austenit osiąga wielkość pierwotnego ziarna, charakterystyczną dla danej stali. Bardzo duże szybkości nagrzewania powodują silniejsze rozdrobnienie ziarna austenitu.

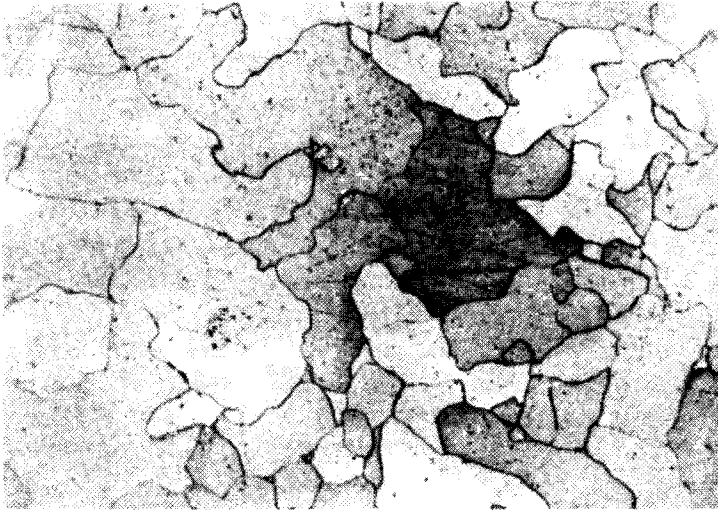
W stalach skłonnych do gruboziarnistości rozrost ziarn rozpoczyna się bezpośrednio po zakończeniu przemiany wynikający z dążności ziarn do zmniejszenia ogólnej powierzchni.

Stale odtlenione, w których występują submikroskopowe cząstki na granicach ziarn, np. Al₂O₃ lub AlN hamujące ich rozrost są stalami drobnoziarnistymi. W temperaturze rozpuszczania się cząstek przeszkody hamujące zanikają i wtedy ziarno ulega intensywnie-

mu rozrostowi. Przy chłodzeniu wolnym przemiana austenit → perlit nie powoduje zmiany wielkości ziarna.

5.4. Struktury i własności stali węglowych po wyżarzaniu

Z wykresu żelazo – cementyt z zaznaczonymi składnikami strukturalnymi można określić jaka będzie struktura konkretnej stali. Przy zawartości węgla do 0,008%, występuje struktura ferrytyczna, do zawartości 0,025% C struktura ferrytyczna z wydzieleniami cementytu trzeciorzędowego (rys. 5.2.).



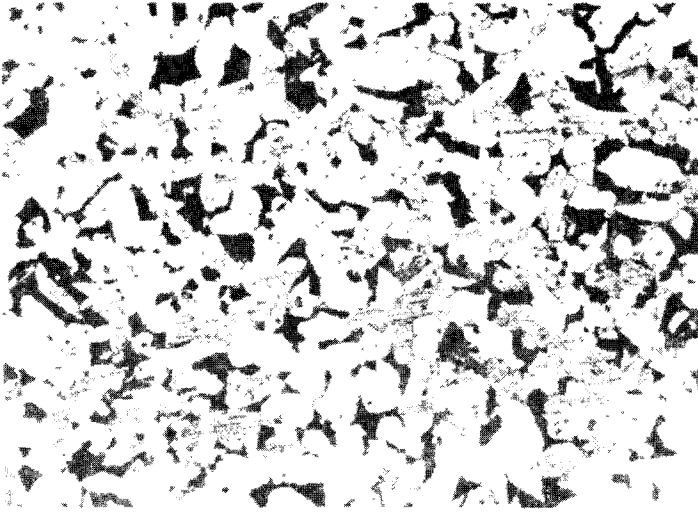
Rys. 5.2. Struktura ferrytyczna z wydzieleniami F_3C_{III}
(żelazo techniczne) pow. 100x, trawienie Nital

Takie stopy nazywane są żelazem technicznym.

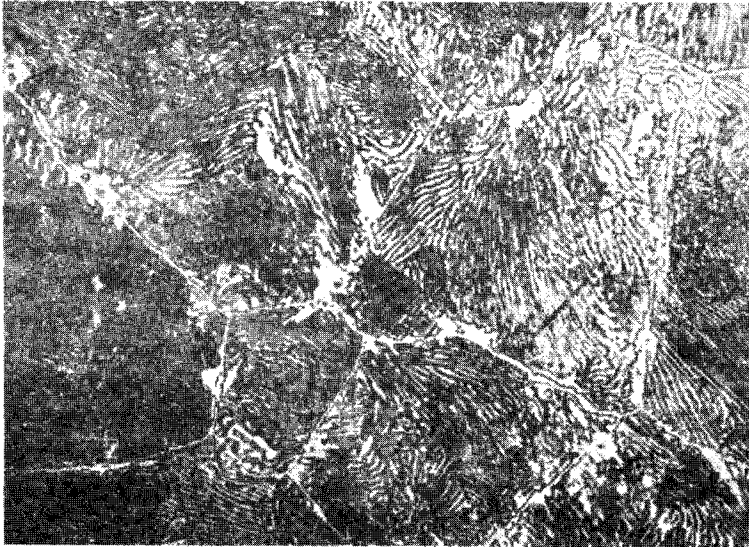
Stale o zawartości do 0,8% C nazywane podeutektoidalnymi, posiadają strukturę ferrytyczno-perlityczną co oznacza, że w ich skład wchodzi dwa składniki strukturalne ferryt i perlit. W miarę wzrostu zawartości węgla wzrasta zawartość perlitu (rys. 5.3.). Stale eutektoidalne o zawartości 0,8% C posiadają strukturę perlityczną. Jeżeli zawartość węgla wynosi od 0,8 do 2,06% C to takie stale nazywa się stalami nadeutektoidalnymi. W ich strukturze występuje perlit i cementyt wtórny (rys. 5.4.).

W każdej stali występują oprócz tego różnego typu wtrącenia niemetaliczne. Są to najczęściej tlenki, siarczki, krzemiany, azotki zwane wtrąceniami endogenicznymi a pochodzenie ich związane jest z procesami metalurgicznymi.

Zdarzają się również zanieczyszczenia egzogeniczne pochodzące z wykładzin pieców lub kadzi stalowniczych,



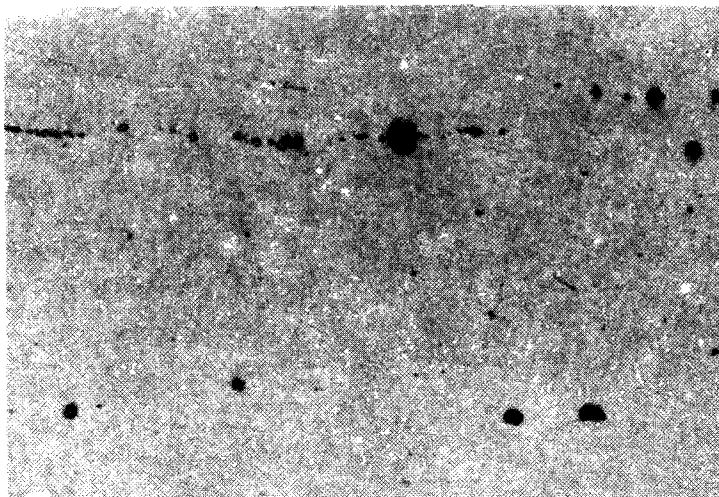
Rys. 5.3. Struktura ferrytyczno-perlityczna (ok. 15% perlitu)
jasne ziarna ferrytu pow. 100x (Nital)



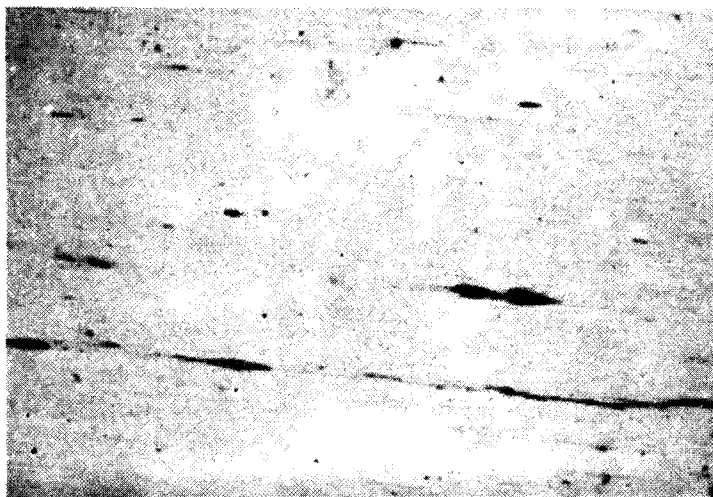
Rys. 5.4. Struktura perlityczna z siatką cementytu wtórnego,
jasne otoczki ciemnych ziaren perlitu pow. 400x (Nital)

Zanieczyszczenia wtrąceniami niemetalicznymi w stali oznacza się na zgładach nie-trawionych pod powiększeniem 100x. Rodzaj, kształt, ilość, wielkość i rozmieszczenie

wtrąceń określa się na podstawie Polskich Norm (np. PN-64/H-04510) przez porównanie z ustalonymi wzorcami. Przykłady charakterystycznych wtrąceń niemetalicznych podano na rys. 5.5. i 5.6.



Rys. 5.5. Tlenkowe wtrącenia globularne widoczne na zgładzie nietrawionym pow. 100x (Nital)



Rys. 5.6. Wielofazowe wtrącenia niemetaliczne, odkształcalne plastycznie, siarczkowe, krzemianowe i inne, pow. 100x (Nital)

5.5. Struktura i własności stali stopowych

Jak wspomniano w rozdziale 5.1. każda stal zawiera różnorakie pierwiastki stanowiące domieszki, zanieczyszczenia lub składniki stopowe. Pierwiastki wprowadzone celowo do stali w ilości przekraczającej zawartość minimalną, przy której nie stwierdza się wyraźnego wpływu określa się nazwą składniki stopowe.

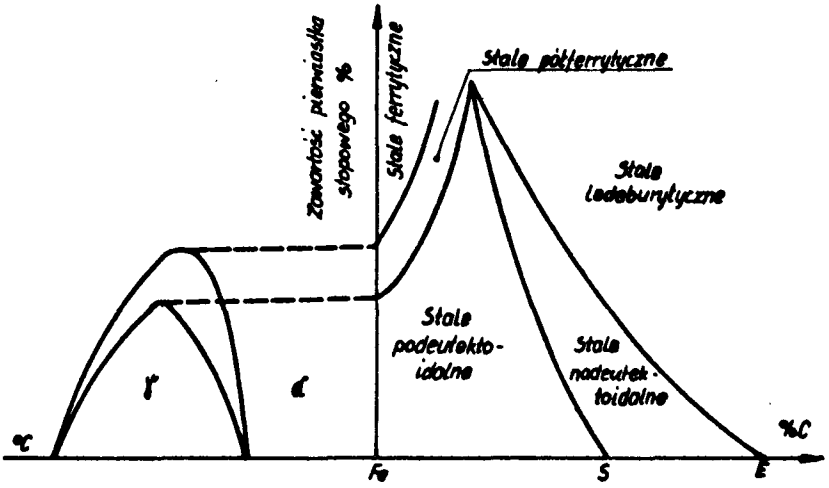
Wprowadzenie do stali składników stopowych może mieć na celu uzyskanie określonych własności wytrzymałościowych, specjalnych własności fizycznych lub chemicznych, podwyższenie hartowności itp., a stale zaliczane są do stali stopowych. Wykres Fe-Fe₃C do oceny struktury fazowej nie jest miarodajny, ponieważ pierwiastki zmieniają położenie punktów charakterystycznych: eutektoidalnego oraz temperatur przemian alotropowych żelaza. Wpływ pierwiastków na alotropię Fe oraz ich rozpuszczalność w żelazie jest różny i pozwala wyróżnić w związku z tym trzy typy układów Fe-Me:

- z rozszerzonym obszarem trwałości fazy,
- z zawężonym obszarem trwałości fazy,
- z przemianą eutektoidalną.

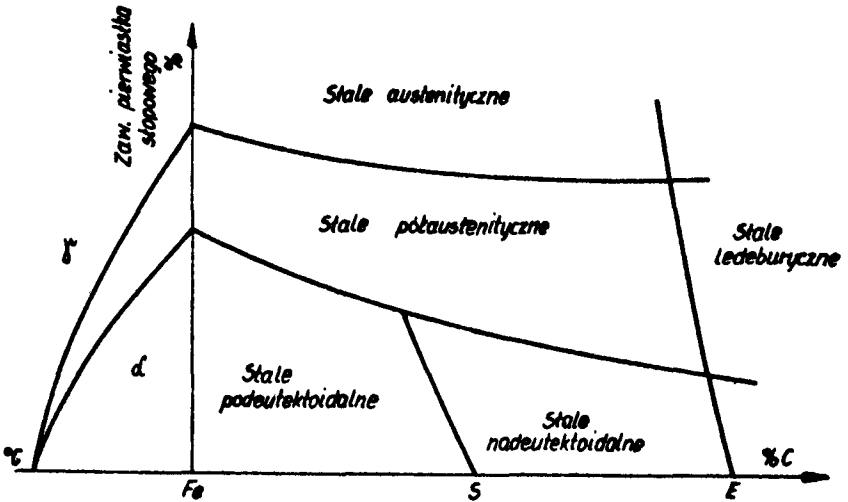
W stalach (w stanie lanym) wolno studzonych, w których występuje struktura zbliżona do stanu równowagi (stan wyżarzony) otrzymuje się następujący rodzaj struktur:

- a/ dodatki rozszerzające obszar Fe γ : Ni, Co, Mn przy niskich procentowych zawartościach dają struktury:
- podeutektoidalne (feryt + perlit)
 - nadeutektoidalne (perlit + węgliki)
 - ledeburytyczne (węgliki pierwotne istnieją obok węglików wtórnych)
- a przy większych procentowych zawartościach:
- półaustenityczną (poza austenitem feryt lub martenzyt)
 - austenityczną,
- b/ dodatki zawężające obszar Fe γ (rozszerzające zakres Fe α): Cr, V, Mo, W, Si, Al, Ti, Zr, dla mniejszych zawartości tworzą struktury:
- podeutektoidalną
 - nadeutektoidalną
 - ledeburytyczną
- przy większych ilościach:
- półferytyczną – oprócz ferytu istnieją martenzyt albo troostyt,
 - ferytyczną.

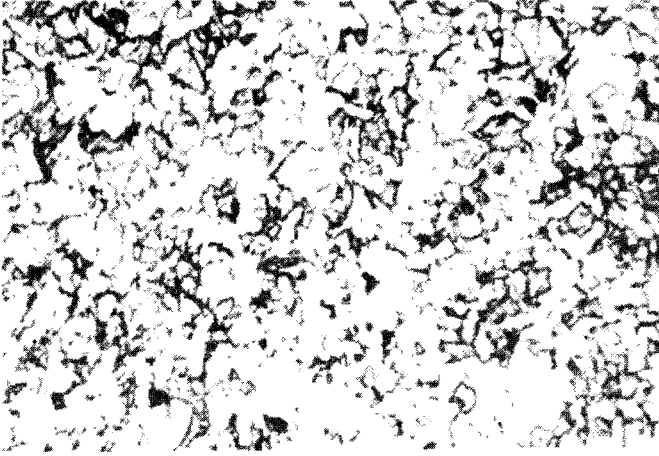
Wykresy na rys. 5.7. i rys. 5.8. przedstawiają wpływ węgla i pierwiastków stopowych na strukturę stali. Na rys. 5.9., 5.10. i rys. 5.11. widoczna jest struktura ferytyczna, austenityczna i ledeburytowa z węglkami wtórnymi i pierwotnymi.



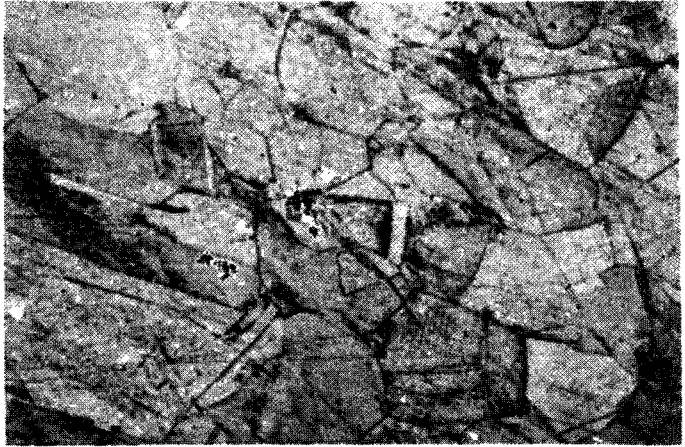
Rys. 5.7. Wpływ węgla i pierwiastka stopowego (grupy Ni, Co, Mn) na strukturę stali



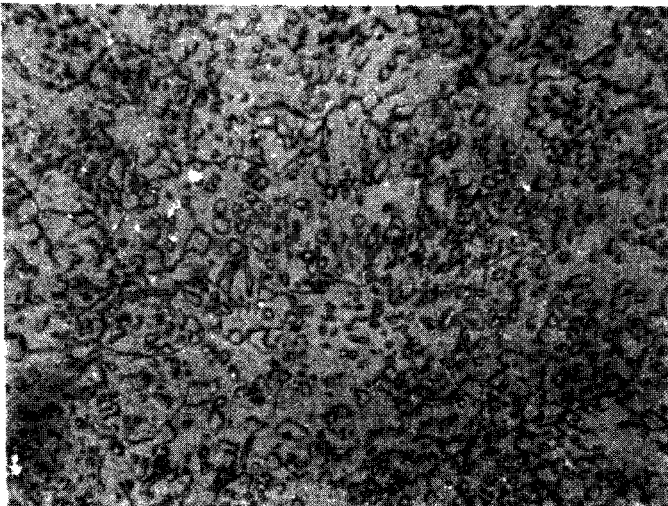
Rys. 5.8. Wpływ węgla i pierwiastka stopowego (grupy Cr, V, Mo, W, Ti) na strukturę stali



Rys. 5.9. Ferryt z mocno zaznaczonymi granicami – stal gat. OH13 pow. 100x (Nital)



Rys. 5.10. Austenit stali Hadfielda. Pow. 400x (Nital)



Rys. 5.11. Perlit z cemen-
tytem sferoidalnym (sferoi-
dyt) i występującymi wę-
glkami pierwotnymi o więk-
szych wymiarach – stal le-
deburytyczna (NC10)
pow. 400x (Nital)

5.6. Przebieg ćwiczenia

5.6.1. Badania mikrostruktur stali węglowych

- A. Cel badań: ustalenie żądanych powiększeń użytecznych, poznanie metod ujawniania mikrostruktur, ocena mikrostruktury materiału: rodzaju, ilości, kształtu i rozmieszczenia składników strukturalnych, stwierdzenie wad (wtrąceń, rzadzisz, mikro-pęknięć).
- B. Urządzenia i materiały do badań: mikroskop, próbki inkludowane stali węglowych i stopowych w stanie wyżarzonym.
- C. Przebieg badań: obserwacja zglądu po szlifowaniu i polerowaniu, ocena wtrąceń niemetalicznych, wytrawianie zglądu i obserwacja pod mikroskopem.
- D. Opracowanie wyników i sprawozdania: w sprawozdaniu podać gatunek materiału badanego, cel badania, literaturę pomocniczą, sposób przygotowania zglądów metalograficznych, wyniki obserwacji, narysować obserwowane struktury i podać ich opis.

5.6.2. Badania mikrostruktur stali stopowych. Cel, przebieg badań i opracowanie sprawozdania wg p.5.6.1.

Pytania kontrolne

1. Jakie fazy i składniki strukturalne występują w stalach: a/ podeutektoidalnych, b/ eutektoidalnych, c/ nadeutektoidalnych?
2. Podać krótką charakterystykę ferrytu, perlitu, austenitu i cementytu.
3. Jaki wpływ na wielkość ziarn w stalach posiada obróbka cieplna?
4. Jak wpływają dodatki stopowe na strukturę stali w stanie wyżarzonym?
5. Opisać przebieg przygotowania zglądów metalograficznych do badań mikroskopowych.

Literatura

1. F. Staub i inni – Metaloznawstwo. Wyd. Śląsk, Katowice 1979
2. St. Prowans – Metaloznawstwo. PWN, Warszawa-Poznań 1977
3. K. Wesołowski – Metaloznawstwo – Obróbka cieplna. WNT, W-wa 1974
4. K. Przybyłowicz – Metaloznawstwo. Część I. AGH Kraków 1980
5. Praca zbiorowa – Atlas metalograficzny struktur. Stal. WNT, Warszawa 1964

6. STRUKTURY I WŁAŚCIWOŚCI SURÓWEK I ŻELIW

Ze względu na przeznaczenie surówki dzielą się na przeróbcze – przeznaczone do wyrobu stali i odlewnicze – przeznaczone na odlewy. Surówki przeróbcze stanowią grupę surówek określanych jako białe.

Żeliwa otrzymuje się przez przetopienie surówki, złomu żeliwnego i stalowego z dodatkami w specjalnych piecach tzw. żeliwiakach lub piecach elektrycznych i odlaniu do form. Pod względem strukturalnym żeliwa bardzo często mało różnią się od surówek. Różnice występują głównie w ilości zanieczyszczeń i domieszek.

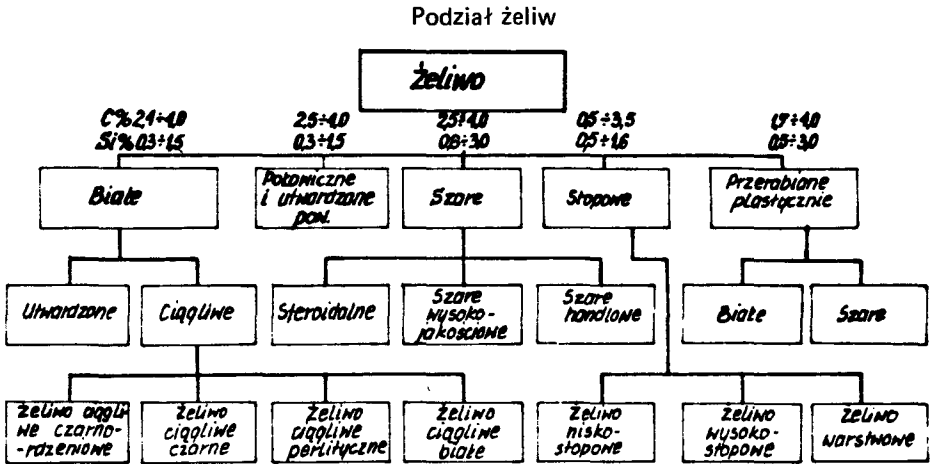
Żeliwa odznaczają się szeregiem bardzo korzystnych własności użytkowych, do których należą:

- duża odporność na ścieranie,
- duża zdolność tłumienia drgań (żeliwa z wydzieleniami węgla w postaci grafitu),
- dobra obrabialność (żeliwa z wydzieleniami węgla w postaci grafitu),
- stosunkowo wysokie własności wytrzymałościowe R_m do 700 MPa,
- niski koszt produkcji,
- stosunkowo prosty proces technologiczny nie wymagający bardzo skomplikowanych i kosztownych urządzeń,
- stosunkowo dobra odporność korozyjna.

Zalety te spowodowały, że żeliwa są szeroko stosowanym materiałem konstrukcyjnym na różne części maszyn.

6.1. Podział żeliw

Jako podstawę podziału żeliw przyjmuje się strukturę stopu. Skład chemiczny ma natomiast znaczenie w odniesieniu do żeliw stopowych o specjalnych własnościach. Istotny wpływ na klasyfikację żeliw ma postać węgla w jakiej występuje w stopach. Węgiel może występować w postaci cementytu oraz w postaci grafitu o różnym kształcie, wielkości i rozmieszczeniu. Ogólny podział żeliw podano w tablicy 6.1.

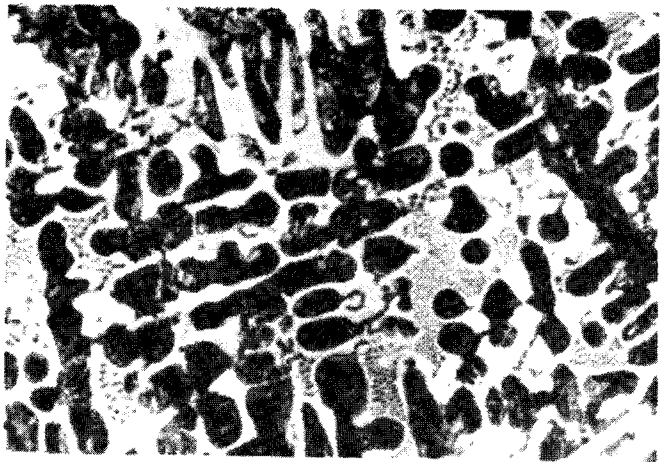


6.2. Budowa strukturalna i własności żeliw

6.2.1. Żeliwa białe

Żeliwa białe (lub surówki) ze względu na zawartość węgla można podzielić na pod-eutektyczne, eutektyczne i nadeutektyczne.

Struktura żeliw podeutektycznych (o zawartości węgla 2 do 4,3%) zgodnie z układem równowagi Fe-Fe₃C składa się w temperaturze otoczenia z perlitu, ledeburytu przemienionego i cementytu drugorzędowego (rys. 6.1.). Żelwno eutektyczne zawierające 4,3% C w temperaturze otoczenia posiada strukturę ledeburytu przemienionego. Struktura żeliw nadeutektycznych składa się w temperaturze otoczenia z ledeburytu przemienionego i długich grubych igieł cementytu pierwszorzędowego (rys. 6.2.). Żeliwa białe są kruche, twarde i z



Rys. 6.1. Mikrostruktura żeliwa białego podeutektycznego. Na tle ledeburytu przemienionego widoczne ciemne ziarna perlitu i cementytu drugorzędowego. Trawiono 3% nitalem. Pow. 100x



Rys. 6.2. Mikrostruktura żeliwa białego nadeutektycznego. Na tle ledeburytu przemienionego widoczne jasne długie igły cementytu pierwszorzędowego. Trawiono 3% nitałem. Pow. 100x

tych względów posiadają małe zastosowanie w technice na części maszyn. W technice największe zastosowanie z żeliw białych mają żeliwa podeutektyczne zawierające od 4,0% C.

Większe zastosowanie mają żeliwa utwardzone (zabielone), które na powierzchni odlewów posiadają strukturę żeliwa białego, następnie warstwę przejściową składającą się z żeliwa białego i wydzielań węgla w postaci grafitu a w rdzeniu strukturę żeliwa szarego. Z żeliw utwardzonych wykonuje się części od których wymaga się twardej i odpornej na ścieranie powierzchni i stosunkowo miękkiego rdzenia np. walce do walcowania niektórych wyrobów hutniczych.

Żeliwa białe są materiałem wyjściowym do otrzymywania żeliwa ciągliwego.

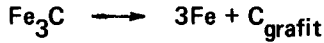
6.2.2. Żeliwa ciągliwe

Otrzymywanie odlewów z żeliwa ciągliwego składa się z dwóch etapów:

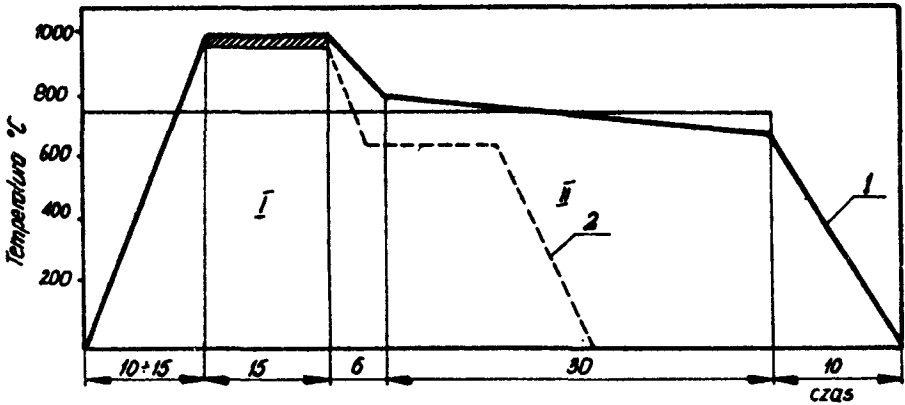
- otrzymywanie odlewów wyjściowych o strukturze żeliwa białego podeutektycznego,
- wyżarzanie tych odlewów w atmosferze odwęglającej lub obojętnej w zależności od tego jakiego rodzaju żeliwo ciągliwe chcemy otrzymać.

Odlewy wykonuje się zazwyczaj z żeliwa o następującym składzie chemicznym: C = 2,4–2,8%, Si = 0,8–1,4%, Mn = max 1%, S = max 0,1%, P = max 0,2%.

Wyżarzanie odlewów przeprowadza się w różnych typach pieców w temp. 950–1000°C przez czas od kilkunastu do kilkudziesięciu godzin. W tej temperaturze następuje rozpad cementytu pierwszorzędowego na żelazo i grafit wg reakcji



Ten okres wyżarzania nazywany jest pierwszym stadium grafityzacji. W dalszej kolejności przeprowadza się chłodzenie do temperatury eutektoidalnej w czasie którego następuje rozpad cementytu wtórnego spowodowany zmniejszaniem się rozpuszczalności węgla w austenicie. Dalsze długotrwałe wygrzewanie przez kilkadziesiąt godzin w zakresie temperatur krytycznych (723°C) prowadzi do całkowitego rozpadu cementytu eutektoidalnego. Ten okres nazywany bywa drugim stadium grafityzacji. Schematyczny przebieg wyżarzania żeliwa ciągliwego przedstawia rys. 6.3.

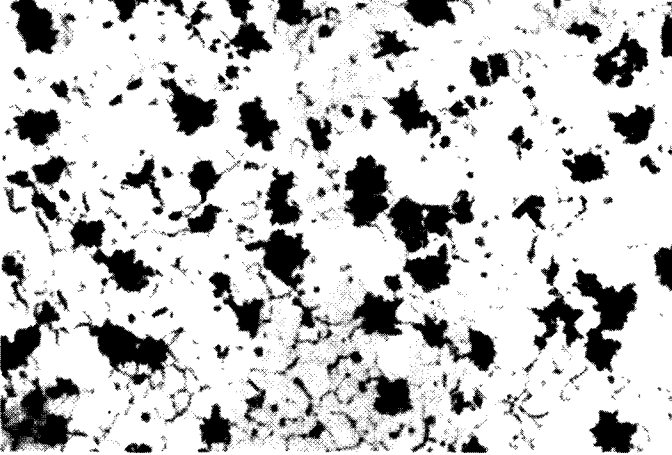


Rys. 6.3. Przebieg wyżarzania żeliwa ciągliwego (schemat). 1 – ferrytyczne, 2 – perlityczne

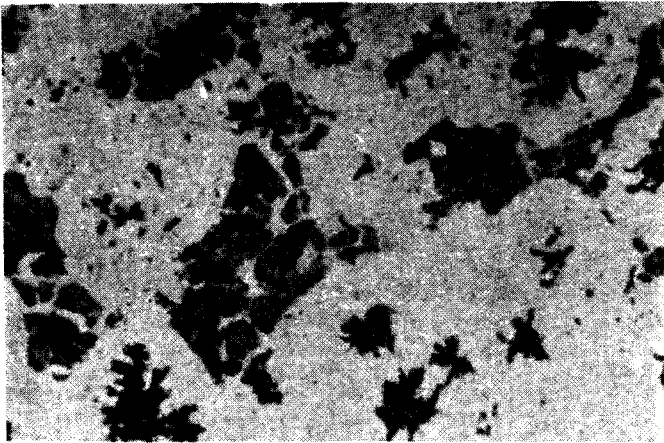
Po wyżarzeniu w atmosferze obojętnej struktura żeliwa ciągliwego składa się z ferrytu i grafitu nazywanego węglem żarzenia w postaci nieregularnych skupisk (rys. 6.4.). Żeliwo takie nazywane jest żeliwem ciągliwym czarnym. Jeżeli taki sam proces wyżarzania przeprowadzi się w piecu o atmosferze odwęglającej to węgiel na głębokości od kilkunastu do kilkadziesiątu milimetrów od powierzchni odlewu ulegnie utlenieniu i w postaci CO przechodzi do atmosfery pieca.

Struktura otrzymanych odlewów przy powierzchni (a przy małych grubościach na wskroś) będzie składała się tylko z ferrytu (rys. 6.5.). Żeliwo takie nazywane jest żeliwem ciągliwym białym.

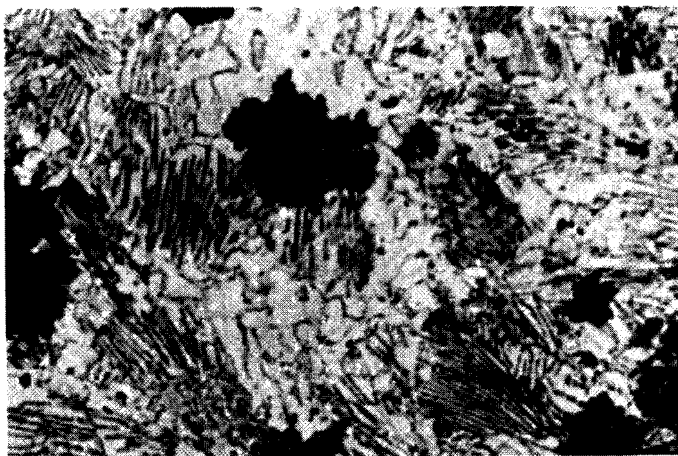
Żeliwa ciągliwe perlityczne otrzymuje się przez wyżarzanie żeliw białych w środowisku obojętnym, lecz bez doprowadzenia do końca procesu grafityzacji (rys. 6.3., krzywa 2). Mikrostrukturę żeliwa ciągliwego perlitycznego pokazano na rys. 6.6. Podział, klasyfikację i własności żeliw ciągliwych według PN–82/H–93221 podano w tablicy 6.2.



Rys. 6.4. Mikrostruktura żeliwa ciągliwego czarnego. Na tle ferrytu widoczne wydzielenia węgla żarzenia. Trawiono 3% nitałem. Pow. 100x



Rys. 6.5. Mikrostruktura żeliwa ciągliwego białego. Wnętrze odlewu o grubej ścianie. Na tle jasnego ferrytu widoczny węgiel żarzenia i niewielkie ilości perlitu. Trawiono 3% nitałem. Pow. 100x



Rys. 6.6. Mikrostruktura żeliwa ciągliwego perlitycznego. Na tle perlitu widoczne wydzielenia węgla żarzenia. Trawiono 3% nitałem. Pow. 100x

Tablica 6.2.

Klasyfikacja żeliwa ciągliwego wg PN–82/H–83221

Rodzaj żeliwa	Znak gatunku	Średnica próbki	Wytrzymałość na rozciąganie R_m min	Umowna granica plastyczn. $R_{0,2}$ min	Wydłużenie A_3 min	Twardość Brinella HB
		mm	MPa		%	
1	2	3	4	5	6	7
Żeliwo białe	Zcb35004	9	340	–	5	max 320
		12	350	–	4	
		15	360	–	3	
	Zcb38012	9	320	170	15	max 200
12		380	200	12		
15		400	210	8		
Zcb40005	Zcb40005	9	360	200	8	max 220
		12	400	220	5	
		15	420	230	4	
Zcb45007	Zcb45007	9	400	230	10	max 220
		12	450	260	7	
		15	480	280	4	
Żeliwo czarne	Zcc30006	12	300	–	6	max 160

1	2	3	4	5	6	7
Żeliwo czarne	Zcc32008	12	320	190	8	max 170
	Zcc32012	12	320	190	12	max 150
	Zcc35010	12	350	200	10	max 150
Żeliwo perlityczne	Zcp45006	12	450	270	6	150–200
	Zcp50005	12	500	300	5	160–220
	Zcp55004	12	550	340	4	180–230
	Zcp60003	12	600	390	3	200–250
	Zcp65002	12	650	430	2	210–260
	Zcp70002	12	700	530	2	240–290
	Zcp80001	12	800	600	1	270–310

6.2.3. Żeliwa połowiczne

Żeliwa połowiczne są żeliwami pośrednimi między żeliwami białymi a szarymi. W ich strukturze na całym przekroju obok perlitu i grafitu (struktura żeliwa szerego) występuje także ledeburyt przemieniony (struktura żeliwa białego). Strukturę żeliwa połowicznego przedstawiono na rys. 6.7.

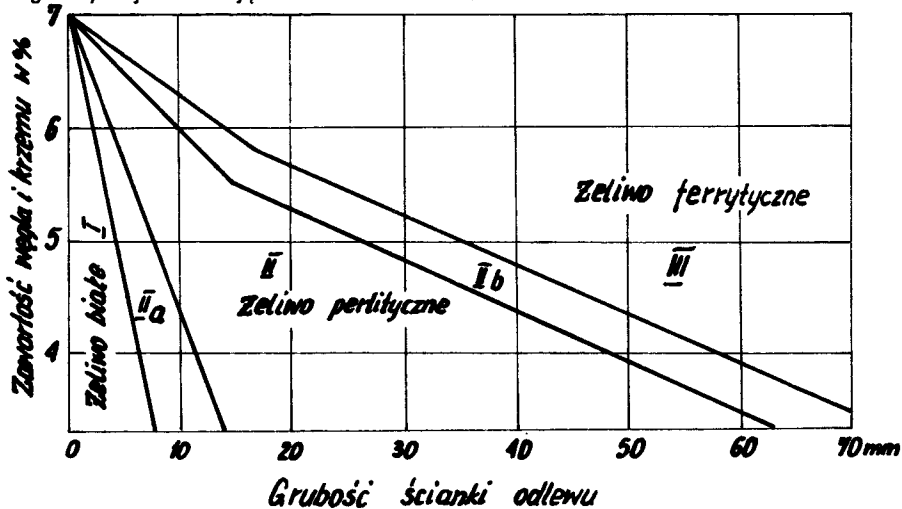


Rys. 6.7. Mikrostruktura żeliwa połowicznego. Obok perlitu i grafitu widoczne wtrącenia ledeburytu przemienionego. Trawiono 3% nitałem. Pow. 100x

6.2.4. Żeliwa szare

Największe zastosowanie przemysłowe mają żeliwa szare. Struktura żeliw zależy zarówno od ich składu chemicznego jak i szybkości krystalizacji metalu, co związane jest z grubością ścianek odlewu.

Na rys. 6.8. pokazany jest wykres Greinera-Klingensteina określający strukturę żeliw w zależności od sumarycznej zawartości węgla i krzemu oraz od grubości ścianek odlewu piaskowego. Krzem, którego zawartość w żeliwach waha się od 0,3 do 5% sprzyja tworzeniu się grafitu. Zmieniając zawartość krzemu można otrzymać różne rodzaje żeliw całkowicie odmienne zarówno pod względem struktury jak i własności. Proces grafityzacji ułatwiają również miedź i nikiel.



Rys. 6.8. Wykres Greinera-Klingensteina

W żeliwach szarych grafit występuje w postaci nieregularnych płatków różnej wielkości, tworząc nieciągłości w osnowie metalicznej składającej się z ferrytu, perlitu lub ferrytu i perlitu. Struktury żeliw szarych przedstawiono na rys. 6.9., 6.10., 6.11.

Poza wymienionymi składnikami strukturalnymi w żeliwach szarych występują jeszcze: potrójna eutektyka fosforowa ($Fe + Fe_3P + Fe_3C$), pseudopodwójna eutektyka fosforowa ($Fe + Fe_3P + C_{gr}$) oraz siarczki MnS i FeS . Klasyfikację i własności żeliw szarych wg PN-76/H-83101 podano w tablicy 6.3. Duże i nierównomierne wydzielienia grafitu płatkowego wpływają ujemnie na własności żeliw szarych. Dodanie modyfikatorów do płynnych żeliw przed zalaniem do form powoduje tworzenie się dużej ilości zarodków krystalizacji grafitu, a tym samym otrzymanie żeliw z grafitem w postaci drobnych równomiernie rozmieszczonych płatków. W taki sposób otrzymuje się żeliwa ZI 350 i ZI 400 (tablica 6.3.). Żeliwa te posiadają znacznie wyższe własności mechaniczne od pozostałych żeliw szarych zwykłych i nazywane bywają żeliwami modyfikowanymi.



Rys. 6.9. Mikrostruktura żeliwa szarego ferrytycznego. Na tle ferrytu widoczne płatkowe wydzielenia grafitu. Trawiono 3% nitaliem. Pow. 100x



Rys. 6.10. Mikrostruktura żeliwa szarego perlitycznego. Na tle perlitu widoczne czarne płatkowe wydzielenia grafitu. Trawiono 3% nitaliem. Pow. 200x



Rys. 6.11. Mikrostruktura żeliwa szarego ferrytyczno-perlitycznego. Na tle jasnego ferrytu widoczne ciemne pola perlitu i płatkowe wydzielienia grafitu. Trawnio 3% nitałem. Pow. 100x

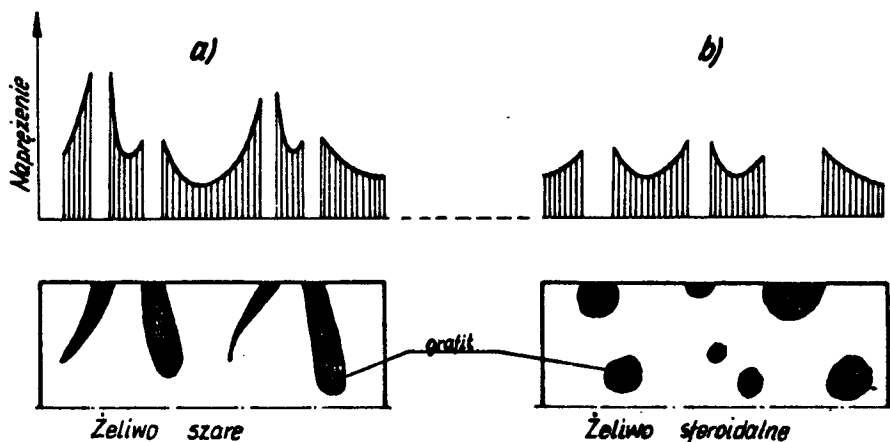
Tablica 6.3.

Żeliwa szare niestopowe wg PN-76/H-83101

Znak klasy	ZI100	ZI150	ZI200	ZI250	ZI300	ZI350	ZI400	ZIX
Rm MPa min	100	150	200	250	300	350	400	bez odbioru na Rm

6.2.5. Żeliwa sferoidalne

Żeliwa szare zwykłe i modyfikowane mimo wielu zalet i dużego rozpowszechnienia posiadają dosyć istotne wady do których między innymi należą znaczna kruchość i niezbyt duża wytrzymałość na rozciąganie. Na obniżenie tych własności wpływa głównie kształt wydzielań grafitu. W przypadku wydzielań grafitu płatkowego następuje znaczne zmniejszenie przekroju czynnego odlewu oraz duża koncentracja naprężeń (rys. 6.12.). Żeliwo sferoidalne posiada własności wytrzymałościowe porównywalne ze stalą. Kulista postać grafitu jest najbardziej zwarta, o najmniejszym stosunku powierzchni do objętości, dzięki czemu czynny przekrój odlewu jest osłabiony w najmniejszym stopniu, a koncentracja naprężeń wokół miejsc występowania grafitu znacznie mniejsza w porównaniu do grafitu płatkowego (rys. 6.12.). Żeliwo sferoidalne otrzymuje się przez



Rys. 6.12. Wpływ kształtu wydzieliń grafitu na rozkład naprężeń rozciągających na przekroju próbki żeliwa dla: a/ grafitu płatkowego, b/ grafitu sferoidalnego

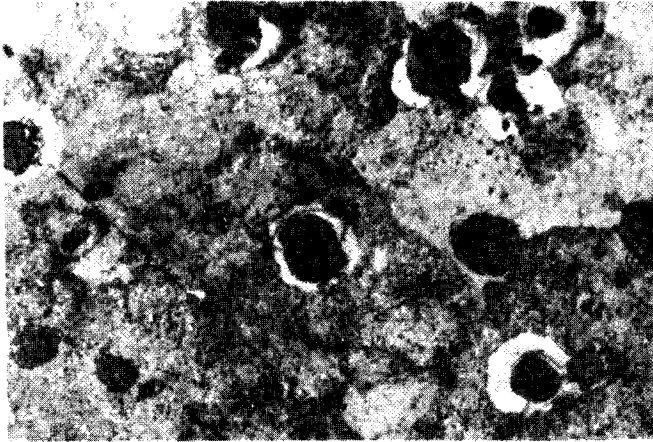
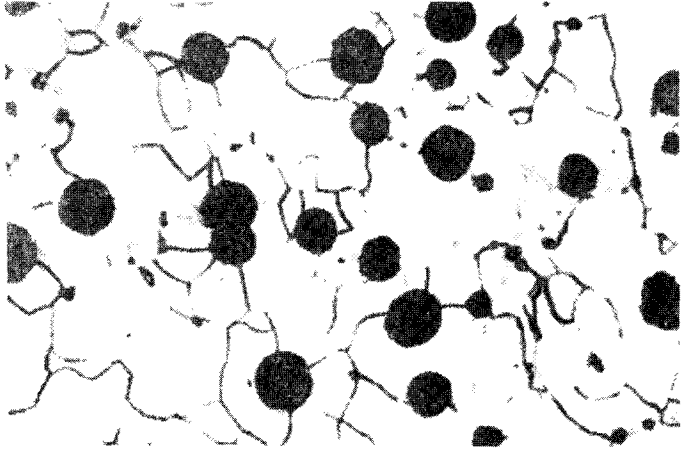
wprowadzenie do ciekłego stopu technicznie czystego ceru lub jego stopów albo magnezu lub jego stopów. Po tym zabiegu przeprowadza się modyfikację żelazokrzemem. W wyniku zmian napięcia powierzchniowego ciekłego stopu przy (o bardzo małej zawartości siarki i fosforu) krzepnięciu odlewów grafit krystalizuje w postaci kulkowej. Klasyfikację żeliwa sferoidalnego objętego PN–76/H–83123 podano w tablicy 6.4. Mikrostruktury żeliw sferoidalnych o osnowie ferrytycznej, perlitycznej i ferrytyczno-perlitycznej przedstawiono na rys. 6.13.; 6.14.; 6.15.;

Tablica 6.4.

Klasyfikacja żeliwa sferoidalnego wg PN–76/H–83123

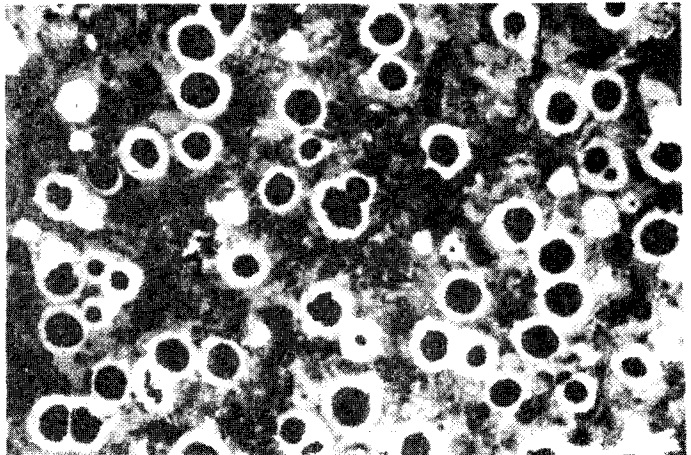
Gatunek żeliwa	R _m MPa	A % min	HB
Zs37017	380	17	max 179
Zs40012	400	12	max 201
Zs50007	500	7	170–241
Zs55002	550	2	181–280
Zs60002	600	2	192–269
Zs65002	650	2	221–280
Zs70002	700	2	228–302
Zs80002	800	2	248–352
Zs90002	900	2	241–302

Rys. 6.13. Mikrostruktura żeliwa sferoidalnego ferrytycznego. Na tle jasnego ferrytu widoczne kulkowe wydzielenia grafitu. Trawiono 3% nitałem. Pow. 100x



Rys. 6.14. Mikrostruktura żeliwa sferoidalnego perlitycznego. Na tle ciemnego perlitu widoczne kuliste wydzielenia grafitu oraz śladowe ilości ferrytu. Trawiono 3% nitałem. Pow. 100x

Rys. 6.15. Mikrostruktura żeliwa sferoidalnego perlityczno-ferrytycznego. Widoczne kuliste wydzielenia grafitu otoczone ferrytem na tle ciemnego perlitu. Trawiono 3% nitałem. Pow. 100x



6.2.6. Żeliwa stopowe

W celu uzyskania specjalnych cech żeliwa lub zwiększenia jego własności wytrzymałościowych wprowadza się do ciekłego stopu składniki stopowe takie jak nikiel, chrom, molibden, miedź i inne. Dzięki temu odlewy uzyskują np. odporność na korozję, żaroodporność, specjalne własności fizyczne jak dobre przewodnictwo elektryczne, własności magnetyczne itp.

6.3. Zastosowanie żeliw

Żeliwa białe stosuje się na odlewy o dużej odporności na ścieranie np. na dysze do piaskownic, kule do młynów, śrut do bębnowego oczyszczania itp.

Żeliwa utwardzone stosowane są na walce do walcowania metali, walce młyńskie, tarcze do młynków, koła wagoników itp.

Żeliwa ciągliwe stosowane są szeroko w przemyśle motoryzacyjnym, rolniczym, obrabiarkowym, elektrotechnicznym itp., na obudowy przekładni, rolki, tuleje, podkładki, części hamulców, opaski resorów, panewki łożysk, łączniki rur itp.

Żeliwa szare wykorzystuje się do produkcji płyt fundamentowych, stojaki, łoża, tuleje cylindryczne, pierścienie tłokowe, bloki cylindrowe, głowice, bębny hamulcowe itp.

Żeliwa modyfikowane stosuje się na koła zębate, gaśnice ciągników, korpusy pras, młotów, walcarek, korpusy i wirniki pomp itp.

Żeliwa sferoidalne stosowane są na wały wykorbione, wałki rozrządzące, cylindry, pierścienie tłokowe, koła zębate, wrzeciona, różne części silników spalinowych, sprzężarek, turbin, korpusy pras hydraulicznych itp.

6.4. Przebieg ćwiczeń

A. Cel badań

Celem ćwiczenia jest poznanie struktur różnych żeliw, oraz wpływu kształtu wydzieleni grafitu i struktury osnowy na ich własności.

B. Urządzenia i materiały do badań

Mikroskop metalograficzny, zestaw próbek, atlas struktur.

C. Przebieg badań

Dokonać oględzin na mikroskopie metalograficznym zgładów znajdujących się w zestawie próbek; posługując się atlasem struktur rozpoznać poszczególne rodzaje żeliw ich składniki strukturalne i fazowe; na podstawie obserwowanych składników struktural-

nych osnowy, kształtu i wielkości grafitu określić zależność własności mechanicznych żeliwa od jego struktury; narysować i opisać mikrostruktury 4 próbek wskazanych przez prowadzącego.

D. Opracowanie wyników i sprawozdania

Sprawozdanie z badań powinno zawierać następujące punkty:

- cel badań, przedmiot badań, spis literatury pomocniczej,
- przygotowanie próbek, odczynniki do trawienia, schemat mikroskopu metalograficznego,
- opis przebiegu badań,
- rysunki mikrostruktur i ich opis,
- wnioski.

Pytania kontrolne

1. Surówki i żeliwa.
2. Podział surówek i żeliw ze względu na strukturę.
3. Składniki strukturalne żeliw białych.
4. Żeliwa ciągliwe.
5. Żeliwa szare.
6. Żeliwa sferoidalne.
7. Wpływ prędkości chłodzenia na strukturę żeliw.
8. Wpływ domieszek na strukturę żeliw.
9. Wpływ składników stopowych na strukturę żeliw.
10. Zastosowanie żeliw.

Literatura

1. Wendorff Z. — Metaloznawstwo. WNT, Warszawa 1971
2. Prowans S. — Materiałoznawstwo, Warszawa-Poznań, PWN 1977
3. Kałata Cz. — Żeliwo, PWT, Warszawa 1957
4. Piaskowski J., Jankowski A. — Żeliwo sferoidalne, WNT, Warszawa 1974
5. Sękowski K., Piaskowski J., Wójtowicz Z. — Atlas struktur znormalizowanych stopów odlewniczych. WNT, Warszawa 1972

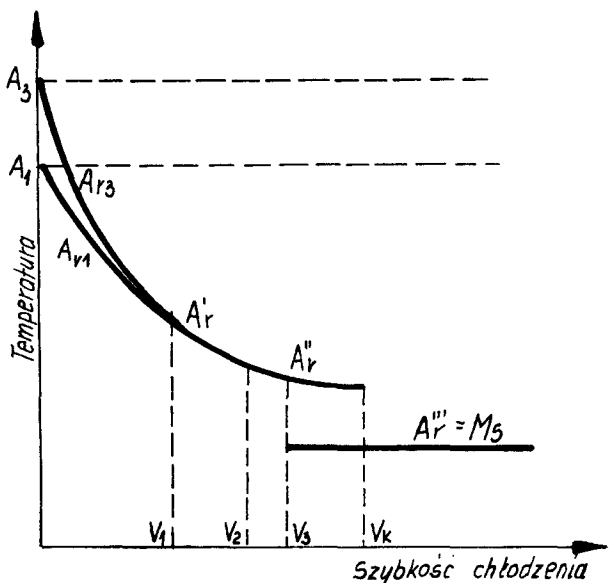
7. STRUKTURY I WŁAŚCIWOŚCI STALI PO HARTOWANIU I ODPUSZCZANIU

7.1. Przemiany w stalach podczas chłodzenia

Przemiany zachodzące w stalach podczas bardzo powolnego chłodzenia są zgodne z układem żelazo-węgiel. W miarę wzrostu szybkości chłodzenia charakterystyczne temperatury przemian obniżają się a austenit ulega przechłodzeniu. Występują następujące przemiany przechłodzonego austenitu:

- dyfuzyjna przemiana perlityczna,
- bezdyfuzyjna przemiana martenzytyczna,
- pośrednia przemiana bainityczna.

W miarę wzrostu szybkości chłodzenia, temperatura A_{r3} dla stali podutektoidalnej, lub $A_{r_{cm}}$ dla stali nadeutektoidalnej, ulega większemu obniżeniu niż A_{r1} tak, że przy pewnej szybkości chłodzenia V_1 dochodzi do zrównania się temperatury A_{r3} lub $A_{r_{cm}}$ z temperaturą A_{r1} (rys. 7.1.). Taką jednolitą przemianę oznacza się symbolem A_r . Przy większej jeszcze szybkości chłodzenia V_2 pojawia się przemiana bainityczna, która występuje aż do szybkości chłodzenia V_k w temperaturach A_r'' . Poczynając od prędkości V_3 zachodzi przemiana martenzytyczna, która

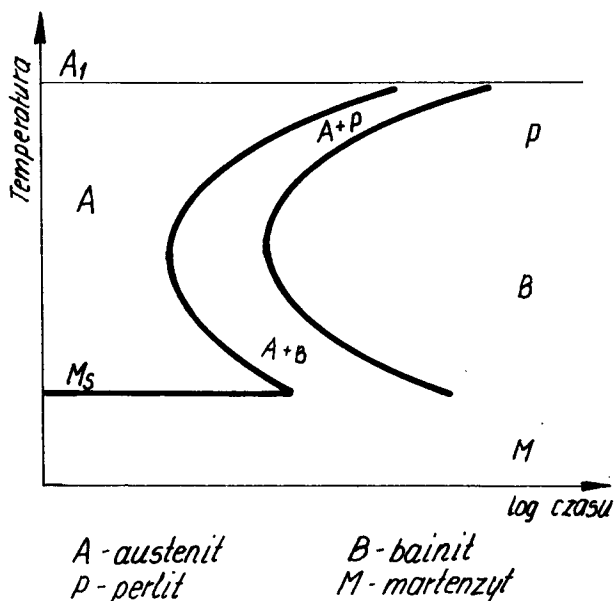


Rys. 7.1. Wpływ szybkości chłodzenia na przemiany w stali

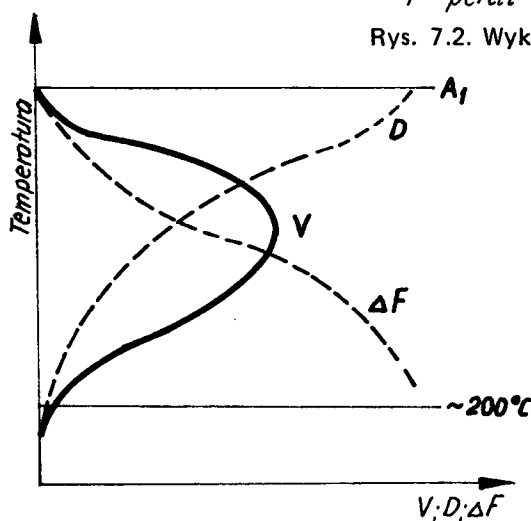
różni się zasadniczo od poprzednich. Przebiega ona w znacznie niższej i stałej temperaturze A_{r1} . Przemiany przechłodzonego austenitu mogą przebiegać podczas chłodzenia ciągłego lub w warunkach izotermicznych. Przemiana przechłodzonego austenitu zaczyna się po upływie pewnego czasu od chwili przechłodzenia. Czas ten, nazywany okresem inkubacji określa trwałość przechłodzonego austenitu. Czas inkubacji i szybkość przemiany nie są wielkościami stałymi, lecz zależą od przechłodzenia austenitu (rys.7.2).

Minimalna trwałość przechłodzonego austenitu, przy równocześnie największej szybkości przemiany, występuje dla wielu gatunków stali w temperaturze ok. 550°C , czyli przy przechłodzeniu ok. 175°C . W temperaturach $300\text{--}200^{\circ}\text{C}$ szybkość przemiany praktycznie maleje do zera.

Przemiany przechłodzonego austenitu wynikają z dwóch zjawisk: szybkiej przemiany fazy γ w α i znacznie wolniejszego procesu dyfuzyjnego, prowadzącego do



Rys. 7.2. Wykres izotermicznych przemian przechłodzonego austenitu



Rys. 7.3. Zależność szybkości rozkładu austenitu (V), szybkości dyfuzji (D) i różnicy energii swobodnych (ΔF) od stopnia przechłodzenia

wydzielania się cementytu [1,2] . Szybkość dyfuzji w miarę obniżania temperatury zmniejsza się, natomiast energia swobodna przechłodzonego austenitu wzrasta. Szybkość przemiany jest wypadkową obu tych procesów, przy czym początkowo decydującą jest energia swobodna, a następnie, przy dużym przechłodzeniu, działa hamująco zmniejszająca się szybkość dyfuzji (rys. 7.3.). Przemiana martenzytyczna ma charakter bezdyfuzyjny. Powstająca struktura martenzy-

tu jest przesyconym roztworem węgla w żelazie α o własnościach różniących się od perlitu i bainitu.

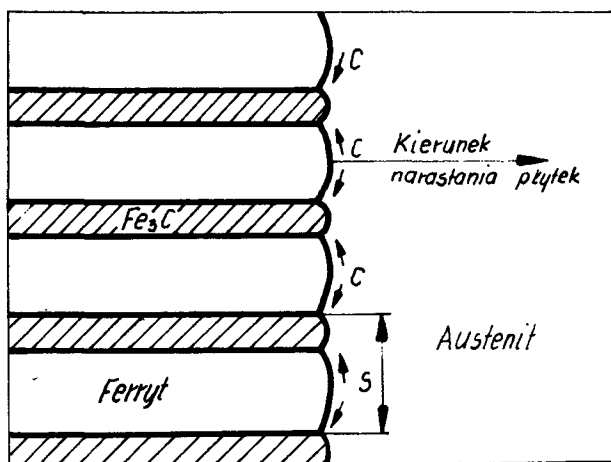
Tablica 7.1.

Produkty przemiany przechłodzonego austenitu

Przemiana	Szybkość chłodzenia $^{\circ}\text{C/s}$	Zakres temperatur przemiany	Produkt przemiany	Twardość HB
Ar ₁	1	723–680	perlit	180–250
Ar'	1–100	680–500	perlit drobny	250–450
Ar''	100–180	500–250	bainit	450–600
Ar'''	120	250	martenzyt	600–650

7.1.1. Przemiana perlityczna

Proces przemiany perlitycznej w stalach podeutektoidalnych zaczyna się od powstawania ziarn ferrytu w przechłodzonym austenicie. W stalach nadeutektoidalnych pojawiają się zarodki cementytu. Zarodkowanie jest heterogeniczne, gdyż uprzywilejowanym miejscem tworzenia się zarodków są granice ziarn i nierozpuszczone uprzednio cząstki cementytu lub innych faz. Wzrost zarodków cementytu prowadzi do zmniejszenia ilości węgla w otaczającym je austenicie, a w wyniku przemiany alotropowej $\gamma \rightarrow \alpha$ powstaje ferryt. Z kolei nadmiar węgla znajdujący się w ferrycie dyfunduje do pozostałego austenitu. Procesowi wzbogacania austenitu w węgiel towarzyszy jednocześnie zarodkowanie wydzielań cementytu. Przemiana perlityczna polega więc na tworzeniu się faz o dużym zróżnicowaniu zawartości węgla. Dyfuzja węgla zachodzi najpierw w głąb ziarn austenitu w stalach podeutektoidalnych, lub w kierunku ich powierzchni w stalach nadeutektoidalnych, a następnie wzdłuż kierunku krystalizacji perlitu. Wydzielający się cementyt i ferryt mają postać płytek, których krawędzie wrastają w austenit (rys. 7.4.). Towarzyszy temu ograniczenie dyfuzji do frontu przemiany, gdzie współczynnik dyfuzji jest 10^3 do 10^5 razy większy niż w kryształach doskonałym. Grubość płytek ferrytu i cementytu oraz szybkość ich wzrostu zależą od temperatury. W miarę obniżania temperatury, czyli przy wzrastającym przechłodzeniu austenitu, grubość płytek jest coraz mniejsza a szybkość ich wzrostu powiększa się. Prowadzi to do zwiększania się powierzchni międzyfazowej. Po osiągnięciu w temperaturze ok. 550°C maksimum, szybkość wzrostu zaczyna się zmniejszać.



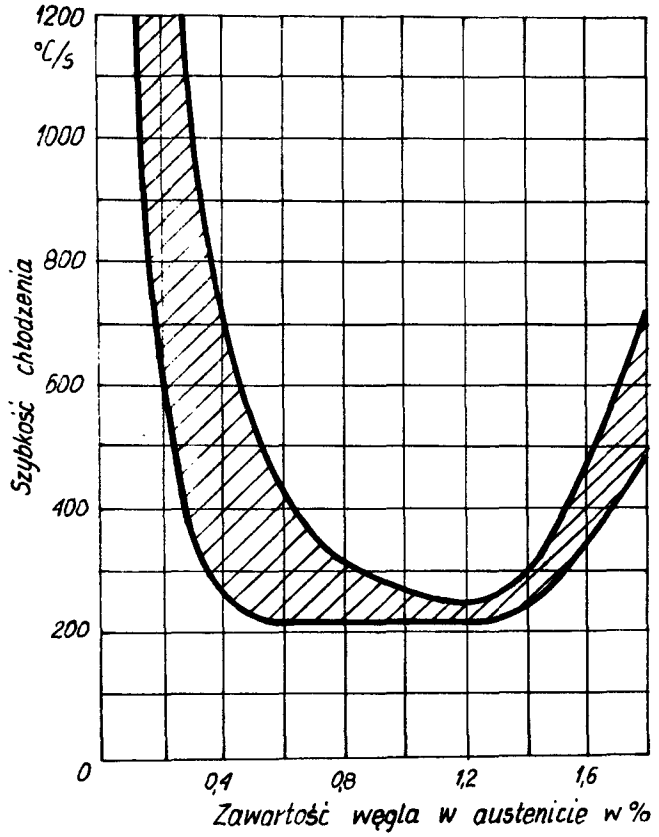
Rys. 7.4. Schemat wzrostu ziarna perlitu

7.1.2. Przemiana martenzytyczna

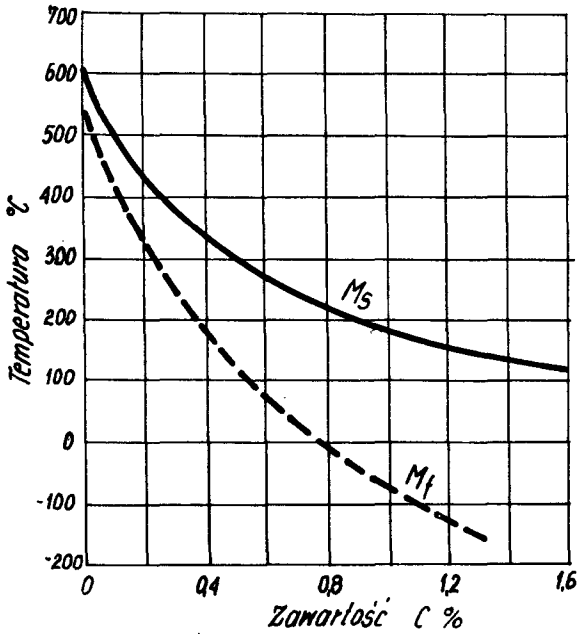
Przemiana martenzytyczna ma charakter bezdyfuzyjny. Z tego powodu warunkiem jej wystąpienia jest bardzo duże przechłodzenie austenitu i wynikająca stąd duża szybkość chłodzenia. Jednorodną strukturę martenzytyczną uzyskuje się przy szybkościach chłodzenia równych lub większych od krytycznej.

Szybkość krytyczna zależy od zawartości węgla w stalach (rys. 7.5.) oraz od dodatków stopowych, które przeważnie ją zmniejszają. Przemiana martenzytyczna zaczyna się w temperaturze oznaczonej M_s i kończy w M_f . Zakończenie przemiany w temperaturze M_f nie jest równoznaczne z całkowitym zanikiem austenitu. Pozostaje zawsze pewna ilość tzw. austenitu szczątkowego. Temperatury M_s i M_f zależne są od zawartości węgla w austenicie (rys. 7.6.). Przemiana w temperaturze M_s polega na przebudowie sieci γ w α , przy czym nie zachodzą procesy dyfuzyjne. Tworzy się więc silnie przesycony roztwór węgla w sieci żelaza α zwany martenzytem. Sieć przestrzenna martenzytu jest tetragonalna a jej parametry różnią się od parametrów sieci γ jak i α . Stopień tetragonalności, czyli stosunek c/a zależy liniowo od zawartości węgla w tym roztworze stałym (rys. 7.7.).

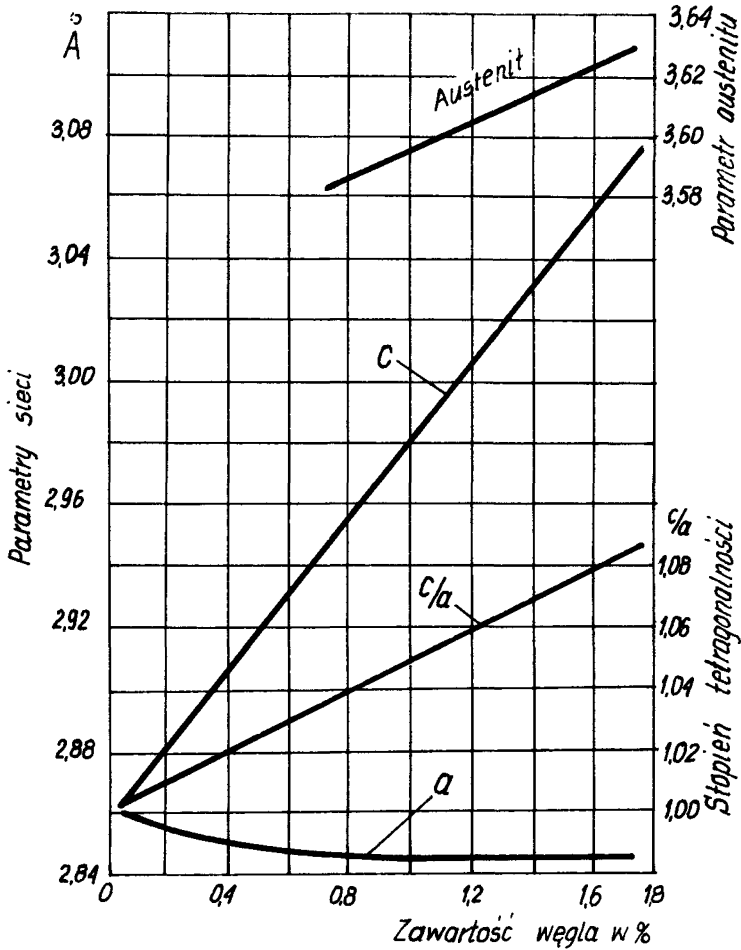
Przemiana martenzytyczna składa się z procesu zarodkowania i szybkiego wzrostu. Uprzywilejowanym miejscem heterogenicznego zarodkowania martenzytu są mikroobszary o niejednorodnym rozkładzie składników oraz defekty sieciowe [4]. Martenzyt wzrasta z szybkością porównywalną z prędkością dźwięku w postaci płytek w ziarnach austenitu. Przeszkodami na drodze wzrostu są granice ziarn austenitu lub płytki utworzonego martenzytu. Tworzące się płytki martenzytu dzielą austenit na mikroobszary, w których panuje naprężenie ściskające. Wynika to stąd, że martenzyt posiada



Rys. 7.5. Wpływ zawartości węgla w austenicie na krytyczną szybkość chłodzenia



Rys. 7.6. Wpływ zawartości węgla w stalach na temperatury M_s i M_f



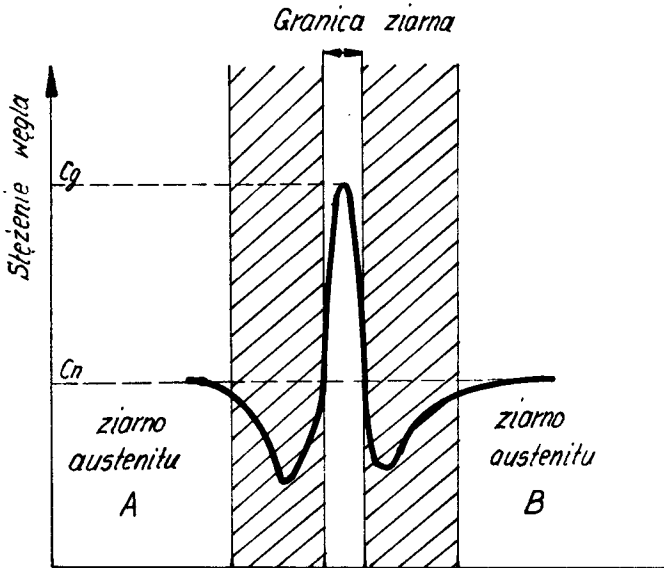
Rys. 7.7. Parametry sieci przestrzennej austenitu i martenzytu w zależności od zawartości węgla

o ok. 1,5% większą objętość właściwą od austenitu. Wzrastający stan wszechstronnego ściskania hamuje przemianę martenzytyczną tak, że w temperaturze M_f praktycznie przemiana ta ustaje. Stwierdzono, że na przebieg przemiany martenzytycznej ma korzystny wpływ obciążenie zewnętrzne wywołujące odkształcenie plastyczne austenitu, a przez to uwalnianie jego energii swobodnej. Charakterystyczną cechą przemiany martenzytycznej, odróżniającą ją od przemian dyfuzyjnych jest to, że zachodzi ona tylko przy obniżaniu temperatury między M_s i M_f , natomiast w warunkach izotermicznych praktycznie nie przebiega. Mikrostrukturę stali po przemianie martenzytycznej tworzą igły martenzytu na tle austenitu szczątkowego. Igły martenzytu tworzą między sobą

kąty 60° lub 120° i mają tendencję do tworzenia skupień. Długość igieł zależy od wielkości ziarna byłego austenitu.

7.1.3. Przemiana bainityczna

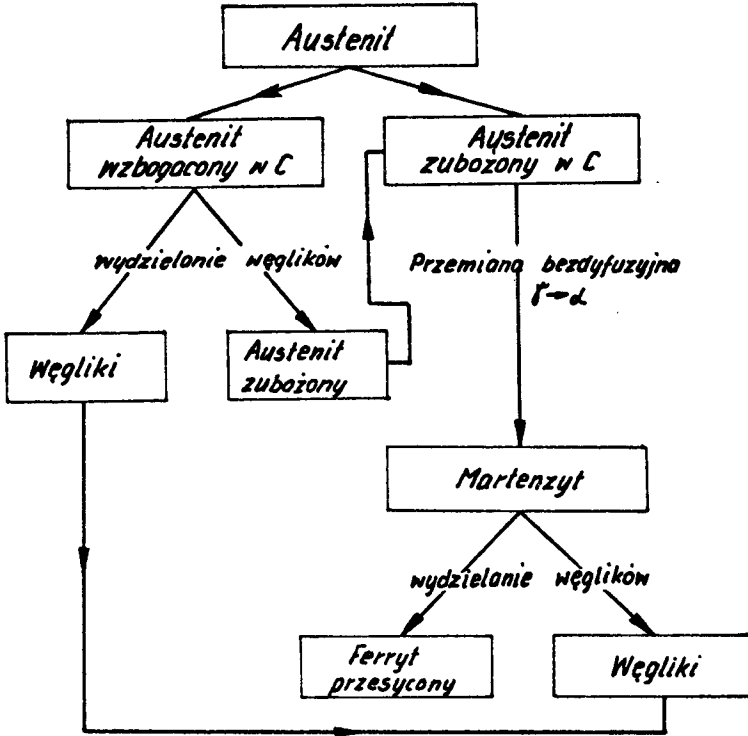
Przemiana bainityczna jest pośrednią między perlityczną i martenzytyczną. Zachodzi ona w zakresie temperatur $450^\circ\text{--}200^\circ\text{C}$ dla stali węglowych, kiedy wzrasta trwałość przechłodzonego austenitu. W tych warunkach zachodzi jeszcze dyfuzja węgla zarówno w sieci γ jak i α , natomiast dyfuzja pierwiastków metalicznych nie występuje. Zarodkowanie bainitu poprzedzają dyfuzyjne przemieszczenia atomów węgla do granic ziarn i dyslokacji, powodując zróżnicowanie zawartości węgla w austenicie. Stan taki jest przyczyną niejednorodnego procesu przemiany. W miejscach, gdzie zawartość węgla w austenicie zmniejsza się, może wystąpić bezdyfuzyjna przemiana martenzytyczna, gdyż temperatura M_s dla austenitu ubogiego w węgiel jest stosunkowo wysoka. Uprzywilejowanymi miejscami zarodkowania w przemianie bainitycznej są więc mikroobszary w pobliżu granic ziarn i dyslokacji (rys. 7.8.). W mikroobszarach austenitu o podwyższonej



Rys. 7.8. Schemat zmian stężenia węgla w pobliżu granicy ziarna austenitu w przemianie bainitycznej; C_n – średnie stężenie węgla w ziarnach austenitu, C_g – stężenie węgla na granicy ziarn austenitu po okresie inkubacji

zawartości węgla wydzielają się submikroskopowe cząstki cementytu, powodując powstawanie nowych obszarów niskowęglowych. Węgliki w bainicie górnym mają postać

nieregularnych wydzielań, w dolnym natomiast tworzą płytki w równoległych rzędach. Ostatecznym wynikiem przemiany jest przesycony węglem ferryt i cementyt (rys. 7.9.).



Rys. 7.9. Schemat przemiany bainitycznej.

Bainit jest więc strukturą dwufazową, różniącą się od perlitu znacznie większą zawartością węgla w ferrycie oraz dyspersją i postacią składników strukturalnych. Istotną cechą tej przemiany jest stosunkowo długi okres inkubacji, wzrastający w miarę zwiększania przechłodzenia austenitu. Gruboziarnistość austenitu przyspiesza i ułatwia przemianę bainityczną.

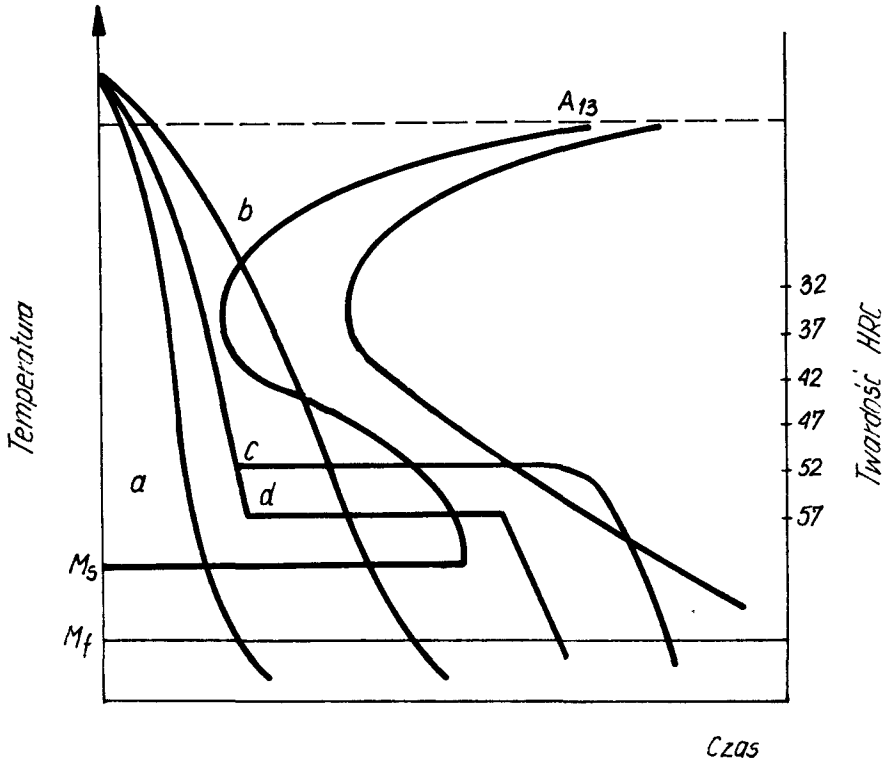
Pod względem budowy strukturalnej bainit dzieli się na górny, powstający w wyższym zakresie temperatur i bainit dolny. Bainit górny odznacza się budową pierzastą, natomiast bainit dolny posiada budowę iglastą, podobną do odpuszczonego martenzytu.

7.2. Wpływ warunków hartowania na budowę strukturalną i własności stali

Warunkami hartowania, wpływającymi w istotny sposób na strukturę stali, jest austenitizacja i sposób chłodzenia [5].

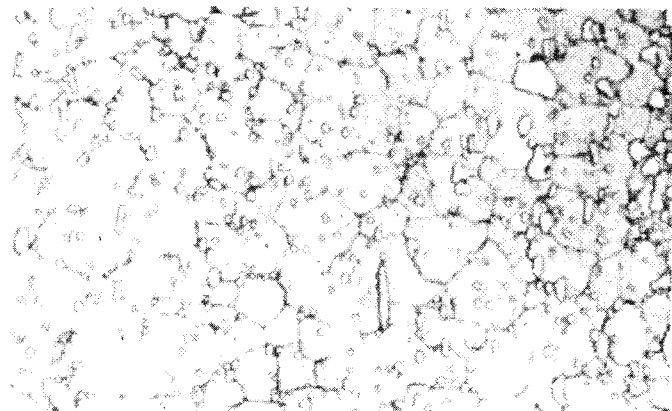
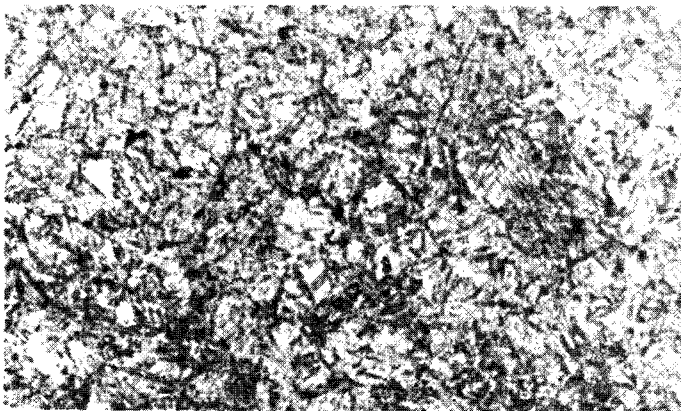
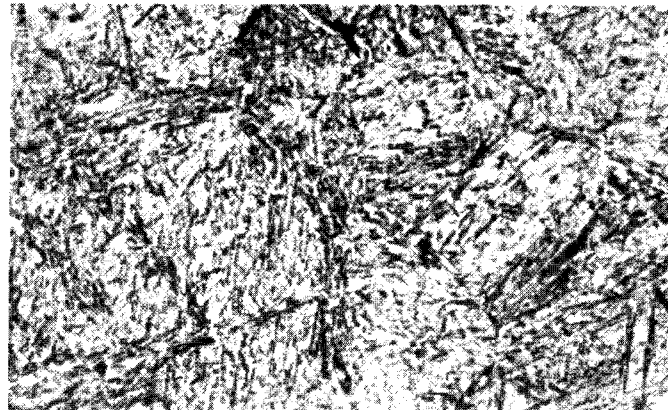
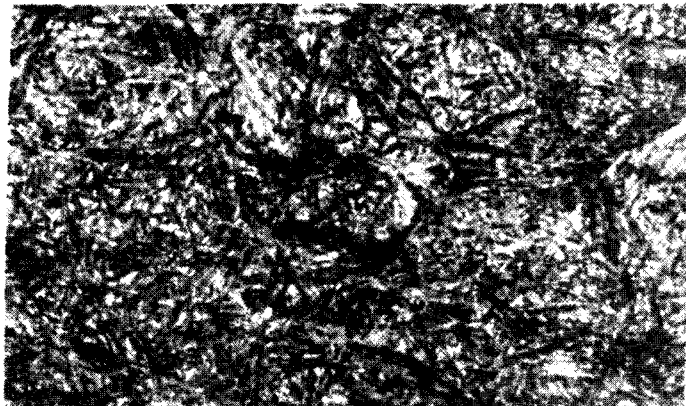
Wysokie temperatury austenitowania powodują wzrost ziarna austenitu, a to prowadzi do gruboiglastego martenzytu ze znaczną zawartością austenitu szczątkowego. Pamiętaj jednak należy, że podatność stali do rozrostu ziarna, zależna jest również od jej składu chemicznego i jednorodności strukturalnej. Niektóre pierwiastki stopowe, np. Cr, Mo hamują rozrost ziarna, inne natomiast, jak np. Mn, Si zwiększają ziarno. Niejednorodność strukturalna, szczególnie w postaci pasmowych skupień węglików w stalach nadeutektoidalnych, jest również przyczyną znacznego zróżnicowania wielkości ziarna austenitu. Czas austenitacji, obok temperatury, określa zasięg procesów dyfuzyjnych. Długi czas austenitacji umożliwia np. rozpuszczenie większej ilości węglików w stalach wysokowęglowych i stopowych. W miarę rozrostu ziarna austenitu maleje powierzchnia granic ziarn, co jest zjawiskiem niekorzystnym, z uwagi na koncentrację pierwiastków niemetalicznych na granicach ziarn.

Zasadniczym czynnikiem wpływającym na strukturę stali po hartowaniu jest sposób chłodzenia (rys. 7.10.).



Rys. 7.10. Sposoby chłodzenia stali podczas hartowania; a/ chłodzenie z szybkością większą od krytycznej, b/ chłodzenie z szybkością mniejszą od krytycznej, c/ chłodzenie z przemianą izotermiczną, d/ chłodzenie z przystankiem izotermicznym i niepełną przemianą bainityczną

Stale chłodzone z prędkością większą od krytycznej uzyskują budowę martenzy-



Rys. 7.11. Martenzytyczne struktury stali zahartowanych. Powiększenie 500x. Trawiono nitalem. a/ stal 0,9% C – gruboiglasty martenzyt z dużą ilością austenitu szczątkowego, b/ stal 0,55% C – martenzyt z austenitem szczątkowym, c/ stal 0,55% C – drobnoiglasty martenzyt, d/ stal szybko tnąca SW18 – martenzyt skrytogilasty z austenitem szczątkowych (widoczne granice ziarn i węgliki)

tyczną (rys. 7.11.), przy czym wielkość igieł martenzytu zawiera się w szerokich granicach. Rozróżnia się martenzyt:

- skrytoiglasty o długości igieł nie większej od ok. $0,2 \mu\text{m}$
- drobnoiglasty, gdy igły mają długość do ok. $6 \mu\text{m}$
- średnioiglasty o długości igieł do ok. $12 \mu\text{m}$
- gruboiglasty o długości igieł do ok. $20 \mu\text{m}$

Pomiędzy igłami martenzytu znajduje się austenit szcążkowy, którego ilość może dochodzić do 40%. W stalach zahartowanych, zawierających większą ilość węgla i ewentualnie dodatki stopowe węglíkotwórcze, zaobserwować można węglíki, które nie zostały rozpuszczone w czasie austenizacji. Węglíki te mogą być rozmieszczone w różny sposób: równomierny, skupiony, pasmowy lub siatkowy na granicach ziarn. Wielkość i kształt węglíków może być różna.

Stale w stanie zahartowanym odznaczają się wysoką twardością, wytrzymałością na ściskanie i rozciąganie oraz bardzo niską udarnością. Własności plastyczne, takie jak wydłużenie i przewężenie, również są bardzo niskie.

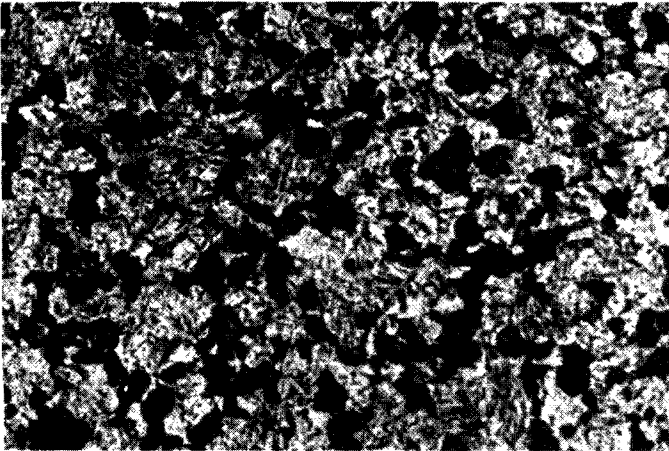
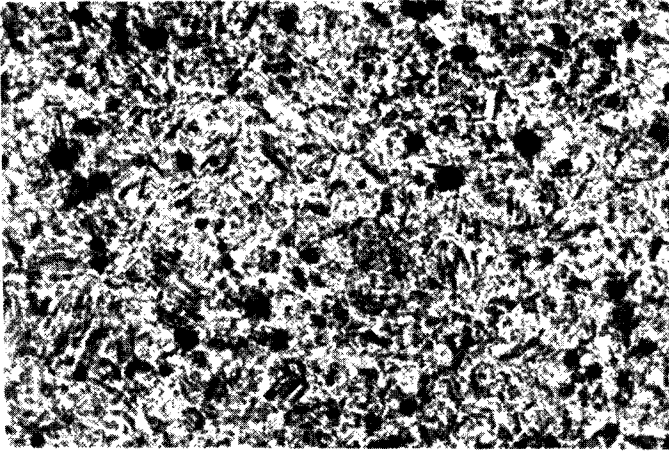
Poprawna struktura stali węglowej zahartowanej składa się z drobnoiglastego martenzytu, kilkuprocentowej ilości austenitu szcążkowego oraz w przypadku stali nad-eutektoidalnych równomiernie rozłożonych wydzielení cementytu drugorzędowego.

Stale chłodzone z prędkością nieco mniejszą od krytycznej, uzyskują strukturę składającą się z martenzytu i bainitu o budowie pierzastej (rys. 7.12.). Górny bainit widoczny jest w postaci ciemnych wydzielení wzdłuż granic ziarn.

Twardość stali o strukturze martenzytyczno-bainitycznej zależna jest od proporcji składników strukturalnych, gdyż bainit dolny posiada niższą twardość od martenzytu – 40–46 HRC lub 380–450 HB. Stale hartowane izotermicznie uzyskują strukturę bainitu górnego lub dolnego (rys. 7.13.). Bainit górny posiada strukturę pierzastą, twardość tej struktury wynosi 450–500 HB, co odpowiada 490–540 HV lub 47–52 HRC. Górny bainit uzyskuje się w wyniku przemiany przechłodzonego austenitu w temperaturze 500–350°C. Bainit dolny, charakteryzujący się budową iglastą, powstaje podczas izotermicznej przemiany przechłodzonego austenitu w temperaturach 350°C – M_s . Twardość bainitu dolnego wynosi 500–600 HB (540–640 HV, 52–60 HRC). Hartowanie z niepełną przemianą bainityczną prowadzi do struktury bainityczno-martenzytycznej. Struktura ta odznacza się twardością wyższą od bainitu i ciągliwością większą od martenzytu. Stal hartowana na taką strukturę wykazuje małe odkształcenia hartownicze.

7.3. Struktury i własności stali po odpuszczaniu

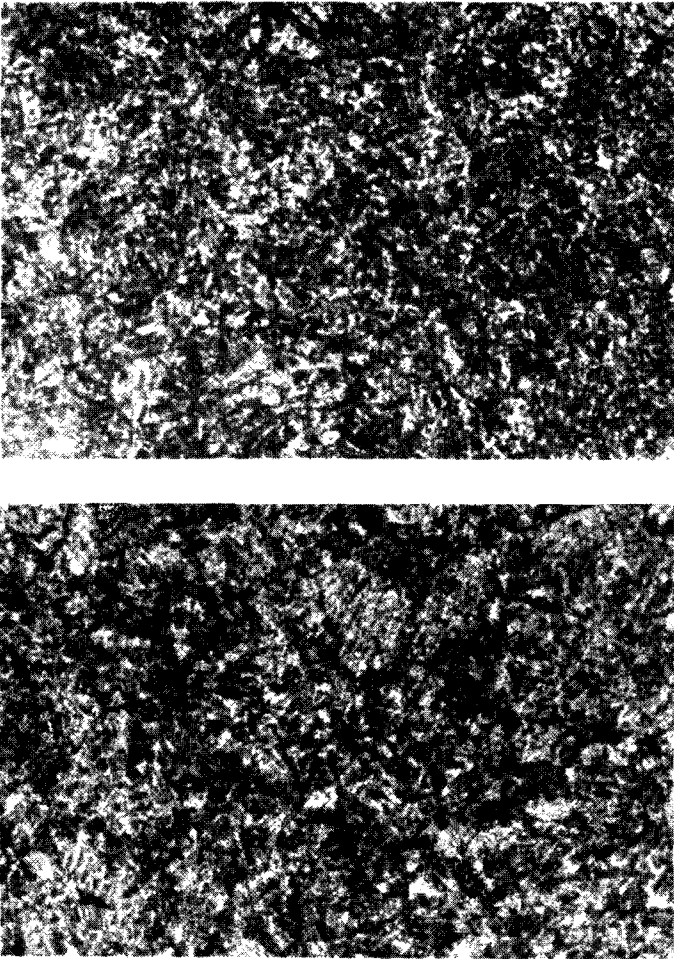
Martenzyt jest strukturą nietrwałą z uwagi na wysoką energię swobodną. Już w temperaturach 80–200°C występuje pierwsze stadium przemiany, polegające na wydzielaniu się nadmiaru węgla w postaci submikroskopowych cząstek (10^{-3} – 10^{-4} mm) węglíka ϵ , o składzie pośrednim między Fe_2C i Fe_3C i o strukturze heksagonalnej zwartej. Zanika wtedy tetragonalność martenzytu.



Rys. 7.12. Mikrostruktury stali węglowych hartowanych (szybkość chłodzenia mniejsza od krytycznej). Powiększenie 500x. Trawiono nitałem. a/ stal 0,55% C – martenzyt z niewielką ilością bainitu, b/ stal 0,7% C – martenzyt i ok. 20% bainitu

W drugim okresie przemiany w temperaturze 200–300° C zanika tetragonalność martenzytu, zmniejszają się wewnętrzne naprężenia ściskające, umożliwiając przemianę austenitu szczątkowego w martenzyt o budowie regularnej.

Martenzyt uzyskany w pierwszym i drugim okresie nazywa się martenzytem odpuszczonym (twardość 650–500 HB). Trzeci okres przemiany martenzytu zachodzi w temperaturze 300–400° C. Wówczas węgiel ϵ przechodzi w cementyt. Proces ten doprowadza do przemiany martenzytu w mieszaninę ferrytu z submikroskopowymi wydzieleniami cementytu.



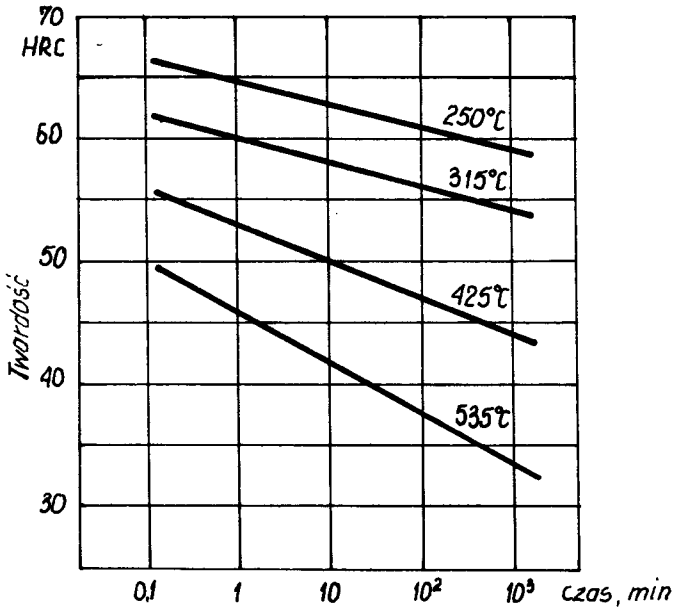
Rys. 7.13. Struktury stali po przemianie bainitycznej. Powiększenie 500x. Trawiono nitałem. a/ bainit dolny w stali 45G2, b/ bainit górny w stali 0,9% C

Ostatnim, czwartym okresem przemiany w temperaturze od 400°C do A_{c1} jest sferoidyzacja submikroskopowych wydzieliń cementytu a następnie ich koagulacja. Powyżej 600°C wydzielenia cementytu są już widoczne pod mikroskopem. Strukturę taką, powstającą z martenzytu w temperaturze $650\text{--}680^{\circ}\text{C}$, nazywa się sorbitem (twardość $\sim 300\text{ HB}$). Zabiegi podgrzewania stali zahartowanej w celu zmiany jej struktury nazywa się odpuszczaniem. Rozróżnia się odpuszczanie niskie do 250°C , średnie w zakresie $250\text{--}500^{\circ}\text{C}$ i wysokie $500\text{--}A_{c1}$.

W zakresie pierwszym uzyskuje się strukturę martenzytu odpuszczonego. Odpuszczanie średnie i wysokie doprowadza do struktury sorbitu, przy czym wielkość wydzieliń

cementytu zależna jest od temperatury odpuszczania. Te dwa wymienione rodzaje odpuszczania wywołują daleko idące zmiany własności mechanicznych stali: wzrasta udarność i zdolność do odkształceń plastycznych, maleje natomiast twardość.

Czas odpuszczania również wpływa na własności stali odpuszczonej. Najczęściej przyjmuje się czas wygrzewania 2–3 godz., gdyż dalsze wygrzewanie prowadzi do coraz mniejszych zmian własności mechanicznych (rys. 7.14.).

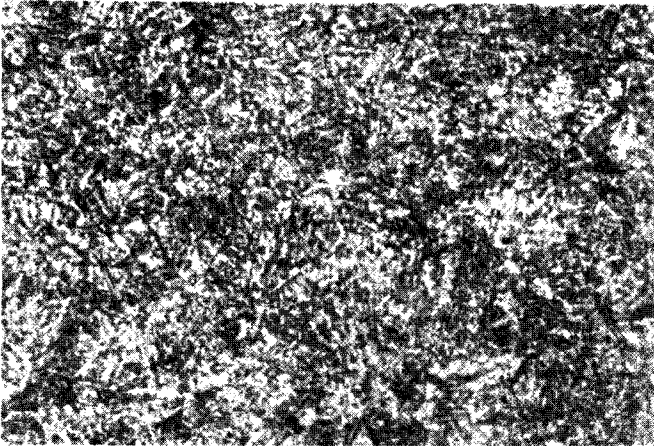
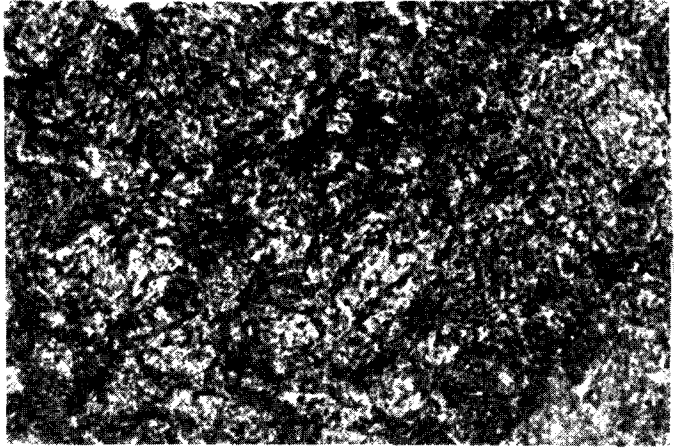


Rys. 7.14. Wpływ temperatury i czasu odpuszczania na twardość stali

Własności stali po odpuszczeniu zależne są w dużym stopniu od dodatków stopowych. Tak np. w stalach szybko tnących odpuszczanie w temperaturze 500–600^o C wywołuje wzrost twardości (tzw. twardość wtórna). Jest to związane z wydzielaniem się wysokodispersyjnych węglików pierwiastków stopowych (W, Mo, V).

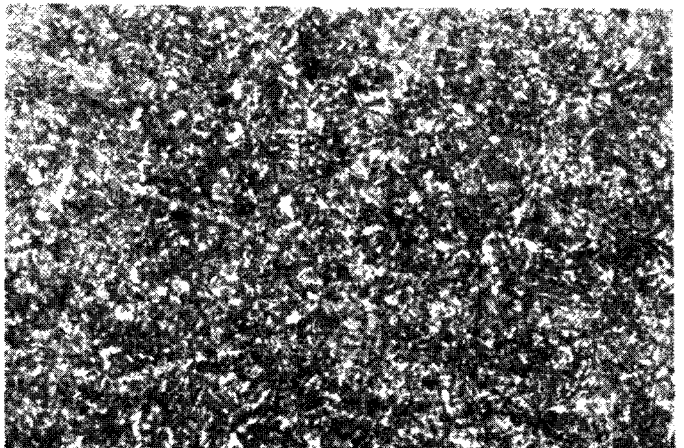
Struktury stali odpuszczonych zależne są od stopnia przemiany martenzytu i koagulacji cementytu (rys. 7.15. – 7.18.). Klasyfikacja i kryteria oceny cech mikrostruktury stali określone są w normie PN–66/H–04505.

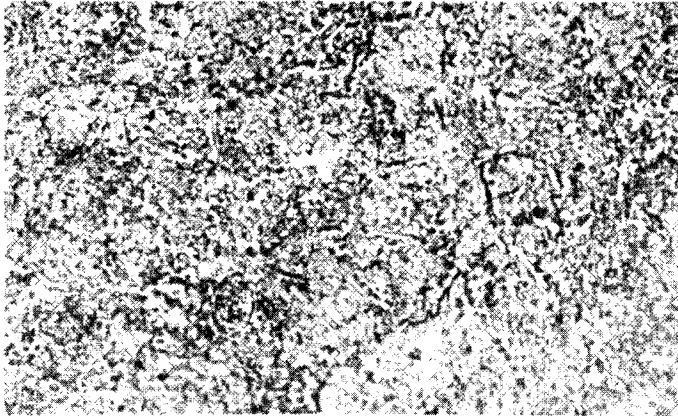
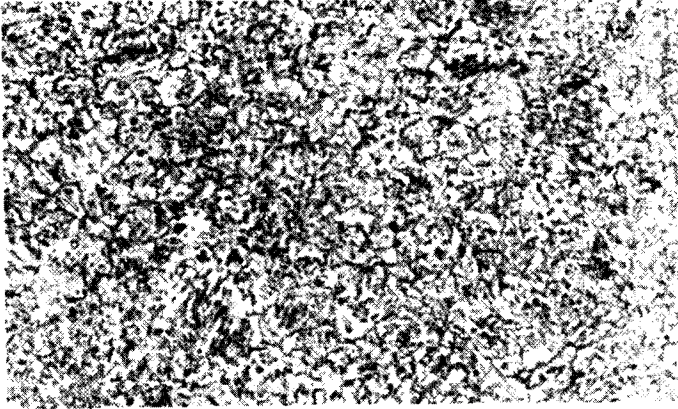
Rys. 7.15. Stal węglowa po niskim odpuszczeniu w temp. 250°C –martenzyt odpuszczony. Powiększenie 500x. Trawiono nitaliem



Rys. 9.16. Brąz alumi-niowy BA1044, CuAl10Fe4Ni4 . Jasne obszary – faza α o-raz ciemne pola eutek-toidu ($\alpha + \gamma_2$). Traw. roztw. FeCl_2 , Mi17Cu , pow. 100x

Rys. 7.16. Stal węglowa po odpuszczeniu średnim w temp. 450°C Bardzo drobne cząstki cementytu w iglastym ferrytcie. Pow. 500x. Trawiono nitaliem





Rys. 7.18. Sferoidyt w stali węglowej, uzyskany przez wyżarzanie w temp. 700°C stali zahartowanej. Powiększenie 500x. Trawiono nitałem. a/ stal 0,9% C – sferoidyt, b/ stal 1,1% C – sferoidalne wydzielenia cementytu w osnowie ferrytu. Cementyt drugorzędowy w postaci wydzieleń wydłużonych

7.4. Przebieg ćwiczenia

A. Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest poznanie budowy strukturalnej stali hartowanych i odpuszczanych oraz określenie ich twardości.

B. Urządzenia i materiały do badań

Mikroskopy metalograficzne, twardościomierz Rockwella, twardościomierz Vickersa, próbki do badań mikroskopowych, próbki do pomiarów twardości.

C. Przebieg badań

Próbki do badań mikroskopowych, znajdujące się w eksykatorze, należy obserwować pod mikroskopem w jasnym polu widzenia w zakresie powiększeń 200–1000x, a następnie określić ich mikrostrukturę na podstawie skryptu do ćwiczeń oraz normy PN–66/H–04504. Drugą partię próbek wykonanych z tych samych stali i identycznie obrabianych cieplnie przeznacza się do pomiarów twardości. Po przeprowadzeniu obserwacji mikroskopowych i pomiarach twardości zestawia się próbki w odpowiednie pary i przedstawia prowadzącemu ćwiczenie do sprawdzenia.

D. Opracowanie wyników i sprawozdania

Sprawozdanie powinno zawierać następujące punkty:

- cel badań, przedmiot badań, spis literatury pomocniczej,
- określenie warunków obserwacji struktur (powiększenie: obiektyw, okular) z uzasadnieniem,
- dobór metody pomiaru twardości: HRC lub HV,
- szkic próbek (zwymiarowany),
- opis przebiegu badań,
- wyniki badań – określenie mikrostruktur wszystkich próbek, wyniki pomiarów twardości, szkic trzech wybranych mikrostruktur, określenie warunków obróbki cieplnej próbek,
- analiza wyników badań i wnioski.

Pytania kontrolne

1. Mechanizm przemiany perlitycznej.
2. Różnice między siecią przestrzenną martenzytu i austenitu.
3. Czynniki wpływające na ilość austenitu szczątkowego w stalach zahartowanych.
4. Cechy charakterystyczne przemiany bainitycznej.
5. Mechanizm przemiany martenzytycznej.
6. Struktury stali uzyskane w wyniku chłodzenia ciągłego z różnymi prędkościami.
7. Struktury otrzymywane w wyniku izotermicznych przemian przechłodzonego austenitu.
8. Czynniki wpływające na gruboigłastość martenzytu.
9. Sposób powstawania i cechy charakterystyczne martenzytu odpuszczania.
10. Warunki tworzenia się struktury sorbitycznej.
11. Własności stali zahartowanych.
12. Własności stali odpuszczonych.
13. Stale do ulepszania cieplnego.

Literatura

1. Prowans St. – **Materiałoznawstwo. Warszawa-Poznań, 1977, PWN**
2. Wesołowski K. – **Metaloznawstwo i obróbka cieplna, Warszawa, 1974, WNT**
3. Staub F. i inni – **Metaloznawstwo, Katowice, 1979, Wyd. Śląsk**
4. Gulajew A. P. – **Metaloznawstwo, Katowice, 1969, Wyd. Śląsk**
5. Luty W. i inni – **Obróbka cieplna stopów żelaza – poradnik inżyniera, Warszawa, 1977, WNT**
6. Przybyłowicz K. – **Metaloznawstwo. Część I, AGH Kraków 1980**

8. STRUKTURY I WŁAŚCIWOŚCI STOPÓW O SZCZEGÓLNYCH WŁAŚCIWOŚCIACH

8.1. Stale odporne na korozję

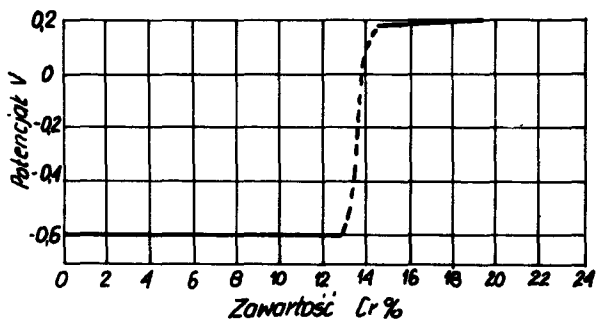
Najważniejszą cechą stali odpornych na korozję jest duża odporność na działanie wielu środowisk korozyjnych takich jak: gazy, pary, kwasy, zasady i sole.

Właściwość ta jest niezbędna dla materiałów przeznaczonych na części maszyn i narzędzi w wielu gałęziach przemysłu jak np. chemicznego, spożywczego, energetycznego, okrętowego, lotnictwa, motoryzacji i innych. Odporność chemiczna stali polega na utworzeniu na jej powierzchni szczelnych i silnie przylegających warstewek ochronnych antykorozyjnych. Warstewki te mogą być złożone z trwałych związków metali (np. tlenków) albo z tzw. warstw adsorpcyjnych. Zjawisko pokrywania się metali warstewkami ochronnymi nazywa się pasywacją. Częściej jednak spotykana jest korozja elektrochemiczna. Polega ona na przechodzeniu jonów metalu do roztworu (elektrolitu). Przebieg korozji elektrochemicznej zależy głównie od wielkości potencjału metalu lub stopu określanego w stosunku do wodoru (elektrody kalomelowej) przyjętego umownie jako zero. Metale o potencjalnie ujemnym wykazują dużą skłonność do korozji a o potencjale dodatnim są odporne na korozję. Czyste żelazo i stale niskostopowe nie są odporne na korozję w atmosferze, wodzie i wielu innych środowiskach, ponieważ tworząca się na nich warstewka tlenków nie jest szczelna, a potencjał elektrochemiczny jest ujemny i wynosi około 0,6 V.

Wprowadzając do stali niektóre pierwiastki jak Si, Al, Cr można spowodować powstawanie ochronnych warstw tlenkowych np. SiO_2 , Al_2O_3 itd. Bardzo duże znaczenie ma jednak zmiana potencjału elektrochemicznego z ujemnego na dodatni. Pierwiastkiem który powoduje taką zmianę jest Cr. Zmiana taka zachodzi skokowo przy zawartości Cr w stali około 13% (rys. 8.1.). Oznacza to, że stale chromowe zawierające mniej niż 12–13% Cr ulegają korozji, a stale zawierające powyżej 13% Cr nie ulegają korozji w powietrzu, wodzie a także w wielu kwasach, solach i zasadach.

Stale odporne na korozję można podzielić na: trudno korodujące, odporne na korozję i kwasoodporne. Jest to podział umowny i należy go traktować orientacyjnie. Stale trudno korodujące są to stale o nieznacznie wyższej odporności na korozję niż stale węglowe. Można do nich zaliczyć: żelazo Armco, 10H, 10HSNCu, 10HAVP, 18G2ACu, 15G2ANbCu oraz wiele opracowanych w świecie nowych gatunków stali

niskostopowych odpor-
nych na działanie atmo-
sfery przemysłowej i mor-
skiej. Występują w nich
jako dodatki stopowe naj-
częściej: Cr, Cu, P, Al, Ni.
Stale odporne na korozję
są to stale chromowe za-
wierające około 13 lub
17–18% Cr. Zawartość
węgla w stalach z 13% Cr
waha się w granicach 0,1
do około 0,45% C. W



Rys. 8.1. Zależność potencjału elektrochemicznego stali chromowej od zawartości Cr

zależności od zawartości węgla stale te posiadają różną strukturę, Ze względu na strukturę stale odporne na korozję z około 13% Cr można podzielić na:

- ferrytyczne zawierające max 0,15% C
- ferrytyczno-martenzytyczne (półferrytyczne) zawierające 0,15–0,35% C
- martenzytyczne zawierające powyżej 0,35% C.

Stale ferrytyczne np. OH13 i OH13J używane są do wyrobu wykładzin zbiorników, kolumn rektyfikacyjnych, rur urządzeń krakingowych, w przemyśle naftowym i koksowniczym. Stal 1H13 znalazła zastosowanie na różne przedmioty i części urządzeń w gospodarstwie domowym, zawory, łopatki turbin itp. Stale ferrytyczno-martenzytyczne np. 2H13 i 3H14 mogą być poddawane hartowaniu i odpuszczaniu (ulepszaniu cieplnemu). Stosowane bywają na części maszyn o wymaganej większej wytrzymałości np. wały, śruby, dławice, części pomp, formy do odlewów pod ciśnieniem itp.

Stal martenzytyczna np. 4H13 po zahartowaniu i niskim odpuszczaniu stosowana bywa na części o dużej odporności na ścieranie i korozję np. niektóre narzędzia skrawające i pomiarowe, igły do gaźników, łożyska kulkowe, matryce do tworzyw sztucznych, zawory, przyrządy i narzędzia chirurgiczne.

Stale kwasoodporne. Wprowadzając do stali chromowych zawierających 18% Cr, nikiel w ilości około 8% otrzymuje się stal o strukturze austenitycznej w całym zakresie temperatur. Posiada ona lepsze własności mechaniczne, większą odporność na korozję i mniejszą skłonność do rozrostu ziarn. Stale zawierające 0,1% C, 18% Cr i 8% Ni są typowymi stalami kwasoodpornymi nazywanymi stalami typu 18-8, np. 1H18N9, 1H18N9T, H18N10MT, H17N13M2T i inne znajdując zastosowanie w przemyśлах: kwasu siarkowego, azotowego, farbiarskim, węglowym, mleczarskim, papierniczym, paliw syntetycznych i innych.

8.2. Stale żaroodporne i żarowytrzymałe

Stale żaroodporne są to stale posiadające dużą odporność na działanie czynników

chemicznych w wysokich temperaturach, a przede wszystkim gazów utleniających.

Stale żarowytrzymałe są to stale posiadające zdolność przenoszenia znacznych obciążeń mechanicznych w wysokich temperaturach.

Utlenianie stali w wysokich temperaturach jest skomplikowanym procesem cieplno-chemicznym. Najogólniej polega on na tworzeniu się na powierzchni przedmiotów tlenków żelaza oraz dyfuzji atomów żelaza i tlenu przez warstwę tlenków a w konsekwencji dalsze jej powiększanie. W temperaturze 560°C Fe_3O_4 o mało zdeformowanej sieci krystalicznej przemienia się w FeO o silnie zdeformowanej sieci krystalicznej co znacznie przyspiesza proces utleniania. Dodatki stopowe o większym powinowactwie do tlenu niż żelazo dyfundują do warstwy FeO i tworząc tlenki utrudniają dyfuzję żelaza i tlenu, ochraniając w ten sposób przedmioty przed dalszym utlenianiem. Takimi dodatkami stopowymi są głównie Cr , Al , Si , które tworzą tlenki Cr_2O_3 , Al_2O_3 lub SiO_2 . Zdolność materiału do przenoszenia obciążeń mechanicznych w podwyższonych temperaturach wyrażona jest przede wszystkim granicą pełzania.

Żarowytrzymałość stali można zwiększyć wprowadzając do niej dodatki stopowe podwyższające temperaturę topnienia i rekrytalizacji. Zwiększają one również energię wiązania atomów w sieci roztworu stałego. Do takich dodatków należą Mo , W , V , Co , Ti , Cr , Si .

Stale żaroodporne i żarowytrzymałe można podzielić na:

- ulepszone cieplnie,
- ferrytyczne (chromowe),
- austenityczne (chromowo-niklowe).

Stale ulepszone cieplnie są w zasadzie stalami niskostopowymi o zawartości 0,15–0,45% C. Posiadają żarowytrzymałość w temperaturach 350 – 575°C . Stosowane bywają również w stanie normalizowanym i wyżarzonym np. na blachy lub rury kotłowe. Do budowy kotłów wysokoprężnych stosuje się głównie stale: K22M o składzie 0,2% C, 1,0% Mn, 0,25–0,40% Mo oraz 18CuNMT o składzie 0,18% C, 1,0% Mn, 1,0% Ni, 1,0% Cu, 0,3% Mo, 0,05% Ti.

Na rury do podgrzewaczy i przewody parowe kotłów stosuje się stale 15HM, 10H2M i 16M, zawierające 0,08%–0,20% C, 0,8–2,5% Cr i 0,4–1,1% Mo. Mogą one pracować w temperaturach 450 – 575°C . Stosuje się po normalizowaniu lub ulepszeniu cieplnym.

W ostatnich latach głównymi stalami konstrukcyjnymi w przemyśle energetycznym stały się stale Cr-Mn-V . Na armaturę kotłów, rurociągi parowe, łopatki turbin stosuje się stale 12HMF, 13HMF i 15HMF, a na wirniki i części turbin stosuje się 21HMF, 24H2MF i 26H2MF. Dla przemysłu chemicznego stosowane są stale z większą zawartością Cr np. H5M i H6S2. Są to stale ferrytyczno-perlityczne stosowane zwykle w stanie wyżarzonym m.in. na urządzenia krakingowe w syntezie amoniaku, w przemyśle naftowym, na części rekuperatorów itp.

Stale ferrytyczne wysokochromowe używane są najczęściej jako żaroodporne, z tego względu że wykazują stosunkowo niską wytrzymałość i żarowytrzymałość przy wysokich temperaturach. Stale H13JS, H18JS i H24JS stosuje się na armaturę pieców przemysłowych, części żaroodporne kotłów parowych, podpory podgrzewaczy itp.

Stal 2H17 stosowana bywa na pojemniki do wyżarzania i skrzynki do nawęglania.

Stale austenityczne żarowytrzymałe posiadają równocześnie wysoką żaroodporność i żarowytrzymałość. Znalazły zastosowanie głównie na zawory silników lotniczych, łopatki turbin, części silników odrzutowych, części aparatury chemicznej itp.

Zawartość Cr i Ni w nich mieści się w szerokich granicach: Cr/Ni = 18/8, 18/10, 18/12, 17/13, 14/14, 23/18, 20/20, 25/20 i 20/23. Wysoką żaroodporność uzyskuje się przez wprowadzenie do nich dodatkowo trudno topliwych węglotwórczych składników stopowych takich jak Mn, Nb, Ti, V, W. Zawartość ich waha się od kilkunastu do kilku procent. Do tych stali należą: H18N9S, 1H18N9T, H18N10MT, H23N13, H17N13M2, 4H14N14W2M, H23N18, H25N20S2, H18N25S2, 4H15N7G7F2MS, 1H12N2WMF itp.

Stal H23N13 posiada dobrą żaroodporność w atmosferze utleniającej do około 1100^o C, a w redukującej do około 900^o C. Stal H17N13M2 stosowana jest obecnie przede wszystkim na rury przegrzewaczy bloków energetycznych najwyższej mocy. Na zawory silników lotniczych stosuje się stal 4H14N14W2M, która wykazuje własności żarowytrzymałe do temperatury 900^o C. Na części aparatury pracującej pod dużym obciążeniem i w wysokich temperaturach mają zastosowanie stale H23N18, H25N20S2 i H18N25S2, które są żaroodporne do temperatury około 1100^o C.

Stale 4H15N7G7F2MS i 4H12N8G9MFN6 stosuje się na części turbin gazowych jak łopatki, tarcze, elementy mocujące, korpusy itp.

Nadstopy są to stopy najczęściej o osnowie Ni i Co przeznaczone do pracy w temperaturach powyżej 650^o C, są używane najczęściej na łopatki, wirniki i dysze nowoczesnych turbin i silników odrzutowych. Należą do nich stopy typu Nimonic o składzie 0,1% C do 80% Ni, do około 20% Cr i dodatki około 3% Ti, 1,5% Al. Inny stop to tzw. Inconel zawierający około 0,1% C, 75% Ni, 15% Cr i 10% Fe. Do grupy stopów o osnowie Co należy Vitalium o zawartości około 0,15% C, 65% Co, 27% Cr, 3% Ni oraz 5% Mo. Do stopów o osnowie Co należą także tzw. stellyty posiadające wysoką twardość (60–65HRC) nie zmieniające własności prawie do temperatury 700^o C.

8.3. Stale i stopy o szczególnych własnościach magnetycznych

Podstawą charakterystyki materiałów magnetycznych jest krzywa magnesowania nazywana pętlą histerezy. Stale i stopy magnetyczne dzielą się na magnetycznie twarde o dużej wartości koercji Hc i pozostałości magnetycznej Br i magnetycznie miękkie o bardzo małej koercji Hc i stromej pętli histerezy. Stale i stopy magnetycznie twarde na magnesy trwałe charakteryzują się znaczną pozostałością magnetyczną i dużą koercją oraz niezmiennością tych wielkości w czasie. Wzrostowi koercji sprzyja wystąpienie naprężeń w sieci krystalicznej, które mogą być wywołane przeróbką plastyczną na zimno lub przemianą martenzytyczną. Do stali magnetycznie twardych należą stale EH4, EH9K15M, EH6K6, które zawierają jako dodatki stopowe Cr, Co, Mo. Poddaje się je hartowaniu i niskiemu odpuszczaniu. Stosuje się je np. na magnesy licznikowe, in-

duktorowe, profilowe, do aparatów pomiarowych itp. Najczęściej stosowanymi stopami na magnesy trwałe są stopy typu Alnico zawierające w swoim składzie Al, Ni, Co, Fe i ewentualnie Cu i Ti. Stale i stopy magnetycznie miękkie posiadają małą koercję i dużą przenikalność magnetyczną. Stosuje się je najczęściej na rdzenie elektromagnesów.

Podstawową stalą na rdzenie transformatorów jest stal krzemowa zawierająca 0,01–0,02% C i około 4% Si. Do stopów magnetycznie miękkich należy Permalloy zawierający 78,5% Ni oraz 21,5% Fe. Oprócz stali i stopów magnetycznie twardych i miękkich do tej grupy należy zaliczyć stale niemagnetyczne austenityczne stosowane na pierścienie wirników generatorów, sworznie do ściągania rdzeni transformatorowych itp. Należą do nich stale G18H3, N13G5H2, H19N9G6S i inne.

8.4. Stale i stopy o szczególnych właściwościach rozszerzalności

Można je podzielić na trzy grupy:

- o bardzo małym współczynniku rozszerzalności cieplnej,
- o szczególnie dużym współczynniku rozszerzalności cieplnej,
- do wtapienia w szkło.

Do pierwszej grupy zalicza się np. Ni36, Ni42 i Ni46, które mają zastosowanie na części przyrządów pomiarowych lub mechanizmów, które nie powinny zmieniać wymiarów pod wpływem wahań temperatury. Do drugiej grupy zalicza się np. stale Ni14Mn7, Ni20Mn6, Ni25. Stosuje się je do produkcji taśm bimetalowych. Trzecią grupę stanowią stopy o współczynniku rozszerzalności zbliżonym do szkła. Są to stopy Fe-Ni i Fe-Ni-Co zawierające 28% Ni, 18% Co, 54% Fe. Stosuje się je na przewody elektryczne wtapiane w szkło, co pozwala na produkowanie lamp próżniuszczelnych.

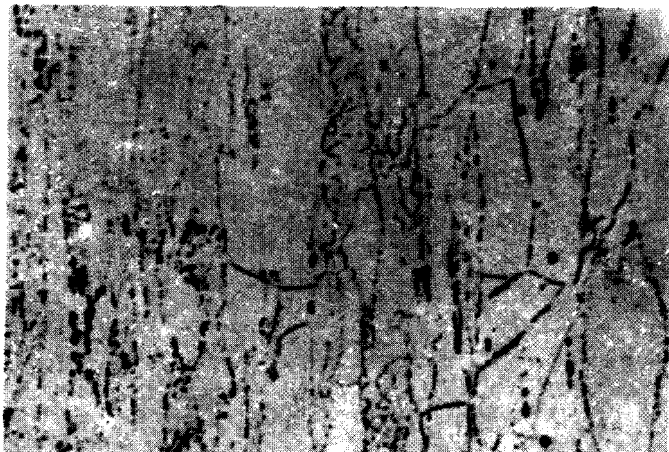
Do stali o szczególnych własnościach zaliczane są także stale o specjalnych własnościach mechanicznych. Należą do nich stal odporna na ścieranie Hadfielda o składzie 1–1,3% C i 11–14% Mn o strukturze austenitycznej oraz stale „maraging” o składzie 0,03% C, 18% Ni, 7–9% Co, 5% Mo, 0,2–0,8% Ti o strukturze martenzytycznej. Po starzeniu stal ta posiada bardzo wysoką wytrzymałość wynoszącą do 2260 MPa. Przykłady mikrostruktur stali o szczególnych właściwościach podano na rysunkach 8.2. do 8.10.

8.5. Przebieg ćwiczenia

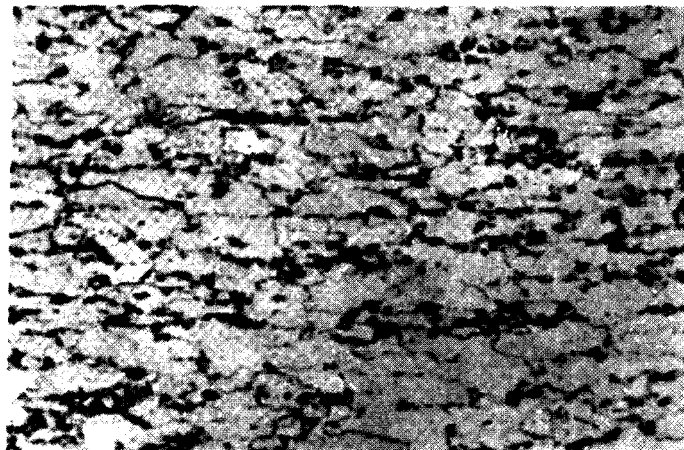
A. Cel badań

Celem ćwiczenia jest poznanie struktur różnych stali i stopów o szczególnych własnościach oraz ich korelacja z uzyskanymi własnościami.

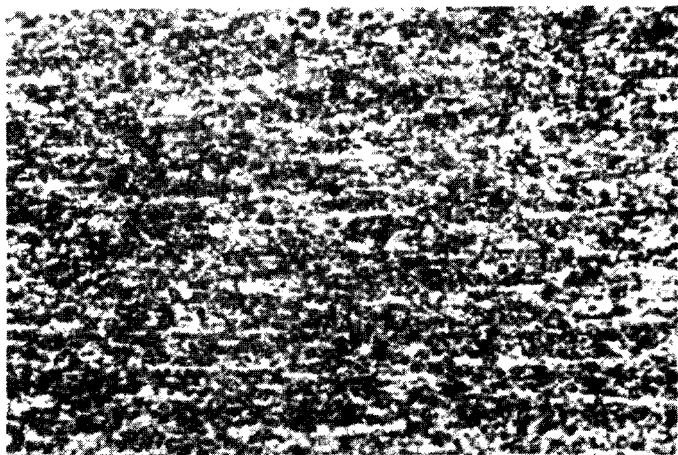
B. Urządzenia i materiały do badań: mikroskop metalograficzny, zestaw próbek, atlas struktur.



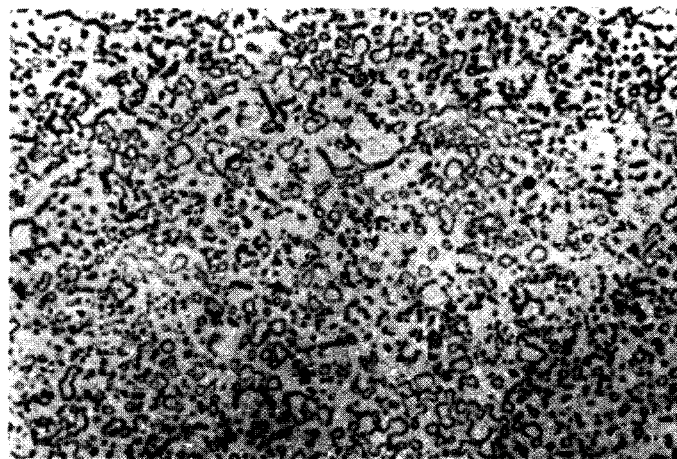
Rys. 8.2. Mikrostruktura stali H13. Widoczne różnej wielkości ziarna ferrytu z wyraźnie zaznaczonymi granicami. Trawiono 3% nitałem. Pow. 200x



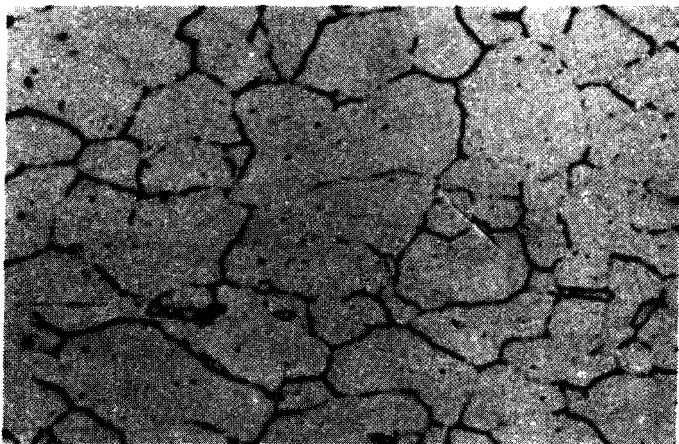
Rys. 8.3. Mikrostruktura stali 1H13 po wyżarzaniu. Widoczne jasne ziarna ferrytu i ciemne wydzielienia perlitu. Trawiono 3% nitałem. Pow. 100x



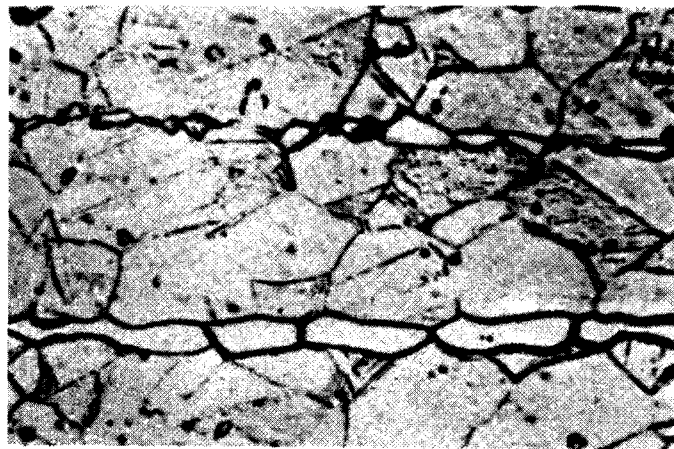
Rys. 8.4. Mikrostruktura stali 3H13 po wyżarzaniu. Widoczny perlit z małą ilością ferrytu. Trawiono 3% nitałem. Pow. 100x



Rys. 8.5. Mikrostruktura stali H18 po wyżarzaniu. Widoczne sferoidalne węgliki chromu na tle ferrytu. Trawiono FeCl_3 w alkoholu. Pow. 500x



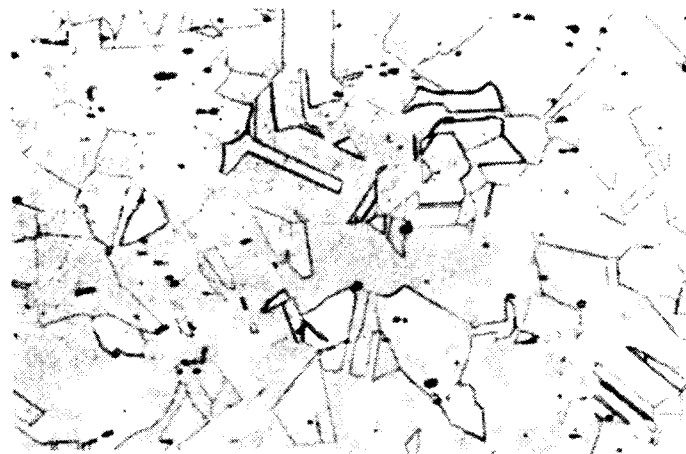
Rys. 8.6. Mikrostruktura stali 1H18N9 po przesycaniu. Widoczne ziarna austenitu z małą ilością wydzielonych węglików na granicach ziarn. Trawiono HF-HNO₃. Pow. 1000x



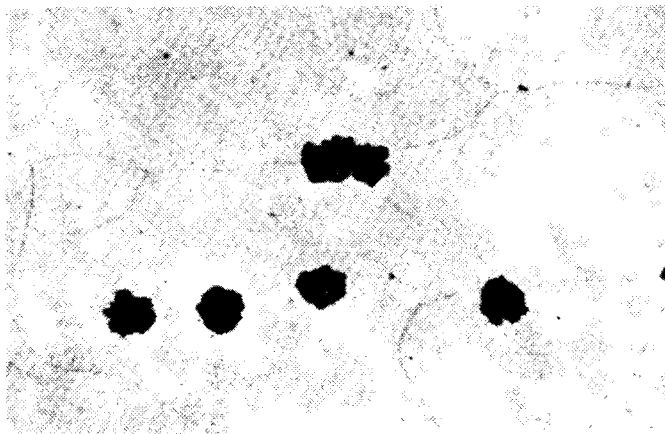
Rys. 8.7. Mikrostruktura stali 1H18N9T po przesycaniu. Widoczny austenit z pasmowo wydzielonymi ziarnami ferrytu. Trawiono HF-HNO₃. Pow. 1000x



Rys. 8.8. Mikrostruktura stali 10H2M po normalizowaniu i odpuszczaniu. Widoczne ziarna ferrytu i częściowo skoagulowane węgliki. Trawiono 2% nitałem. Pow. 500x



Rys. 8.9. Mikrostruktura stali 11G12 po walcowaniu i przesycaaniu. Widoczne charakterystyczne ziarna austenitu z bliźniakami rekrytalizacji. Trawiono HF-HNO₃. Pow. 100x



Rys. 8.10. Mikrostruktura stali transformatorowej BS40 po walcowaniu na gorąco i wyżarzaniu. Widoczne ziarna ferrytu z ciemnymi wydzieleniami grafitu. Trawiono 2% nitalem. pow. 500x

C. Przebieg badań: przeprowadzić oględziny na mikroskopie metalograficznym zgładów stali i stopów znajdujących się w zestawie próbek; posługując się atlasem struktur rozpoznać występujące składniki fazowe i strukturalne; określić wpływ tych składników na własności stali i stopów oraz przeprowadzić próbę identyfikacji; narysować i opisać mikrostruktury 4 próbek wskazanych przez prowadzącego.

D. Opracowanie wyników i sprawozdania

Sprawozdanie z badań powinno zawierać następujące punkty:

- cel badań, przedmiot badań, spis literatury pomocniczej,
- przygotowanie próbek, odczynniki do trawienia, schemat mikroskopu metalograficznego,
- opis przebiegu badań,
- rysunki mikrostruktur i ich opis,
- wnioski odnośnie związków między budową strukturalną a własnościami obserwowanych metali i stopów.

Pytania kontrolne

1. Podział stali i stopów o szczególnych własnościach.
2. Wpływ poszczególnych składników stopowych na strukturę i własności stali i stopów.
3. Stale odporne na korozję i kwasoodporne.
4. Stale i stopy żaroodporne i żarowytrzymałe.

5. Stale o specjalnych własnościach mechanicznych.
6. Stale i stopy o specjalnych własnościach magnetycznych.
7. Stale i stopy o specjalnej rozszerzalności cieplnej.
8. Stopy oporowe.
9. Zastosowanie stali i stopów o szczególnych własnościach.

Literatura

1. Malkiewicz T. – Metaloznawstwo stopów żelaza. PWN, Warszawa-Kraków, 1976
2. Praca zbiorowa – Metaloznawstwo, Wyd. Śląsk, Katowice, 1979
3. Wendorff Z. – Metaloznawstwo. WNT, Warszawa, 1971
4. Praca zbiorowa – Atlas metalograficzny struktur – stal. WNT, Warszawa, 1964
5. Mrowec S. – Zarys teorii utleniania. Wyd. Śląsk. 1982

9. STRUKTURY I WŁAŚCIWOŚCI STOPÓW METALI NIEŻELAZNYCH

9.1. Stopy aluminium

Stopy aluminium cechują się oprócz ciekawych własności fizycznych, korzystnym parametrem konstrukcyjnym, jakim jest stosunek wytrzymałości na rozciąganie do gęstości, który jest wyższy niż dla stali. Oprócz tego ich udarność nie maleje w miarę obniżania się temperatury, dzięki czemu przy niskich temperaturach stopy aluminium mają wyższą udarność od stali. Stopy aluminium dzieli się na odlewnicze (PN-76/H-88027) oraz do przeróbki plastycznej (PN-79/H-88026). Do odlewniczych stopów aluminium zaliczamy przeważnie wieloskładnikowe stopy o większej zawartości pierwiastków stopowych (5–25%), np. z krzemem (siluminy), miedzią, krzemem i miedzią, krzemem i magnezem, niklem i magnezem i inne. Cechują się one dobrą lejnością i małym skurczem. Stopy do przeróbki plastycznej zawierają na ogół mniejsze ilości dodatków stopowych, głównie miedź (do ok. 5%), magnez (do 6%) i mangan (do 1,5%), rzadziej krzem, cynk, nikiel, chrom i tytan.

Stopy odlewnicze

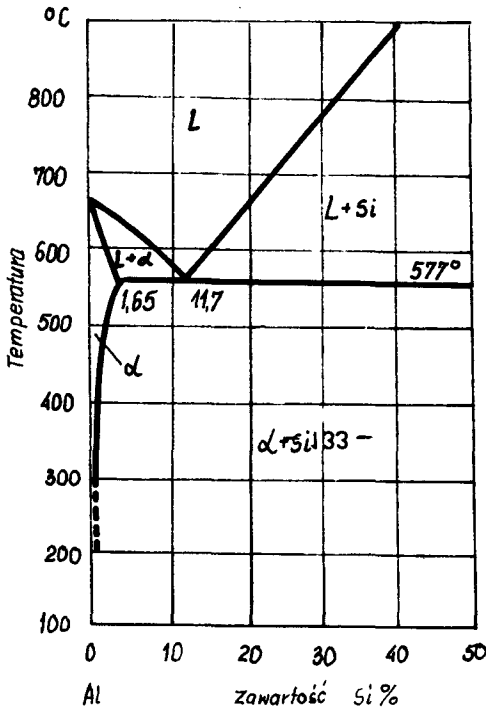
Wybrane stopy odlewnicze, ich właściwości i zastosowanie przedstawiono w tablicy 9.1. Stopy te są odlewane w formach piaskowych, kokilach lub jako odlewy ciśnieniowe.

Siluminy są najczęściej spotykanymi stopami odlewniczymi aluminium. Są to stopy aluminium z krzemem. Tzw. siluminy dwuskładnikowe zawierają 9–13% Si, a siluminy podeutektyczne zawierają 4–10% Si i dodatki stopowe ok. 0,5% Mg lub 1–5% Cu. Aluminium tworzy z krzemem układ eutektyczny z ograniczoną rozpuszczalnością krzemu (1,65% przy 577^o C). Przy zawartości 11,7% Si występuje eutektyka o temperaturze przemiany 577^o C. Silumin o składzie chemicznym zbliżonym do eutektycznego ma bardzo dobre właściwości odlewnicze. Cechuje się dobrą lejnością, małym skurczem odlewniczym i nie pęka na gorąco. Jego wadą jest powstawanie, zwłaszcza przy niezbyt szybkim chłodzeniu, gruboziarnistej struktury z pierwotnymi kryształami Si, co prowadzi do znacznego obniżenia własności mechanicznych. Zapobiega się temu stosując modyfikację ciekłego stopu dodatkami sodu, fosforu lub strontu albo przyspieszonym chłodzeniem. Siluminy dwuskładnikowe nie podlegają utwardzaniu wydzieleniowemu. Umożliwia go dodatek magnezu w ilości do 1,5%.

Tablica 9.1.

Odlewnicze stopy Al

Rodzaj stopu	Cecha	Znak	Właściwości			Obr. ciepl.	Zastosowanie
			R _m (MPa)	A ₅ (%)	HB		
Siluminy	AK51	AlSi5Cu	160–200	1	65–70	td, t	głowice silników spalinowych, części sam. odl. średnio obciążone skompl. odl. o dużej wytrzymałości, odp. wody m. tłoki siln. spalinowych
	AK52	AlSi5Cu2	160–240	0,5–2	65–70	td, t	
	AK63	AlSi6Cu3	160–170	1	60–70	–	
	AK7	AlSi7Mg	160–210	2–4	50–60	te, t	
	AK9	AlSi9	150–240	2–3	50–70	td, t	
	AK11	AlSi11	150–160	2–4	50	–	
	AK12	AlSi12Cu					
	AK20	NiMg18 AlSi20CuNi	180–200 150–200	0,5 0,3	95–100 90–100	td, t m, t	
Stopy Al z magnezem i miedzią	AG 51	AlMg5Si	150	1	55	–	odl. o dużej odporności na korozję odl. specjal. części masz. prac. w temp.
	AG 10	AlMg10	280	9	60	te	
	AM 4	AlCu4Ti	270–330	3–7	80–90	td	
	AM 75	AlCu7Si5	120–200	–	80–100	t, td	
	m	– wyżarzanie zmiękczające					
	te	– przesykanie					
	td	– starzenie w podwyższonej temperaturze					
	t	– utwardzanie wydzieleniowe					



Rys. 9.1. Układ aluminium-krzem (A. L. Willey)

Stopy odlewnicze z miedzią i magnezem

Struktura stopów Al–Cu składa się z eutektyki ω – Al_2Cu , rozłożonej na granicach dendrytów roztworu stałego. Mają dobrą lejność, ale stosunkowo małą wytrzymałość na rozciąganie. Stosuje się dodatki Mg, Ti i Si.

Stopy Al–Mg cechują się dobrymi własnościami wytrzymałościowymi i plastycznymi, mają jednak gorszą lejność. Można z nich wykonywać odlewy ciśnieniowe. Stosuje się dodatki Mn, V i Cr. Przy ograniczeniu zawartości Cu do poniżej 0,05% są bardzo odporne na korozję, zwłaszcza w wodzie morskiej.

Stopy Al do przeróbki plastycznej

Wybrane stopy aluminium do przeróbki plastycznej przedstawiono w tablicy 9.2. Spośród nich wyróżnić można stopy dwuskładnikowe Al–Mn, Al–Mg oraz wieloskładnikowe Al–Mg–Si i Al–Mg–Cu. Z wyjątkiem grupy Al–Mg, wszystkie pozostałe poddaje się obróbce cieplnej – utwardzaniu wydzieleniowemu. Zawartości dodatków stopowych są tu znacznie mniejsze niż w stopach odlewniczych, w związku z tym struktury tych stopów w stanie równowagi stanowią roztwór α z wydzieleniami wtórnych związków CuAl_2 , Mg_5Al_8 , Al_6Mn i Mn_2Si . Typowymi i najczęściej stosowanymi stopami do przeróbki plastycznej są durale (Al–Cu–Mg). Ze względu na ich małą odporność na korozję stosuje się platerowanie czystym aluminium. Stopy te znajdują szerokie zastosowanie do budowy konstrukcji lekkich. Największą wadą tych stopów jest ich niemożność spawania. Łączenie odbywa się przez nitowanie lub zgrzewanie punktowe.

Tablica 9.2.

Stopy aluminium do przeróbki plastycznej

Nazwa stopu	Cecha	Znak	Zastosowanie
aluman	PA 1	AlMn1	blachy, rury, pręty, kształtki
hydronalium	PA 2 PA 3 PA 11 PA20	AlMg2Mn AlMg5MnCr AlMg3Mn AlMg5Mn	urządzenia przemysłu chemicznego, spożywczego i lotniczego, konstrukcje okrętowe, przemysł spożywczy, druty i nity
anticorodal	PA 4	AlMgSiMn	elementy konstrukcyjne lotnictwa, galant.
aldrey	PA 5	AlMgSi	przewody elektroenergetyczne
durale	PA 6 PA 7 PA 8 PA 9 PA21-25	AlCu4MgMn AlCu4Mg1Mn AlCu5MgMn AlZn5Mg2Cu 2MnCr	elementy konstrukcyjne budownictwa, elementy konstrukcyjne budown. silnie obciążone elementy konstrukcyjne w lotnictwie, druty i nity do konstr. lotniczych

awial	PA 10	AlSiMgCuMn	średnio obciąż. elem. konstr. części głęboko tłoczone
stopy spawalnicze	PA 26 PA 27	AlSi5 AlMg4MnV	do spawania aluminium i stopu aluman
stopy na pręty i odkuwki	PA28-30		na elementy pracujące w podwyższonych temp.
stopy na odkuwki dla lotnictwa	PA 31 PA 32	AlCu2SiMgMn AlCu2SiMgMn	do konstrukcji lotniczych

9.2. Stopy miedzi

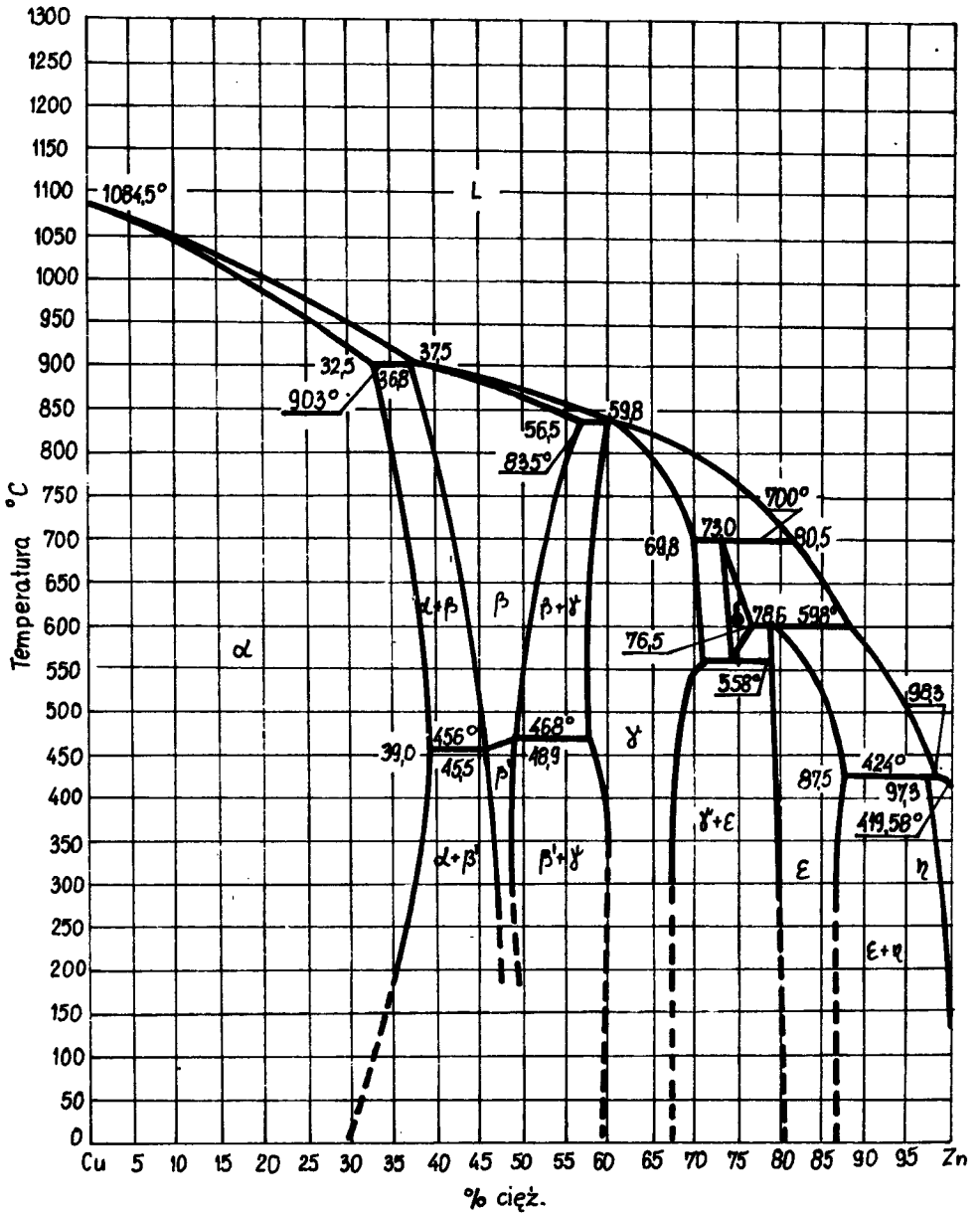
Stopy na osnowie miedzi dzieli się na:

- mosiądze
- brązy
- miedzionikle

Mosiądze

Podstawowym składnikiem stopowym mosiądźców jest cynk. Układ równowagi Cu–Zn przedstawia rys. 9.2., gdzie przy zawartościach od 10 do 45% Zn wyróżnia się dwa obszary jednofazowe, roztwór graniczny α i roztwór stały β oparty na fazie międzymetalicznej CuZn oraz dwufazowy obszar ($\alpha + \beta$), mieszczący się między nimi. W związku z tym rozróżnia się mosiądze jednofazowe, zwane mosiądzami α oraz dwufazowe ($\alpha + \beta$) i rzadziej stosowane mosiądze β . Roztwór α cechuje się dobrą plastycznością przy temperaturze pokojowej, dlatego są one przerabiane plastycznie na zimno. Twardość i wytrzymałość mosiądzu α wzrastają ze zwiększaniem się zawartości cynku, a plastyczność maleje. Dlatego mosiądze dwufazowe ($\alpha + \beta$) obrabia się plastycznie na gorąco. Do odlewania stosuje się mosiądze dwufazowe ($\alpha + \beta$) oraz tzw. mosiądze specjalne, które oprócz Cu i Zn zawierają Pb, Mn, Al, Fe i Si. Wybrane mosiądze odlewnicze i do przeróbki plastycznej przedstawiono w tablicy 9.3

W stanie odlewanym w mosiądżach występuje wyraźna struktura dendrytyczna. Rdzenie dendrytów, bogatsze w miedź są ciemniejsze. W wyniku wyżarzania ujednorodniającego, które przeprowadza się zwykle przy temperaturze 800–850°C, może nastąpić pewne wyrównanie składu chemicznego. Zasadniczą zmianę struktury osiąga się po przeróbce plastycznej i rekrytalizacji. W mosiądżach jednofazowych α będą widoczne ziarna fazy α z bliźniakami wyżarzania. W mosiądżach dwufazowych, ciemne ziarna to faza β , a jasna to faza α .



Rys. 9.2. Układ miedź – cynk (D. T. Hawkins)

Brązy

Rozróżniamy brązy cynowe, zawierające praktycznie do 20% cyny, brązy bezcynowe – zawierające inne pierwiastki stopowe z wyjątkiem cyny i cynku oraz brązy wieloskładnikowe. Maksymalna rozpuszczalność Sn w Cu w temperaturze przemiany eutekto-

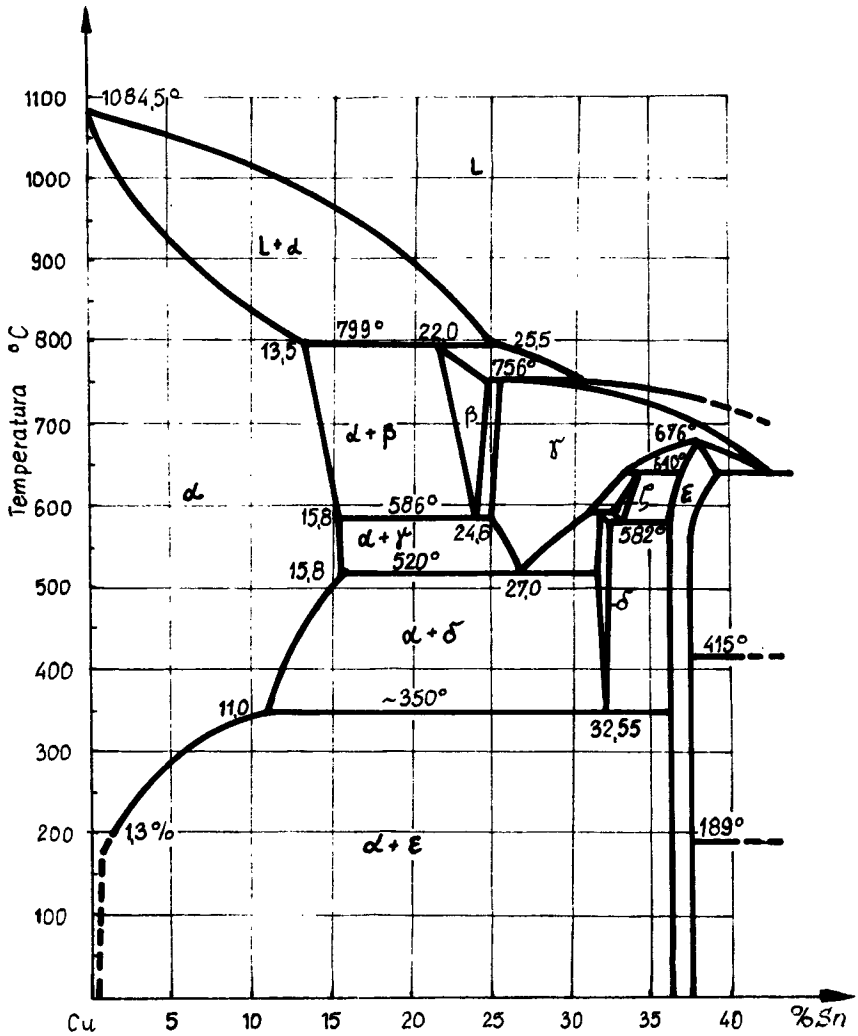
Tablica 9.3.

Mosiądze odlewnicze i do przeróbki plastycznej

Nazwa	Cecha	Znak	R_m (MPa)	A_5 (%)	HB	Zastosowanie
Mosiądze odlewnicze PN-70/H-87026						
niskomiedz.	MM47	CuZn43Mn4Pb3Fe	350-400	6-10	110-120	części maszyn śruby okrętowe armatura
mang.-żel.	MM55	CuZn40Mn3Fe	450-500	10-15	100	
mang.-ołow.	MM58	CuZn38Mn2Pb2	250-350	10-15	70-80	
alum.-						
mang.	MA58	CuZn38Al2MnFe	350-400	15-18	90-100	masz. i silniki armat. hydraulic.
ołowiowy	MO59	CuZn39Pb2	200-250	10-20	80-100	
aluminio-						
wy	MA67	CuZn30Al3	300-400	12-15	80-90	cz. odp. na w.m. osprzęt morski
krzemowy	MK80	CuZn16Si4	250-300	10-15	100-110	
krzem.-						
ołow.	MK080	CuZn14Si4Pb3	250-300	7-15	90-100	łożyska cz. cierne
Mosiądze do przeróbki plastycznej PN-77/H-88025						
ołowiowy	M058	CuZn40Pb2	350-600	10-25	pp,te	do obr. skraw.
mangano-						
wy	MM59	CuZn40Mn	250-300	10-30	te, t, r, pp	przem. okręt.
bez do-						
datków	M60	CuZn40	300-550	10-30	t, pp	kucie, tłoczenie
bez do-						
datków	M63	CuZn37	300-600	10-40	te, t, pp, r	do gł. tłoczenia rury, siatki
niklowy	MN65	CuZn29Ni6	300-500	15-40	te, r	
aluminio-						
wy	MA77	CuZn21Al2	380	23	r	rury skrapl. wyr. matrycowe
krzemowy	MK80A	CuZn16Si3	450	15	pp, r	
niskocyn-						
kowy tom-						
bak	M90	CuZn10	240-350	15-40	te, t	blachy, plater.
wysoko-						
niklowy	MZN18	CuZn25Ni18	350-650	20-30	te, t, pp	okucia, nakr. stożowe
nowe						
srebro						
t – utwardzanie wydzieleniowe, td – starzenie, te – przesycanie, r – wyżarzanie rekrystalizujące pp – przeróbka plastyczna						

dalnej 520° C wynosi 15,8%, przy czym zmniejsza się zarówno w wyższych jak i niższych temperaturach. Uzyskanie struktury równowagi wymaga bardzo powolnego studzenia lub długotrwałego wyżarzania ze względu na małą szybkość dyfuzji cyny w miedzi. W technicznych warunkach krzepnięcia odlewów uzyskuje się znaczne przesycenie fazy α , jak to przedstawiono linią przerywaną na wykresie Cu-Sn (rys. 9.3.).

W części układu bogatej w miedź występują trzy przemiany eutektoidalne: w 586° C i ok. 25% Sn – faza elektronowa β ulega rozpadowi na mieszaninę ($\alpha + \gamma$), w 520° C i ok. 27% Sn – wtórny roztwór stały γ rozpada się na mieszaninę ($\alpha + \delta$),



Rys. 9.3. Układ miedź – cyna (R. E. Johnson)

w 350° C i ok. 32,6% Sn – faza elektronowa δ rozpada się na mieszaninę roztworu α i fazy elektronowej ϵ .

W technicznych warunkach studzenia stopów ta ostatnia przemiana nie zachodzi – faza δ jest trwała do temperatury otoczenia. Budowa fazowa stopów technicznych w temperaturze pokojowej ma więc charakter metastabilny odbiegający od stanu równowagi. Do ok. 10% Sn stopy zawierają ziarna fazy α , a powyżej tej zawartości – ziarna fazy α i eutektoidu ($\alpha + \delta$). Faza α jest miękka (HB ok. 50) i plastyczna, a faza δ – twarda (HB ok. 220) i krucha. W związku z tym mamy brzozy cynowe jednofazowe, które mogą być odlewane lub przerabiane plastycznie oraz brzozy

cynowe dwufazowe przeznaczone do odlewania. Ze względu na przemianę eutektoidalną brązy dwufazowe można hartować. Do odlewania częściej stosuje się brązy wieloskładnikowe.

Brązy bezcynowe są to stopy miedzi z aluminium, krzemem, berylem, ołowiem, kadmem itd. Stopy te charakteryzują się cennymi właściwościami, np. brązy krzemowe wykazują wysokie właściwości mechaniczne do temperatury ok. 250^o C; brązy berylowe osiągają wysokie R_m po utwardzaniu dyspersyjnym; brązy aluminiowe są odporne na działanie korozji, a w szczególności wody morskiej. Struktury tych brązów różnią się zasadniczo od brązów cynowych. Osnową jest roztwór graniczny α, będący roztworem pierwiastków stopowych rozpuszczonych w miedzi. Wybrane stopy brązów do przeróbki plastycznej i brązów odlewniczych oraz niektóre ich własności i zastosowanie przedstawiono w tablicy 9.4.

Miedzionikle

Są to stopy miedzi, których głównym składnikiem jest nikiel. Oparte one są na układzie Cu–Ni, w którym występuje nieograniczona rozpuszczalność składników w stanie ciekłym i stałym. Największe zastosowanie znalazł stop o zawartości ok. 20% Ni zwany nikieliną oraz stop o zawartości ok. 40% Ni zwany konstantanem. Ze stopu CuNi25 wyrabia się monety. Są również stosowane złożone miedzionikle zawierające dodatki Si, Al, Mn oraz Fe zwykle w ilościach do 2%. Stopy te znalazły zastosowanie na elementy oporowe, monety, blachy do platerowania, w przemyśle okrętowym, urządzeniach klimatyzacyjnych i przemyśle zbrojeniowym.

Tablica 9.4.

Brązy odlewnicze i brązy do przeróbki plastycznej

Nazwa	Cecha	Znak	R _m (MPa)	A ₅ (%)	HB	Zastosowanie
Brązy odlewnicze PN-79/H-87026						
cynowy	B10	CuSn10	200-220	5-8	60-70	łożyska, napędy
cyn.-cynk.- ołow.	B663	CuSn6Zn6Pb3	150-200	4-12	60-75	armatura pojazdów
cyn.-ołow. alum.- żelaz.	B1010	CuSn10Pb10	120-140	4-6	45-55	łożyska
krzem.- żelaz.	BA93	CuAl9Fe3	120-140	4-6	45-55	części maszyn
krzem.- żelaz.	BK42	CuSi4Fe2	200	10	100	części maszyn
cynk.- mangan.	BK331	CuSi3Zn3Mn	260	8	90	obciążone części maszyn i urządz.
Brązy do przeróbki plastycznej PN-77/H-88050						
cynowy	B4N	CuSn4P	rury,	przyrządy kontrolne		

cyn.-cynk. spiż krzemowy nikl.-krzem. manganowy alumiowy alumiowy alumiowy berylowy	B43 BK31 BN31 BM5 BA1032 BA5 BA92A BB2	CuSn4Zn3 CuSi3Mn1 CuNi3Si1 CuMn5 CuAl10Fe3Mn2 CuAl5 CuAl9Mn2A CuBe2Ni	td, te, pp td,te,pp t,pp pp,r t,pp pp t,pp,td	ap. przem. chemicznego sprężyny, siatki części maszyn armat. parowa części maszyn o dużej wytrzymałości monety przemysł samochodowy do celów specjalnych
td — starzenie w podwyższonej temperaturze t — utwardzanie dyspersyjne r — wyżarzanie rekrytalizujące pp — przeróbka plastyczna te — przesyłanie				

9.3. Stopy magnezu

Stopy magnezu cechują się dobrą wytrzymałością i bardzo małą gęstością (ok. 1,8). Jako dodatki stopowe stosuje się Al, Zn, Mn, Si, Ce, Zr i metale ziem rzadkich. Trzy ostatnie dodatki stopowe poprawiają wytrzymałość przy podwyższonych temperaturach. Stopy magnezu dzieli się na odlewnicze i do przeróbki plastycznej. Obie grupy mogą być poddawane obróbce cieplnej, ale musi być zachowana szczególna ostrożność ze względu na możliwość samozapłonu. Do gaszenia należy używać suchego piasku, nigdy wody. W tablicy 9.5. przedstawiono wybrane stopy magnezu.

Tablica 9.5.

Stopy magnezu

Nazwa	Cecha	Znak	Zastosowanie
Stopy odlewnicze PN-75/H-88050			
elektrony	GA3	MgAl3ZnMn	korpusy pomp, armatura silnie obciążone odlewy skomplikowane odlewy odporne na zmęczenie
	GA8	MgAl8ZnMn	
	GZ5	MgZn5Zr	
Stopy do przeróbki plastycznej PN-64/H-88051			
elektrony żarowytrzymałe	GA6	MgAl6ZnMn	spawalny, zgrzewalny, odkuwki, pręty, rury, blachy odporny na korozję naprężen. bardzo plastyczny na gorąco, blachy kształtki, pręty zbiorniki na olej
	GZ3	MgZn3Zr	
	GME	MgMn2Ce	
	GM	MgMn2	

Dwuskładnikowe, odlewnicze stopy magnezu mają niską wytrzymałość na rozciąganie i stosowane są na odlewy proste. Stopy wieloskładnikowe zawierają 3–10% Al, 0,5–2,5% Zn i ok. 0,5% Mn. Wykonuje się z nich odlewy części lotniczych i samochodowych. Stopy do przeróbki plastycznej typu elektronów zawierają 3–9% Al, 0,5–5% Zn i poniżej 0,5% Mn. Podlegają prasowaniu, walcowaniu lub kuciu na gorąco. Stopy żarowytrzymałe zawierają 3–5% Zn i 0,75% Zr lub 2% Mn i 0,25% Ce. Są plastyczne na zimno i na gorąco. Odnaczają się dobrą skrawalnością i spawalnością. Efekt obróbki cieplnej stopów magnezu jest znacznie słabszy niż stopów aluminium.

9.4. Stopy tytanu

Tytan techniczny i jego stopy stosowany jest w postaci przerobionej plastycznie tj. rur, blach, prętów, drutu lub odkuwek a również do odlewania. W Polsce nie produkuje się tytanu ani jego stopów. Głównymi dodatkami stopowymi tytanu są najczęściej Al, Sn, Mo, Nb, V, Mn, Fe i Cr, przy czym aluminium występuje prawie zawsze w ilości 3–6%. W zależności od składu chemicznego, stopy tytanu mogą mieć strukturę jednofazową α , jednofazową β lub mieszaną ($\alpha + \beta$). Stopy o strukturze typu α nie mają dobrej plastyczności, ale mają mniejszą skłonność do pochłaniania gazów. Należą tu stopy tytanu z aluminium. Stopy o strukturze typu β mają bardzo dobrą plastyczność, ale niższą wytrzymałość oraz łatwo pochłaniają tlen i stają się kruche. Najlepsze własności wykazują stopy o strukturze typu ($\alpha + \beta$), mają wyższą wytrzymałość, wystarczającą plastyczność i mogą być obrabiane cieplnie (przesycanie, starzenie). Stopy tytanu tego typu zawierają 3–6% Al i 3–6% pierwiastków stabilizujących fazę β . Mogą one być spawane łukowo w atmosferze argonu lub helu. Stosuje się także nawęglanie, azotowanie i molibdenowanie, celem zwiększenia odporności na ścieranie. Niektóre z wybranych stopów tytanu produkowanych w Wielkiej Brytanii, USA i ZSRR przedstawia tablica 9.6.

Tablica 9.6.

Stopy tytanu

Gatunek stopu	Skład chemiczny					Struktura	Własności		Zastosowanie
	Al	Cr	Mn	Mo	inne		R_m (MPa)	A_5 (%)	
Ti14OA (USA)	–	2	–	2	V:4 Fe:2	$\alpha + \beta$	1030	22	stopy ogólnego zastosowanie
TiB14 (W. Brytania)	2	–	2	–	–	$\alpha + \beta$	650	15	
WT5 (ZSRR)	5	–	–	–	–	α	850	15	blachy
C110M (USA)	–	–	8	–	–	$\alpha + \beta$	800	12	blachy

Al10AT (USA)	5	–	–	–	Sn:2,5	α	800	18	blachy	*
C130AM (USA)	4	–	4	–	–	$\alpha + \beta$	980	10	żaroodporne	
T155A (USA)	5	1,4	–	1,4	Fe:1,3	$\alpha + \beta$	1050	10	do 400° C	
B120VCA (USA)	3	3	–	–	V:13		1450	5	lotnictwo	

9.5. Stopy cyny i ołowiu

Stopy łożyskowe

Stopy te w zależności od składu chemicznego i zawartości składnika podstawowego nazywane są babbitami cynowymi lub ołowiowymi. Babbity cynowe zawierają 7,5–11% Sb (utwardza stop) i 3–6% miedzi (powiększa przewodność cieplną i zmniejsza segregację). Plastyczną osnowę stanowi faza α – roztwór stały antymonu i miedzi w cynie, a składnikami twardymi są ziarna faz międzymetalicznych – iglaste Cu_6Sn_5 i sześciennie SnSb . Babbity cynowe SnSb_8Cu_3 i $\text{SnSb}_{11}\text{Cu}_6$ odznaczają się dobrymi własnościami mechanicznymi mają drobnoziarnistą i jednorodną strukturę. Stosuje się je do wylewania łożysk obciążonych dynamicznie lub silnie statycznie. Babbity ołowiowe zawierają 5–15% cyny, 5–15% antymonu i 1–3% miedzi. Zastępując cynę ołowiem (np. $\text{PbSn}_{16}\text{Sb}_{16}\text{Cu}_2$) obniża się cenę stopu nie pogarszając jego własności. Plastyczną osnową stopu jest eutektyka potrójna Pb-Sn-Sb , a składnikami twardymi wydzielenia faz iglastej Cu_2Sb i sześciennej SnSb . Czasem stosowane są dodatki 2% Cd (powiększa twardość i wytrzymałość) 1% As (przeciwdziała segregacji) lub 1% Ni (powoduje drobnoziarnistość). Stopy te stosuje się do wylewania łożysk obciążanych statycznie przy niezbyt dużych szybkościach obrotowych.

Stopy B to stopy ołowiowe z niewielkimi dodatkami pierwiastków alkalicznych i ziem alkalicznych – głównie Na, Li i Ca w łącznej ilości 2%. Plastyczną osnową jest roztwór stały bogaty w ołów, a fazą twardą wydzielenia CaPb_3 . Stopy te stosowane są w kolejnictwie.

Stopy specjalne

Stopy specjalne na bazie cyny i ołowiu to:

- stopy drukarskie
- stopy niskotopliwe
- lutowia

– Stopy drukarskie przeznaczone są na czcionki i materiał zecerski oraz odlewy składu w maszynach drukarskich. Muszą się one odznaczać dobrą lejnością i niską temperaturą topnienia oraz stałym składem chemicznym po wielokrotnym przetapianiu. Są to stopy na bazie układu Pb–Sb z dodatkiem Sn, zawierające zależnie od przeznaczenia 11–26% antymonu i 3–12% cyny. Mają strukturę drobnoziarnistą o osnowie roztworu stałego składników stopowych z wydzieleniami eutektyk i fazy międzymetalicznej SnSb. Temperatura topnienia 240–330^o C, twardość 20–30 HB.

– Stopy niskotopliwe są wieloskładnikowymi stopami Bi, Pb, Zn, Sb, Sn i Cd. Stopy o najniższych temperaturach topnienia poniżej 100^o C są stopami na bazie bizmutu (np. stop Wooda BiPb25Sn12Cd12 o temp. topnienia 60,5^o C). Stopy o temperaturach topnienia powyżej 100^o C są stopami na bazie ołowiu, a czasem na bazie cyny lub cynku z dodatkami Bi, Cd i Sb, np. PbBi25Sn12Cd13 – temperatura topnienia 145^o C.

– Lutowia

Rozróżniamy lutowia miękkie (stopy Pb–Sn) i lutowia twarde (stopy na osnowie miedzi). Służą one m.in. do mocowania płytek ze stali szybkołączących lub węglików spiekanych.

9.6. Przebieg ćwiczenia

- A. Cel ćwiczenia – zapoznanie się ze strukturami wybranych stopów aluminium, miedzi, magnezu, tytanu oraz niektórymi stopami łożyskowymi.
- B. Urządzenia i materiały do badań – zestaw próbek przygotowanych do obserwacji mikroskopowych, mikroskop metalograficzny, atlas mikrostruktur.
- C. Przebieg badań – obserwowane mikrostruktury zidentyfikować z atlasem mikrostruktur, narysować je i opisać.
- D. Opracowanie wyników i sprawozdanie
Sprawozdanie z badań powinno zawierać następujące punkty:
 - cel badań, przedmiot badań, spis literatury pomocniczej,
 - krótką charakterystykę badanych stopów,
 - rysunki obserwowanych struktur i ich opis,
 - sposób trawienia próbek i stosowane powiększenia przy obserwacji,
 - analiza wyników badań i wnioski.

Pytania kontrolne

1. Zasady oznaczania stopów metali nieżelaznych.
2. Rodzaje stopów aluminium i ich główne składniki.
3. Siluminy i ich zastosowanie.
4. Durala. Zastosowanie.
5. Mosiądze, ich podział i własności.

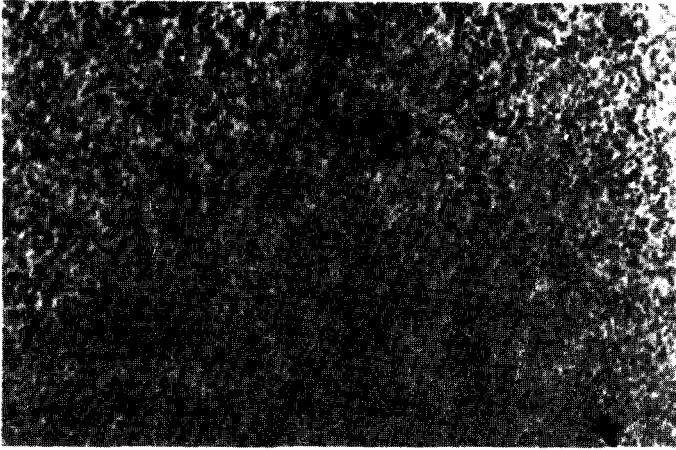
6. Struktura mosiądzów.
7. Rodzaje brązów i ich własności.
8. Charakterystyka struktur brązów cynowych.
9. Własności brązów bezcynowych.
10. Co to jest konstantan? Zastosowanie.
11. Rodzaje i zastosowanie stopów magnezu.
12. Struktura stopów tytanu.
13. Własności i zastosowanie stopów tytanu.
14. Rodzaje stopów łożyskowych.
15. Struktura i własności babbitów.

Literatura

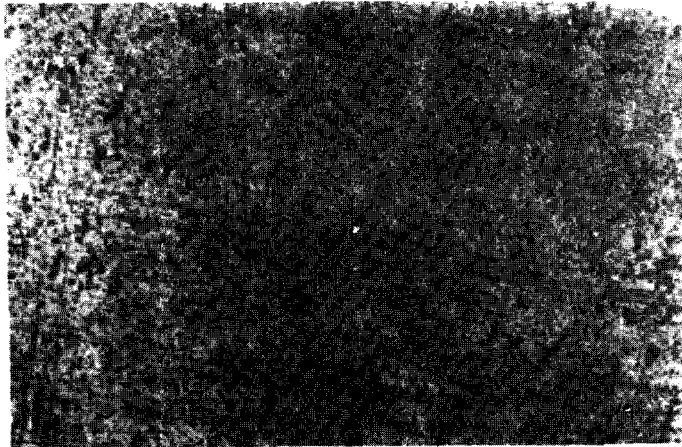
1. Perliński J., Kubiak M. – Tablice metali nieżelaznych, Wyd. Śląsk, Katowice 1964
2. Polskie Normy dotyczące metali nieżelaznych i ich stopów.
3. Prowans S. – Materiałoznawstwo. PWN, Warszawa 1980
4. Przybyłowicz K. – Metaloznawstwo. Część II. Skrypt AGH, Kraków 1979
5. Schumann H. – Metallographie, VEB Leipzig 1975
6. Wesołowski K. – Metaloznawstwo i obróbka cieplna z ćwiczeniami, WSiP, Wrocław 1977

9.7. ATLAS MIKROSTRUKTUR METALI NIEŻELAZNYCH I ICH STOPÓW

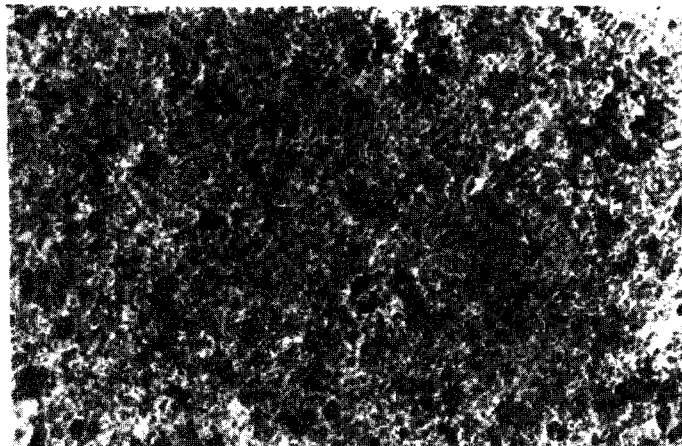
9.7.1. Stopy aluminium



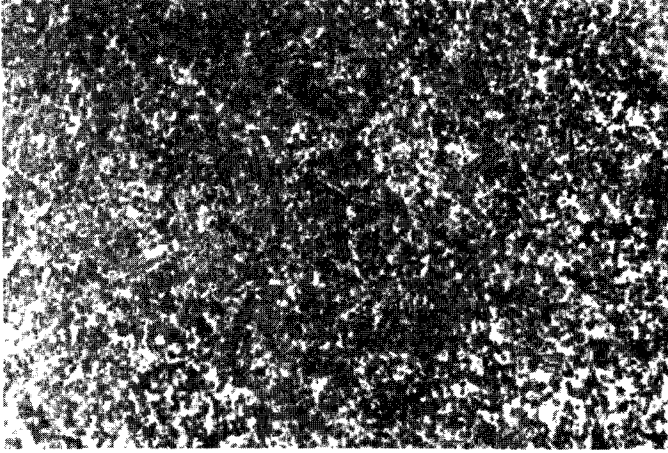
Rys. 9.4. Struktura plastycznego stopu aluman PA-1, AlMn1 w stanie wyżarzonym. Wydzielenia fazy międzymetalicznej Al_6Mn w roztworze stałym α . Trawiono wodnym roztworem NaOH, Mi4Al, pow. 250 x



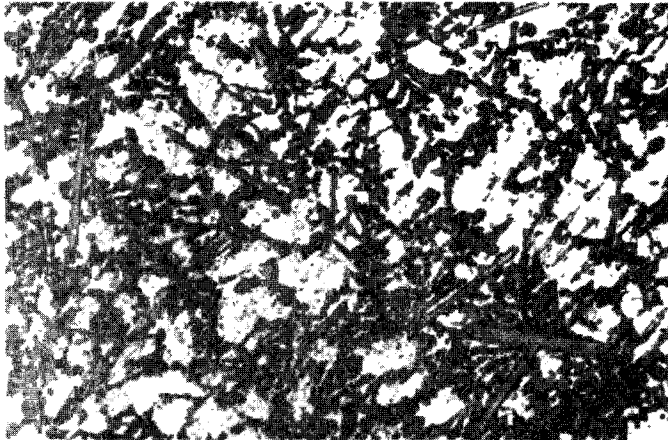
Rys. 9.5. Struktura plastycznego stopu aluminium antykorozyjnego PA-4, AlMgSiMn. po utwardzaniu wydzieleniowym. Wydzielenia fazy Mg_2Si w roztworze stałym α . Trawiono wodnym roztworem NaOH, Mi4Al. pow. 250x



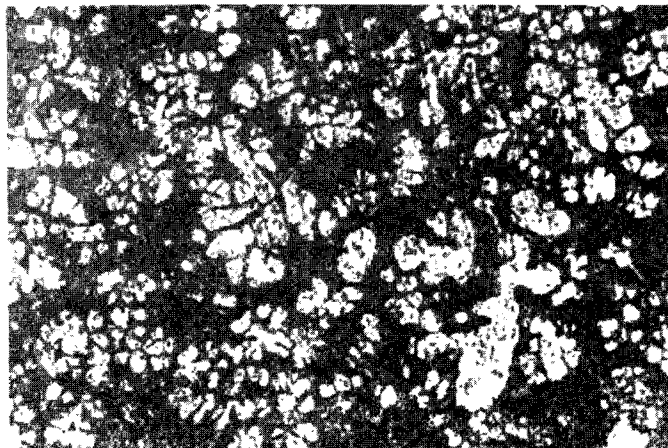
Rys. 9.6. Struktura duralu PA-7, AlCu4Mg1Mn po utwardzaniu dyspersyjnym. Wydzielenia fazy $CuAl_2$ i drobne wydzielenia Al_3Mg_2 oraz Al_6Mn w roztworze stałym α . Trawiono wodnym roztworem NaOH, Mi4Al, pow. 250x



Rys. 9.7. Struktura hydronalium PA-20, AlMg5Mn, utwardzonego przez przeróbkę plastyczną na zimno. Wydzielenia fazy Al₃Mg₂ na tle drobnych wydzieliń Al₆Mn w roztworze stałym α. Trawiono wodnym roztworem NaOH, Mi4Al, pow. 250x



Rys. 9.8. Struktura siluminu AK-11, AlSi11 bez modyfikacji. Ciemne kryształy krzemu i jasne kryształy fazy α. Trawiono wodnym roztworem NaOH, Mi4Al, pow. 250x

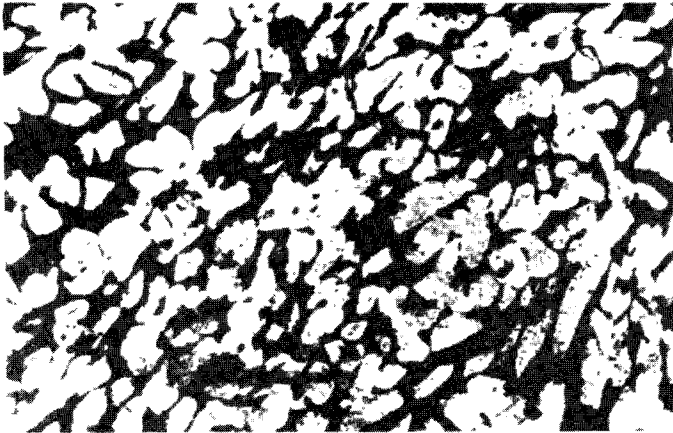


Rys. 9.9. Struktura siluminu AK-11, AlSi11 modyfikowanego sodem. Kryształy roztworu α na tle eutektyki. Trawiono wodnym roztworem NaOH, Mi4Al, pow. 250x

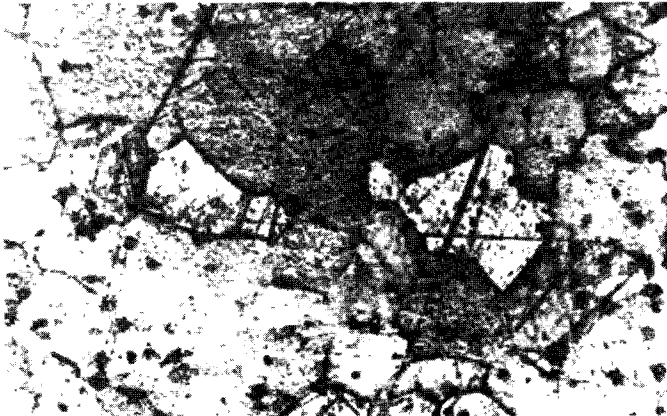
9.7.2. Miedź i jej stopy



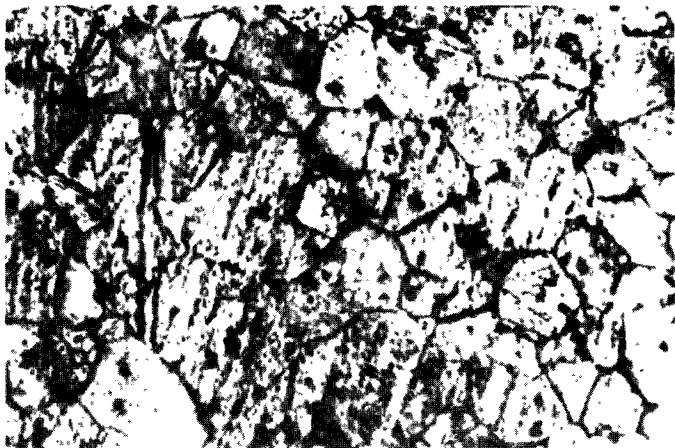
Rys. 9.10. Struktura miedzi gat. M3 w stanie wyżarzonym. Drobnie wydzielienia tlenków Cu_2O w kryształach miedzi z widocznymi bliźniakami. Traw. roztworem FeCl_2 , Mi17Cu, pow. 100x



Rys. 9.11. Struktura mosiądzu dwufazowego M58, CuZn42 po hartowaniu i wyżarzaniu. Wydzielienia fazy α na tle osnowy β . Traw. roztw. FeCl_2 , Mi17Cu, pow. 100x



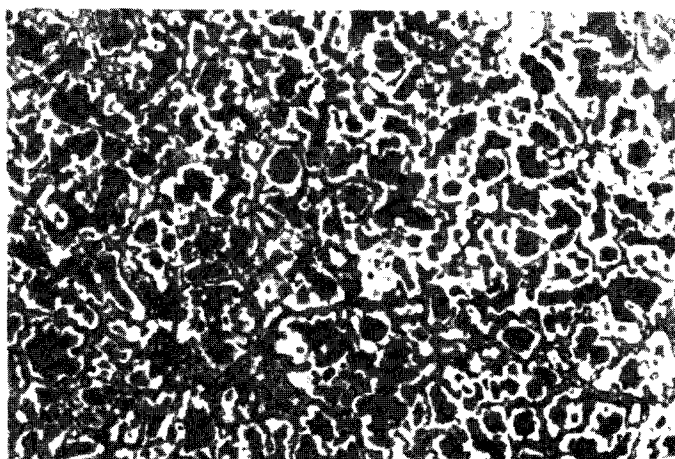
Rys. 9.12. Struktura mosiądzu ołowowego MO58, CuZn40Pb2. Wydzielienia fazy α na granicach i wewnątrz ziarn fazy β . Traw. roztw. FeCl_2 , Mi17Cu, pow. 100x



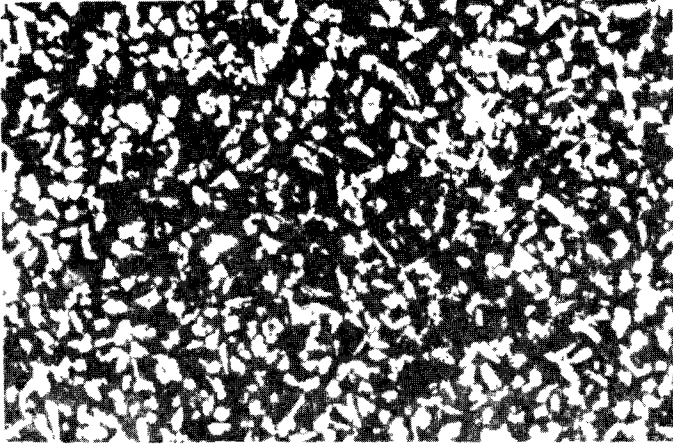
Rys. 9.13. Struktura wieloskładnikowego mosiądzu aluminiowego MA58, CuZn38Al2MnFe . Ziarna fazy β . Trawiono roztw. FeCl_2 , Mi17Cu , pow. 250x



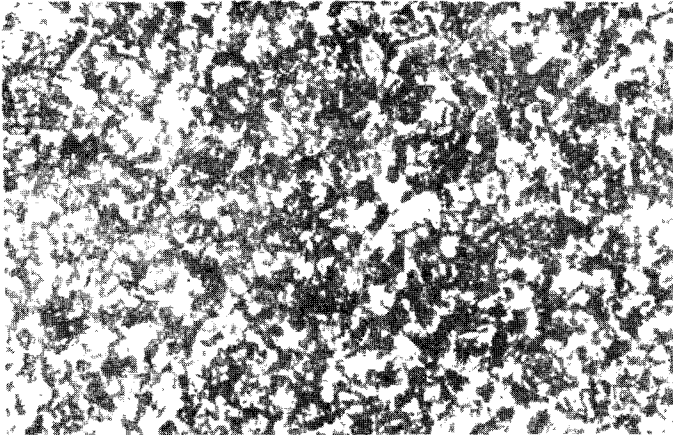
Rys. 9.14. Brąz cynowy jednofazowy B43, CuSn4Zn3 . Widoczne kryształy fazy α . Trawiono roztw. FeCl_2 , Mi17Cu , pow. 100x



Rys. 9.15. Brąz cynowy dwufazowy B101, CuZn10P . Jasne kryształy fazy α na tle ciemnej osnowy ($\alpha + \delta$) z wydzieleniami fazy Cu_3P . Traw. roztw. FeCl_2 , Mi17Cu pow. 100x

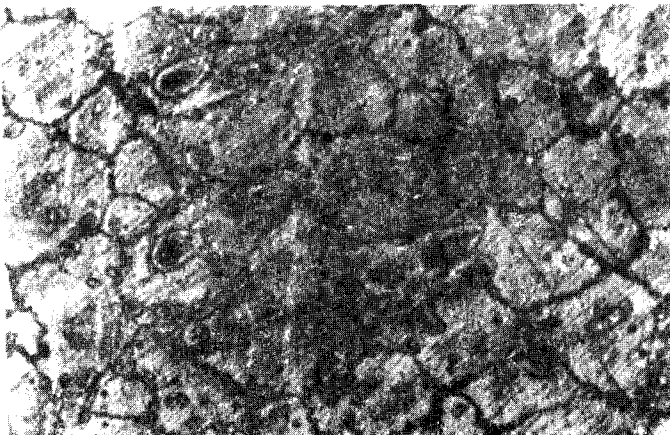


Rys. 9.16. Brąz alumi-
niowy BA1044,
CuAl10Fe4Ni4. Jasne
obszary – faza α o-
raz ciemne pola eutek-
toidu ($\alpha + \gamma_2$).
Traw. roztw. FeCl_2 ,
Mi17Cu, pow. 100x



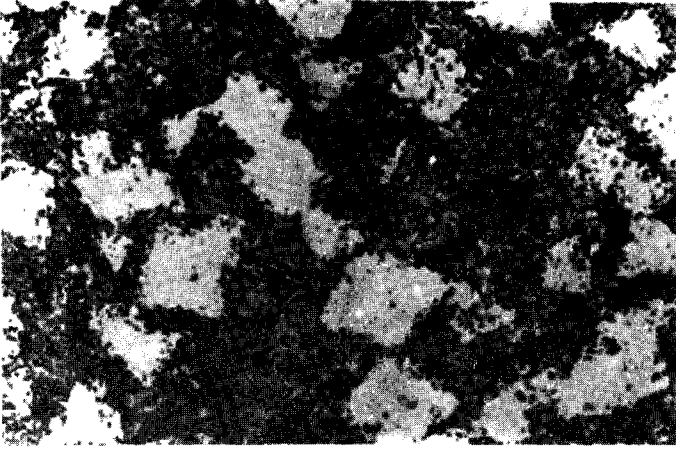
Rys. 9.17. Brąz krze-
mowy BK31,
CuSi3Mn1. Jasne po-
ła roztworu stałego α
i ciemne wydzielania
fazy χ . Trawiono
roztworem FeCl_2 ,
Mi17Cu, pow. 100x

9.7.3. Stopy magnezu



Rys. 9.18. Odlewni-
czy stop magnezu
GAB, MgAl8ZnMn po
przesycaniu. Poliedry-
czne ziarna fazy δ
z eutektycznymi wy-
dzieleniami fazy
 Mg_3Al_2 . Traw. roztw.
 HNO_3 , nital, pow.
100x

9.7.4. Stopy żyzyskowe



Rys. 9.19. Struktura babilu ołowiowego Ł16, $PbSn_{16}Sb_{16}Cu_2$ szybko studzonego. Jasne twarde kryształy Sn_3Sb_2 na ciemnym tle roztworu stałego antymonu i cyny w ołowiu. Traw. nitałem, pow. 100x



Rys. 9.20. Struktura babilu cynowego Ł83, $SnSb_{11}Cu_6$. Jasne, twarde kryształy Sn_3Sb_2 w postaci kwadratów oraz kryształy Cu_6Sn_5 w postaci gałązek, igieł i drobnych wydzielań na tle roztworu stałego antymonu i miedzi w cynie. Traw. nitałem, pow. 100x

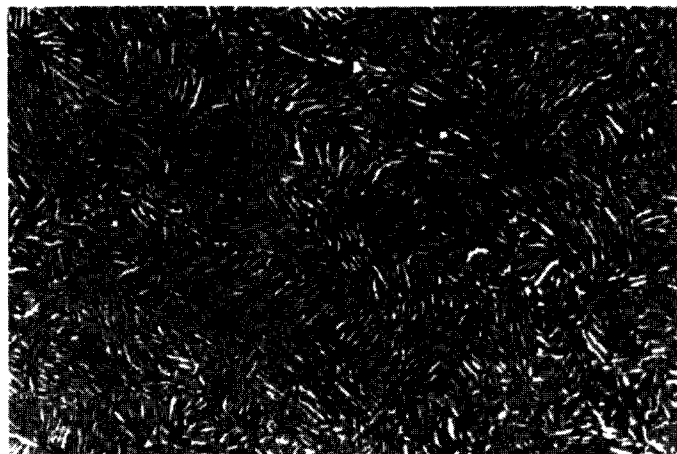


Rys.9.21. Struktura babilu cynowego Ł83 wolno studzonego. Traw. nitałem, pow. 100x

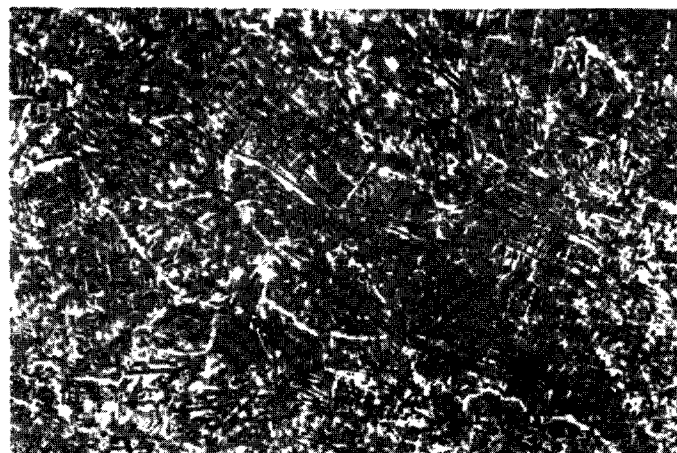
9.7.5. Stopy tytanu



Rys. 9.22. Iglasta struktura stopu OT-4 typu martenzytycznego po homogenizacji. Jasna faza α na tle ciemnej fazy β . Traw. Mi37Ti , pow. 100x



Rys. 9.23. Struktura iglasta dwufazowego stopu Wt-3-1 po homogenizacji. Traw. Mi37Ti , pow. 100x



Rys. 9.24. Struktura stopu WT-2.2. po ulepszeniu cieplnym. Widmannstättenowskie igły fazy α wewnątrz kryształów pierwotnej fazy β . Traw. nital, pow. 100x

10. BADANIA NA MIKROSKOPIE ELEKTRONOWYM

10.1. Zasada działania, budowa i zastosowanie mikroskopu elektronowego transmisyjnego

Mikroskopia elektronowa jest jedną z głównych metod badawczych fizyki metali a także znalazła zastosowanie we wszystkich dziedzinach nauki i techniki wymagających informacji o strukturze.

Zasada działania mikroskopu elektronowego transmisyjnego (prześwietleniowego) jest podobna do zasady działania mikroskopu świetlnego. Rolę promieni świetlnych w mikroskopie elektronowym spełnia strumień elektronów o dużej prędkości, a rolę soczewek szklanych – soczewki elektromagnetyczne. Elektrony emitowane przez katodę są przyspieszane wysokim napięciem (30–100kV i więcej) w kierunku anody. Po przejściu przez otwór anody są skupiane przez soczewki elektromagnetyczne (kondensory) C_1 , C_2 i padają na preparat. Ulegają na nim częściowo ugięciu, rozproszeniu i absorpcji. Część elektronów przepuszczona przez preparat przechodzi przez następne soczewki elektromagnetyczne (obiektywową, pośrednią i projekcyjną) OB, JL, MP i pada na ekran fluorescencyjny, na którym obserwuje się utworzony obraz.

Schemat mikroskopu przedstawiono na rys. 10.1. Najważniejszymi wielkościami charakteryzującymi każdy mikroskop jest zdolność rozdzielcza i powiększenie. Zdolność rozdzielcza określana jako minimalna odległość dwóch punktów lub linii dających się jednoznacznie rozróżnić, wyraża się wzorem:

$$d = \frac{0,64 \lambda}{n \sin \alpha} \quad (10.1.)$$

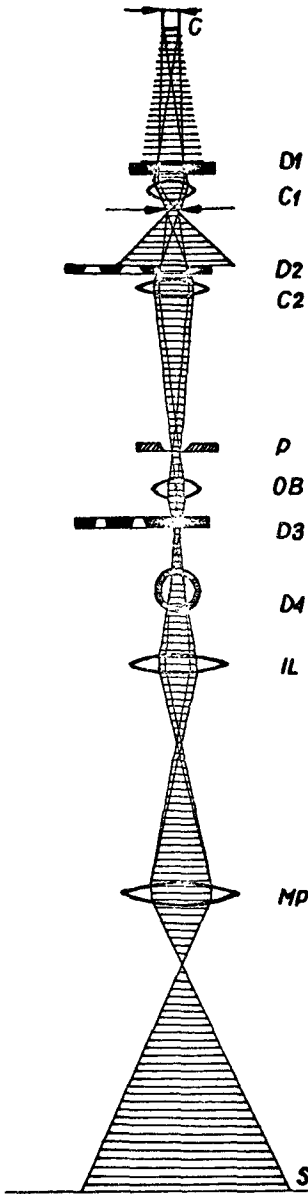
gdzie:

λ – długość zastosowanej fali,

α – rozwartość obiektywu (apertura),

n – współczynnik załamania światła między przedmiotem a obiektywem.

Ponieważ długość fali elektronowej przy napięciu przyspieszającym 100.000 V wynosi 0,0037 nm, to zdolność rozdzielcza mikroskopu elektronowego jest około 300 x większa niż mikroskopu świetlnego i wynosi w nowoczesnych mikroskopach mniej niż



Rys. 10.1. Schemat mikroskopu elektronowego transmisyjnego: C – działo elektronowe, D1 – przystona kondensora pierwszego, C1 – kondensator pierwszy, D2 – przystona kondensora drugiego, C2 – kondensator drugi, P – preparat, OB – obiektyw, D3 – przystona obiektywu, D4 – przystona selekcyjna, IL – soczewka pośrodkowa, MP – soczewka projekcyjna, S – ekran

0,2 nm. Uzyskiwane powiększenia sięgają $10^5 \times$ do $10^6 \times$. W budowie mikroskopu można wyróżnić następujące układy:

- układ próżniowy,
- działo elektronowe,
- układ soczewek kondensora,
- komora preparatu,
- układ powiększający,
- komora fotograficzna.

Układ próżniowy

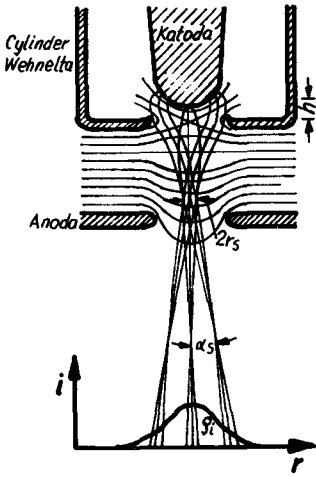
Ponieważ wiązka rozprędzonych elektronów ulega na atomach gazu rozproszeniu konieczne jest stosowanie w mikroskopie elektronowym wysokiej próżni. W mikroskopach o napięciu przyspieszającym 100 kV niezbędna jest próżnia 10^{-5} kPa. Próżnię taką wytwarza układ pomp rotacyjnej i dyfuzyjnej. W nowoczesnych mikroskopach układ pomp jest skomplikowany i sterowany automatycznie.

Działo elektronowe

Spełnia ono analogiczną rolę jak żarówka w mikroskopie świetlnym. Składa się z katody, cylindra Wehnelta i anody (rys. 10.2.). Katoda wykonywana bywa najczęściej z odpowiednio wyprofilowanego drutu wolframowego. Podgrzewana prądem elektrycznym emituje elektrony. Cylinder Wehnelta posiada w stosunku do katody potencjał ujemny i oddziałuje na wiązkę elektronów w ten sposób, że zmniejsza efektywne wymiary źródła elektronów. Między katodą i anodą jest przyłożone napięcie przyspieszające, które w najczęściej stosowanych mikroskopach wynosi 100, 150, 200 kV.

Układ soczewek kondensora

Zmianę natężenia i rozbieżności wiązki elektronów padającej na próbkę dokonuje się za pomocą układu soczewek kondensora.



Rys. 10.2. Schemat budowy działa elektronowego z zaznaczonymi torami elektronów i rozkład gęstości prądu w wiązce ρ_i

We współczesnych mikroskopach elektronowych stosuje się układ dwu soczewek kondensorowych. Pierwsza soczewka o krótkiej ogniskowej zmniejsza efektywny wymiar źródła elektronów około 100x a druga, o długiej ogniskowej odwzorowuje ten obraz na preparacie.

Komora preparatu

Komora preparatu wyposażona jest w służącą do wprowadzania preparatu do komory bez konieczności zapowietrzania kolumny mikroskopu oraz stolik preparatu o bardzo dużej precyzji przesuwu. Poza tym w komorze mogą być montowane dalsze urządzenia dodatkowe jak np. goniometr służący do precyzyjnego nachylenia preparatu, przystawka do ogrzewania preparatu, przystawka do chłodzenia, przystawka do odkształcania itp.

Układ powiększający

Układ powiększający składa się z minimum trzech soczewek: obiektywowej, pośredniej i projekcyjnej. Soczewka obiektywowa jest najważniejszą częścią mikroskopu elektronowego od której zależy zdolność rozdzielcza. Soczewka pośrednia i projekcyjna służą do uzyskania żądanych powiększeń. Soczewka pośrednia służy ponadto do uzyskiwania obrazu dyfrakcyjnego. Obraz preparatu ogląda się na ekranie fluorescencyjnym przez wzierniki.

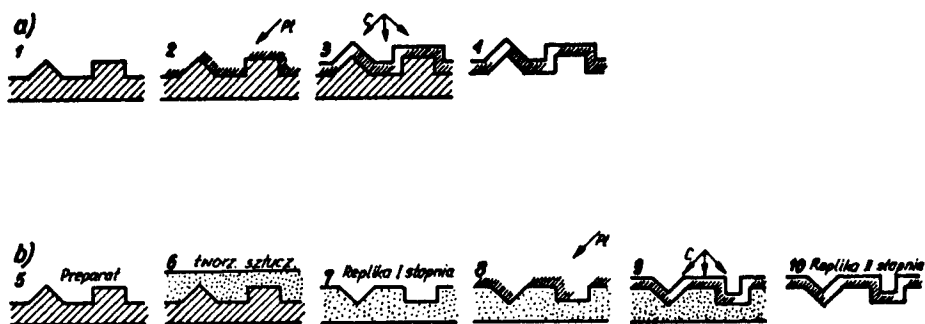
Komora fotograficzna

Pod ekranem fluorescencyjnym znajduje się komora fotograficzna, która umożliwia rejestrację uzyskanych obrazów na kliszach fotograficznych, błonach lub filmach w zależności od konstrukcji mikroskopu. Mikroskop elektronowy transmisyjny służy szczególnie do badań defektów sieci krystalicznej, odkształcenia plastycznego, procesów rekrytalizacji, procesów wydzielania faz z przesyconych roztworów stałych oraz badania przemian fazowych. Ponadto może służyć do badania topografii powierzchni np. złomów.

10.2. Przygotowanie preparatów

Mikroskopy elektronowe transmisyjne pracują na zasadzie przepuszczania wiązki elektronów przez badany przedmiot. Ze względu na silną absorpcję elektronów konieczne jest przygotowywanie preparatów o grubości nie przekraczającej 200 nm.

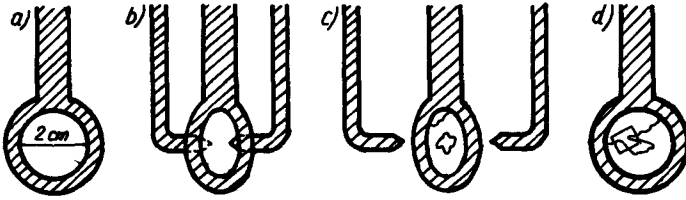
Wykonuje się je w zasadzie dwoma metodami: metodą replik i metodą cienkich folii. Metoda replik jest metodą pośrednią. Polega ona na wykonaniu cienkiej błonki z wiernie odwzorowaną topografią badanej próbki. Repliki można podzielić na jednostopniowe, dwustopniowe i ekstrakcyjne. Repliki jednostopniowe otrzymuje się przez naniesienie na badaną powierzchnię roztworu tworzywa sztucznego (kolodium, formwar, mowital) i po odparowaniu rozpuszczalnika mechaniczne oddzielenie błonki. Błotka posiada negatywowe odwzorowanie topografii badanej próbki (rys. 10.3.). Repliki dwustopniowe są



Rys. 10.3. Kolejne etapy przygotowania replik: a/ 1–4 — replika jednostopniowa, b/ 5–10 — replika dwustopniowa

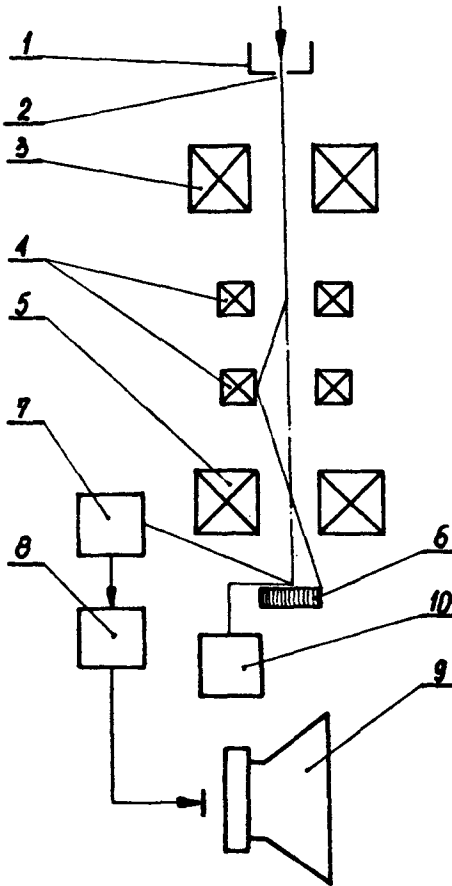
bardziej złożone. Otrzymuje się je przez pokrycie badanej powierzchni tworzywem sztucznym o nazwie handlowej triafol. Negatyw poddaje się następnie napyłaniu najczęściej węglem w próżni $\sim 10^{-4}$ kPa. W następnej kolejności tworzywo sztuczne rozpuszcza się i otrzymuje błonkę węglową z pozytywowym odwzorowaniem powierzchni (rys. 10.3.b). Repliki ekstrakcyjne otrzymuje się przez napylenie na badaną powierzchnię warstewki grafitu a następnie oddzielenie jej przez selektywne rozpuszczanie osnowy. W ten sposób wydzielenia faz międzymetalicznych wychodzących na powierzchnię zgładu pozostają połączone z repliką. W celu zwiększenia kontrastu repliki poddaje się cieniowaniu Pt lub Cr.

Metoda cienkich folii polega na zmniejszeniu grubości cienkiej płytki lub taśmy (0,01–0,1 mm) wyciętej z badanego materiału przez rozpuszczenie chemiczne lub elektrochemiczne. Zwykle płytkę poddaje się szybkiemu rozpuszczaniu anodowemu do grubości $(2 \div 5) \cdot 10^{-5}$ m, a następnie powolnemu polerowaniu elektrolitycznemu aż do uzyskania perforacji folii. Do obserwacji wybiera się obszary folii o grubości $(2 \div 20) \cdot 10^{-8}$ m. Schemat na rys. 10.4. przedstawia przygotowanie cienkich folii metodą Bolmana. Przygotowane repliki lub cienkie folie nakłada się na siateczki nośne i wprowadza do komory preparatu przez służę.



Rys. 10.4. Kolejne etapy elektropolerowania metodą Bollmanna

10.3. Mikroskop skaningowy



Rys. 10.5. Schemat mikroskopu elektronowego skaningowego

Mikroskop skaningowy pracuje na zasadzie odbicia wiązki elektronów od badanego preparatu co umożliwia bezpośrednie badanie próbek. Schemat mikroskopu elektronowego skaningowego przedstawiono na rys. 10.5. Strumień elektronów emitowany z katody (1) przyspieszany jest wysokim napięciem (20–30 kV). Po przejściu przez otwór anody (2) zostaje zmniejszony przez kondensator (3) w mikrowiązkę o średnicy 50 nm. W układzie soczewek odchyłających (4) wiązka ta podlega pulsującemu załamaniu i przechodzi przez soczewkę (5) i padając pod pewnym kątem, obiega powierzchnię próbki (6). Odbita od próbki wiązka dochodzi do licznika scyntylacyjnego (7), gdzie zostaje zamieniona na impulsy elektryczne, które po wzmacnieniu we wzmacniaczu (8) tworzą obraz na ekranie oscyloskopu (9).

Obraz uzyskany na mikroskopie skaningowym posiada dużą głębię ostrości przy znacznych powiększeniach, co umożliwia badanie powierzchni o różnicowanej powierzchni.

10.4. Przebieg ćwiczeń

A. Cel badań

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się z budową transmisyjnego mikroskopu elektronowego oraz metodyką badań.

B. Urządzenia i materiały do badań

Mikroskop elektronowy transmisyjny, napyłarka, suszarka, specjalny stół do preparatyki, odczynniki, zgłady metalograficzne.

C. Przebieg badań

Wykonać preparat techniką replik jednostopniowych lub dwustopniowych z powierzchni trawionego zgładu; przeprowadzić obserwację preparatu na mikroskopie elektronowym, opisać obserwowaną strukturę, zapoznać się z budową i obsługą mikroskopu.

D. Opracowanie wyników i sprawozdania

Sprawozdanie z badań powinno zawierać następujące punkty:

- cel badań, przedmiot badań, spis literatury pomocniczej,
- sposób przygotowania preparatów, odczynniki,
- schemat mikroskopu elektronowego i jego opis,
- opis przebiegu badań,
- rysunki mikrostruktur i ich opis,
- wnioski.

Pytania kontrolne

1. Zasada działania mikroskopu elektronowego transmisyjnego i skaningowego.
2. Przygotowanie preparatów techniką replik jedno i dwustopniowych.
3. Przygotowanie preparatów techniką replik ekstrakcyjnych.
4. Sposoby przygotowania cienkich folii.
5. Zastosowanie mikroskopu elektronowego transmisyjnego.
6. Zastosowanie mikroskopu elektronowego skaningowego.
7. Schemat i opis budowy mikroskopu elektronowego transmisyjnego.
8. Schemat i opis budowy mikroskopu elektronowego skaningowego.

Literatura

1. Hałas A., Szymański H. – Mikroskopy elektronowe, Wydawnictwa Komunikacji i Łączności, Warszawa 1965
2. Praca zbiorowa – Nowoczesne metody badawcze w metalurgii i metaloznawstwie. Skrypt AGH nr 644, Kraków 1978

3. Praca zbiorowa – Metaloznawstwo. Wyd. Śląsk, Katowice, 1979
4. Prowans S. – Materiałoznawstwo. PWN, Warszawa-Poznań, 1977
5. Kozubowski J. – Metody transmisyjnej mikroskopii elektronowej, Wyd. Śląsk, Katowice, 1975
6. Schimmel G. – Metodyka mikroskopii elektronowej. PWN, Warszawa, 1976
7. F. Staub, J. Adamczyk, A. Maciejny i in. – Atlas mikrostruktur stali. Mikroskop elektronowy. Katowice, Śląsk 1970
8. Skrypt Uczelniany. Politechnika Śląska – Elektronowy mikroskop skaningowy. Gliwice 1980

11. ILOŚCIOWA OCENA MIKROSTRUKTURY METALI I STOPÓW

Własności stopów zależą w znacznej mierze od ilości i stopnia dyspersji faz wchodzących w ich skład oraz od wielkości ziarna osnowy. Dlatego też ilościowa ocena parametrów określających przestrzenną budowę struktury stopów jest bardzo ważna dla przemysłu. Najczęściej stosowaną metodą jest porównanie obserwowanej pod mikroskopem struktury stopu z mniej lub bardziej racjonalną skalą wzorców. Porównawcza metoda oceny struktury, choć szybka i prosta, nie może być nazwana metodą w pełni ilościową, ponieważ subiektywizm ocen oraz sposób sporządzania skal wzorców powodują, że jest ona w zasadzie mało odtwarzalna (przy badaniach prowadzonych przez samo laboratorium) i mało powtarzalna (przy badaniach prowadzonych przez różne laboratoria). W związku z tym konieczne jest stosowanie ilościowych i w pełni obiektywnych metod pomiaru struktury.

Nauka, która zajmuje się określaniem przestrzennych wielkości danego ciała w oparciu o dane otrzymane z płaskich przekrojów, posługując się w tym celu znalezionymi zależnościami geometryczno-statystycznymi, nazywa się stereologią, a w odniesieniu do badań metali i stopów metalografią ilościową.

Wykorzystanie zależności statystycznych przy określaniu wielkości przestrzennych z płaskich przekrojów opiera się na założeniu, że struktura nie wykazuje orientacji, w przeciwnym razie należy wykonać wystarczająco dużą liczbę zglądów, ażeby uwzględnić wpływ orientacji struktury [1, 2] .

Elementy budowy stopu charakteryzują się tymi samymi wielkościami, którymi opisuje się bryły geometryczne, a więc: wymiarami liniowymi, powierzchnią, objętością, kształtem itp., a ponadto liczbą cząstek. Wielkości te odnosi się do jednostki powierzchni zglądu lub do jednostki objętości stopu. Wybór parametru mikrostruktury stopu, który należy w toku analizy określić, jest uzależniony od roli tego parametru w procesach przemian fazowych lub od jego wpływu na własności stopu.

11.1. Podstawowe parametry stereologiczne mikrostruktury metali i stopów

Stereologia pozwala ocenić parametry przestrzeni trójwymiarowej $R^{(3)}$, wykorzystując wielkości mierzone na płaskim obrazie. Wielkości te mogą być dwuwymiarowe

$R^{(2)}$, na przykład pola przekrojów ziarn, jednowymiarowe $R^{(1)}$, na przykład cięciwy odcięte przez granice ziarn na siecznych, lub zerowymiarowe $R^{(0)}$, którymi będą punkty.

Parametry trójwymiarowe $R^{(3)}$

V_V — objętość względna składnika, tj. objętość cząstek przypadająca na jednostkę objętości stopu, [$\text{mm}^3 \cdot \text{mm}^{-3}$],

S_V — powierzchnia względna, tj. powierzchnia cząstek przypadająca na jednostkę objętości stopu [$\text{mm}^2 \cdot \text{mm}^{-3}$],

L_V — długość względna w przestrzeni, tj. długość elementów liniowych przypadająca na jednostkę objętości stopu, [$\text{mm} \cdot \text{mm}^{-3}$],

N_V — liczba względna cząstek, tj. liczba cząstek przypadająca na jednostkę objętości stopu, [mm^{-3}],

\bar{K}_m — średnia krzywizna powierzchni.

Parametry dwuwymiarowe $R^{(2)}$

A_A — ułamek powierzchni zajęty przez dany składnik, [$\text{mm}^2 \cdot \text{mm}^{-2}$],

L_A — długość względna linii, tj. długość elementów liniowych przypadająca na jednostkę pola powierzchni zglądu, [$\text{mm} \cdot \text{mm}^{-2}$],

N_A — liczba cząstek na płaszczyźnie jednostkowej, [mm^{-2}],

\bar{K} — średnia krzywizna krzywej płaskiej.

Parametry jednowymiarowe $R^{(1)}$

L_L — ułamek długości cięciw, tj. długość cięciw przypadająca na jednostkę długości siecznej, [$\text{mm} \cdot \text{mm}^{-1}$],

N_L — liczba przeciętych cząstek przypadająca na jednostkę długości siecznej, [mm^{-1}],

Parametry zerowymiarowe $R^{(0)}$

P_P — ułamek punktów padających na wybrany składnik,

P_L — liczba punktów przecięć przypadająca na jednostkę długości siecznej, [mm^{-1}],

P_A — liczba punktów przypadająca na jednostkę pola powierzchni zglądu, [mm^{-2}],

Parametry geometryczne przekrojów cząstek zmierzone na zglądzie metalograficznym lub zdjęciu stanowią punkt wyjścia do obliczeń parametrów geometrycznych struktury przestrzennej. I tak objętość względną V_V danej fazy lub składnika obliczamy, wychodząc z następującej zależności (patrz podrozdz. 11.2.):

$$V_V = A_A = L_L = P_P \quad (11.1.)$$

Wyrażając V_V w procentach otrzymujemy skład objętościowy stopu.

Zmiana objętości względnej w czasie jest zasadniczym i nieodzownym wskaźnikiem ilościowego opisu kinetyki przemian strukturalnych. Znając skład objętościowy stopu

można określić w pewnym przybliżeniu, posługując się prostymi wzorami, niektóre własności mechaniczne stopu np. twardość. W tym przypadku oczywiście oprócz fazowego składu objętościowego stopu, powinny być znane odpowiednie wartości własności mechanicznych każdej z faz. Na tej samej zasadzie można określić i inne własności fizyczne stopu np. gęstość. W ten sposób znajomość fazowego składu objętościowego umożliwia przybliżoną ilościową ocenę własności fizycznych i mechanicznych stopu.

Powierzchnię względną S_V , tj. powierzchnię graniczną rozdzielającą ziarna szacuje się metodą siecznych Sałtykowa [1 – 3], zgodnie z którą:

$$S_V = 2 P_L \quad (11.2)$$

Powyższą formułę można stosować do pomiaru izometrycznych układów powierzchni granicznych (ziarna równoosiowe), określając średnią liczbę przecięć P_L na 1 mm długości siecznych, przeprowadzonych w sposób losowy przez płaski obraz mikrostruktury.

Powierzchnia względna granic ziarn S_V jest bardzo ważnym parametrem tak w procesach przemian fazowych, jak i przy określaniu rozlicznych własności stopów. Wiadomo, że granicom ziarn przypada główna rola w procesach przemian fazowych, wzrostu ziarn, pełzania metali, dyfuzji, tworzenia się zarodków nowej fazy itp. Własności stopu są funkcją nie tylko jego składu fazowego ale i rozdrobnienia. Przy tej samej objętości względnej danej fazy wielkość powierzchni względnej jej granic jest miarą jej dyspersji.

Wielkością związaną liniową zależnością z powierzchnią względną jest długość względna L_A granic ziarn, która podaje długość linii granic na jednostkę powierzchni zglądu.

$$L_A = \frac{\pi}{2} \cdot P_L \quad (11.3)$$

Średnią krzywiznę krzywej płaskiej \bar{k} określa się z formuły:

$$\bar{k} = \frac{2 \pi \cdot N_A}{L_A} \quad (11.4)$$

Ze wzoru (11.4.) wynika, że krzywizna krzywych płaskich może być wyznaczona za pomocą dwóch prostych parametrów N_A i L_A mierzonych na zglądzie.

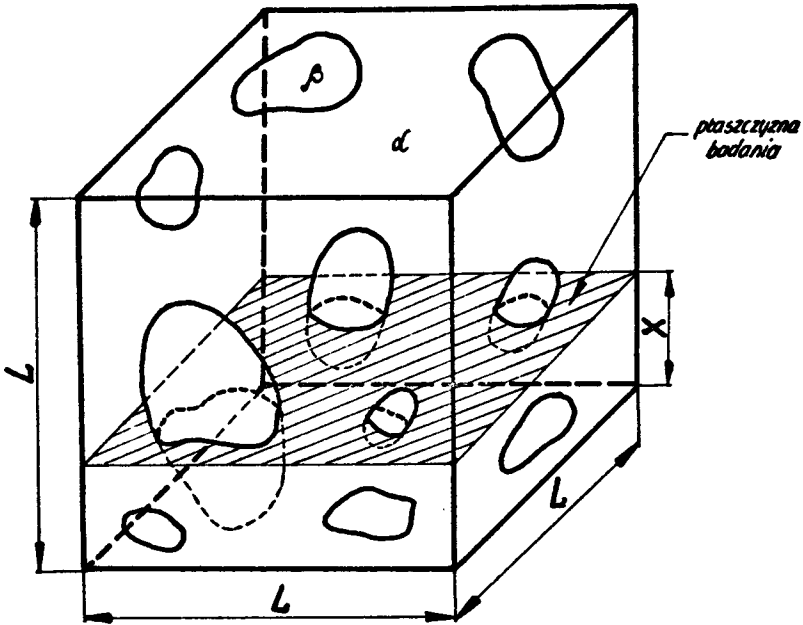
Średnią krzywiznę powierzchni \bar{K}_m określa się na podstawie zależności:

$$\bar{K}_m = \frac{\pi \cdot N_A}{2 \cdot N_L} \quad (11.5)$$

Wzór ten jest słuszny jedynie dla krzywych zamkniętych o dodatniej krzywiznie.

11.2. Wyznaczanie objętościowego udziału faz lub składników mikrostruktury

Typowym problemem w metalografii ilościowej jest określenie na podstawie zwykłej mikrofotografii ilości fazy β w mieszaninie faz α i β (rys. 11.1.). Na rysunku pokazana jest tylko jedna analizowana płaszczyzna (to znaczy jedna mikrofotografia),



Rys. 11.1. Struktura przestrzenna składająca się z cząstek fazy β w osnowie α

zwykle jednak w celu przeprowadzenia pełnej analizy trójwymiarowej struktury wymagana jest większa liczba analizowanych płaszczyzn, aby próbka mogła być reprezentatywna w stosunku do obserwowanej struktury. Załóżmy, że analizowana płaszczyzna z rys. 11.1. jest typową, jedną z wielu badanych płaszczyzn, równoległych i jednakowo odwzorowujących strukturę w całej objętości. Jeśli $(\Delta x)_i$ jest grubością warstwy materiału, zawartą między i -tą analizowaną płaszczyzną a następną, to objętość fazy β w tej warstwie jest w przybliżeniu równa $V_i = A_i (\Delta x)_i$, gdzie A_i jest powierzchnią fazy β , zmierzoną na mikrofotografii i -tej płaszczyzny. Przybliżenie staje się tym dokładniejsze, im więcej płaszczyzn będziemy analizowali (tzn., że grubość warstwy między płaszczyznami będzie coraz mniejsza), co jest określone zależnością:

$$V_V = \frac{\int V_i}{L^3} = \int_{x=0}^{x=L} \frac{Ax}{L^2} \frac{dx}{L} \quad (11.6.)$$

Jest to wyrażenie, pozwalające na obliczenie objętości względnej danej fazy. Wielkość Ax/L^2 określa ułamek powierzchni badanej płaszczyzny przypadającej na fazę β na grubości x , to jest A_β/L^2 . Wielkość dx/L jest ułamkiem całkowitej objętości zajętej przez badaną warstwę o grubości dx . W konsekwencji całka w równaniu (11.6.) reprezentuje średnią wartość A_A ułamka powierzchni, stąd:

$$V_V = A_A \quad (11.7.)$$

Z zależności (11.7.) wynika, że udział objętościowy V_V fazy β w strukturze trójwymiarowej możemy określić za pomocą prostego pomiaru udziału powierzchniowego fazy β na płaskim przekroju, oczywiście przy założeniu, że struktura nie wykazuje orientacji.

Rozumowanie podobne do poprzedniego pozwala sprowadzić problem wyznaczania V_V do pomiarów długości cięciw odciętych przez granice płaskich przekrojów fazy β , lub do zliczania punktów trafiających w płaskie przekroje fazy β , co możemy zapisać (wzór 11.1.):

$$V_V = A_A = L_L = P_P$$

11.2.1. Metoda planimetryczna

Przyjmijmy, że w wybranych do analizy polach widzenia o łącznej powierzchni A mamy: n_1 ziarn fazy β o powierzchni a_1 , n_2 ziarn o powierzchni a_2 , ogólnie n_i ziarn o powierzchni a_i ; wówczas objętość względna V_V ziarn β rozmieszczonych losowo w ośniewie a oceniamy za pomocą ułamka powierzchni A_A

$$V_V = A_A = \frac{1}{A} \sum_i n_i a_i \quad (11.8.)$$

Określanie zatem udziału objętościowego danej fazy (składnika) w stopie sprowadza się do zmierzenia powierzchni fazy na szlifie, a następnie odniesienia jej do całej mierzonej powierzchni zglądu. Stosowane są obecnie następujące sposoby pomiaru powierzchni analizowanej fazy:

- pomiar powierzchni poszczególnych ziarn, mikrocząstek za pomocą planimetru,
- indywidualny pomiar wymiarów przekrojów ziarn, mikrocząsteczek za pomocą okularu z podziałką mikrometryczną z następnym obliczeniem powierzchni każdego z przekrojów i ich zsumowaniem; przyjmuje się przybliżone proste geometrycznie kształty poszczególnych przekrojów (koła, kwadraty, prostokąty itp.),
- określenie powierzchni zajętej przez badaną fazę za pomocą drobnej, kwadratowej siatki naciętej w okularze lub przezroczystej płytce, przy czym pomiar polega

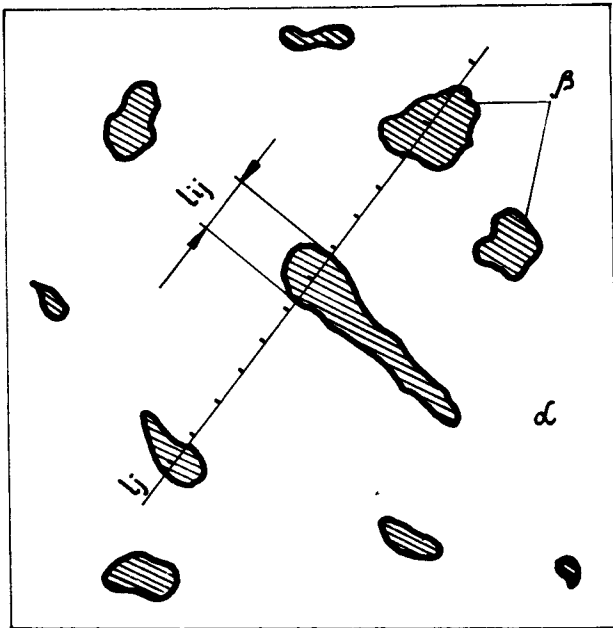
na policzeniu kwadracików przypadających na powierzchnię analizowanej fazy, a następnie odniesieniu tej liczby kwadracików do liczby kwadracików całej siatki,

- metoda wagowa, która polega na wycięciu powierzchni analizowanego składnika z fotografii i zważeniu; stosunek ciężarów wyciętych powierzchni do ciężaru całkowitej powierzchni fotografii określa udział badanego składnika w stopie.

Zasadniczą wadą metody planimetrycznej jest pracochłonność analizy i niemożność jej zmechanizowania.

11.2.2. Metoda liniowa

Określenie objętości względnej fazy β (składnika) rozmieszczonej losowo w osnowie α metodą liniową polega na tym, że przez obraz mikrostruktury prowadzi się proste o jednakowej długości l (sieczone). Każda z prostych l przecina n_j ziarn β , których granice odcinają na prostych cięciwy l_{ij} (rys. 11.2.).



Rys. 11.2. Zasada metody liniowej

Objętość względną V_V fazy β można wyrazić jako stosunek zsumowanej długości cięciw do długości całkowitej wszystkich rzuconych losowo k siecznych. Estymatorem objętości względnej V_V fazy β jest zatem ułamek L_L , określony wzorem:

$$V_V = L_L = \frac{1}{k \cdot l} \sum_i \sum_j l_{ij} \quad (11.9.)$$

gdzie:

$j = 1, 2, \dots, k$ – numer siecznej ($k \cdot l = L$ jest zatem sumą długości wszystkich siecznych, gdy długość pojedynczych siecznych jest

jednakowa),

$i = 1, 2, 3, \dots$, – numer cięciwy (ziarna na siecznej).

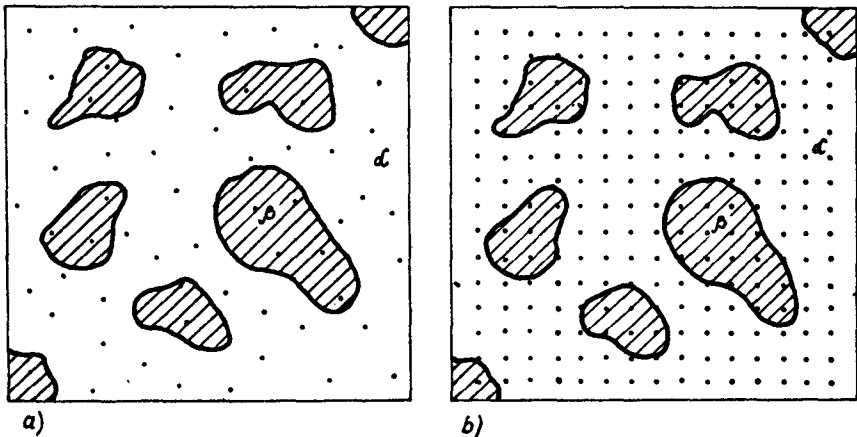
Zamiast linii prostej można posługiwać się dowolną krzywą. Metoda liniowa może być stosowana tak przy badaniu mikrostruktur sfotografowanych, jak i przy bezpośred-

nim określaniu składników stopu pod mikroskopem. Liniowa analiza mikrostruktury pod mikroskopem jest przeprowadzana za pomocą podziałki mikrometrycznej okularu. Ponieważ metoda ta jest stosunkowo pracochłonna, stosuje się przy tych badaniach specjalne integratory, mające na celu zmechanizowanie pomiarów, jak np.: automatyczny analizator struktury EPIQUANT, QUANTIMET [3, 6] .

11.2.3. Metoda punktowa

Gdy płaszczyzny szlifu z uwidocznionymi cząstkami fazy β pokryjemy stacystycznie równomiernie rozmieszczonymi P punktami, to liczba P_β punktów trafiających w cząstki β jest równa $P \cdot V_V$ (rys. 11.3a.). W metodzie punktowej estymator P_p objętości względnej wyraża się zatem stosunkiem liczby P_β punktów trafiających w cząstki β do liczby P wszystkich punktów rzuconych

$$V_V = P_p = \frac{P_\beta}{P} \quad (11.10.)$$



Rys. 11.3. Zasady metody punktowej: a/ metoda punktów losowych, b/ metoda siatkowa

Jednym z najczęściej stosowanych sposobów metody punktowej jest sposób siatkowy (rys. 11.3.b). Polega on na tym, że przykłada się do obrazu mikrostruktury siatkę kwadratową. Punktami „rzucanymi” są wtedy węzły siatki. Estymator V_V wyraża się wtedy formułą

$$V_V = P_p = \frac{\sum_{i=1}^k P_{\beta i}}{k \cdot z} \quad (11.11.)$$

gdzie:

k – krotność przyłożenia siatki,

$P_{\beta i}$ – liczba węzłów siatki, padających na przekroje fazy β w i -tym przyłożeniu siatki ($i = 1, 2, \dots, k$),

z – liczba węzłów siatki.

Jeżeli przez δ oznaczymy błąd bezwzględny analizy i przyjmiemy, że rozkład błędów jest rozkładem normalnym [4, 5], wówczas

$$\delta \leq u_a \sqrt{\frac{P_p (1 - P_p)}{k \cdot z}} \quad (11.12.)$$

Współczynnik u_a określony jest całką Gaussa dla przyjętego prawdopodobieństwa ($1 - \alpha$), że rzeczywisty błąd bezwzględny nie będzie przewyższał obliczonej wielkości δ .

α	0,10	0,05	0,01	0,001
u_a	1,65	1,96	2,58	3,29

11.3. Mikroskopowe metody określania wielkości ziarna na płaskim przekroju

Ocena wielkości ziarna należy do najczęściej stosowanych ocen ilościowych w metalografii. Tym niemniej pomiar wielkości ziarna nastęrcza wiele trudności. Trudności te w większości wynikają z tej przyczyny, że ziarna metali są trójwymiarowe, podczas gdy pomiary są przeprowadzane na płaskich (dwuwymiarowych) szlifach. W praktyce laboratoryjnej najczęściej mierzy się przekrój ziarna na płaszczyźnie, a jego wielkość określa się przez podanie jednego parametru tej wielkości.

Samo pojęcie „wielkości ziarna” nie jest pojęciem jednoznacznie określonym i może być różnie interpretowane. Wielkość ziarna ocenia się za pomocą takich parametrów jak:

- średnia powierzchnia przekroju ziarna \bar{a} ,
- jej odwrotność, to jest średnia liczba ziarn N_A na jednostkę powierzchni,
- długość względna granic ziarn L_A ,
- średnia cięciwa ziarna \bar{l} .

11.3.1. Metody określania średniej liczby płaskich ziarn N_A

Najczęściej ziarno jest oceniane za pomocą średniej powierzchni ziarna \bar{a} mierzonej w $\mu\text{ m}^2$. W jednofazowej strukturze równoosiowych ziarn między liczbą N_A ziarn na powierzchni 1 mm^2 szlifu a ich średnią powierzchnią \bar{a} zachodzi zależność

$$N_A = \frac{10^6}{\bar{a}} \quad (11.13.)$$

Jeżeli w strukturze występuje kilka faz, to zależność między liczbą ziarn N_A danej fazy a ich średnią powierzchnią \bar{a} jest następująca:

$$N_A = \frac{10^6}{\bar{a}} \cdot V_V \quad (11.14.)$$

gdzie:

V_V – wielkość bezwymiarowa, wyrażająca udział objętościowy ziarn danej fazy w jednostce objętości stopu.

Do określania średniej liczby ziarn na powierzchni szlifu stosowane są następujące metody:

- porównawcza (skala ASTM, PN–66/H–04507),
- Jeffriesa-Sałytkowa,
- punktów węzłowych,
- planimetryczna.

Metoda Jeffriesa-Sałytkowa

Metoda Jeffriesa, poprawiona przez Sałytkowa jest podstawową metodą służącą do określania średniej liczby ziarn N_A na jednostkę pola powierzchni zglądu. Metoda ta posiada dwa warianty. W pierwszym z nich na obraz mikrostruktury nakłada się okrąg o znanej rzeczywistej średnicy D i zlicza się liczbę N_w ziarn leżących całkowicie wewnątrz okręgu oraz liczbę N_i ziarn przeciętych przez okrąg, a następnie oblicza się całkowitą liczbę N_T ziarn na powierzchni A okręgu

$$N_T = N_w + k \cdot N_i \quad (11.15.)$$

przy czym wartość współczynnika k dla ziarn równoosiowych wynosi:

$$k = 0,5 - \frac{\bar{d}}{4D} \quad (11.16.)$$

gdzie: \bar{d} – średnia średnica ziarna.

Wartość N_A otrzymuje się z ilorazu:

$$N_A = \frac{N_T}{A} \quad (11.17.)$$

W drugim wariancie metody Jeffriesa-Sałytkowa obliczenia przeprowadza się na powierzchni kwadratu lub prostokąta o znanej rzeczywistej powierzchni A (rys. 11.4.).

Celem otrzymania poprawnej liczby ziarn znajdujących się wewnątrz czworokąta pomiarowego, należy ziarna leżące całkowicie wewnątrz czworokąta uwzględniać ze współczynnikiem 1, ziarna przecięte przez boki – bez ziarn narożnych – ze współczynnikiem 0,5, a ziarna narożne ze współczynnikiem 0,25. Ponieważ ziarn narożnych jest zawsze cztery, wobec tego liczba ziarn na powierzchni czworokąta pomiarowego wynosi:

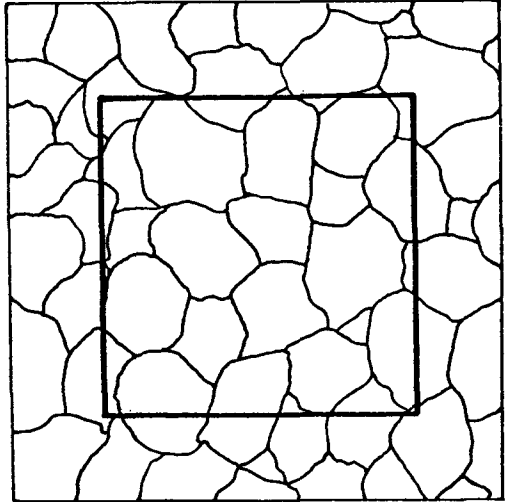
$$N_T = N_w + 0,5 N_i + 1 \quad (11.18.)$$

gdzie:

N_w – liczba ziarn leżących całkowicie wewnątrz kwadratu lub prostokąta,

N_i – liczba ziarn przeciętych bokami, bez czterech ziarn narożnych.

Podstawiając wartości N_T do wzoru (11.17.) otrzymujemy szukaną wielkość N_A . W wariancie tym nie czyni się żadnych założeń co do kształtu i ilości analizowanych składników struktury. W większości przypadków wystarczy tyle razy powtórzyć analizę, aby ilość zliczonych ziarn była w granicach 200–250.



Rys. 11.4. Schemat ilustrujący II wariant metody Jeffriesa-Sałytkowa

11.3.2. Metody zliczania przeciętych ziarn albo przecięć z granicami ziarn

Wyznaczanie długości względnej granic ziarn L_A

Metoda siecznych Sałytkowa pozwala łatwo określić powierzchnię względną S_V , tj. powierzchnię graniczną rozdzielającą ziarna w jednostce objętości stopu (wzór 11.2.)

$$S_V = 2 P_L$$

Wielkością charakteryzującą przekrój ziarna, a związaną liniową zależnością z powierzchnią względną jest długość względna granic ziarn L_A , która podaje długość linii granic ziarn na jednostkę powierzchni zglądu (wzór 11.3.).

$$L_A = \frac{\pi}{2} \cdot P_L$$

Z podanych zależności wynika, że średnia liczba przecięć na jednostkę długości siecznej P_L jest wielkością charakteryzującą tak przestrzenną, jak i płaską strukturę stopu:

$$P_L = \frac{1}{2} S_V = \frac{2}{\pi} \cdot L_A \quad (11.19.)$$

Pomiar średniej cięciwy \bar{l}

Cięciwą nazywamy odległość między granicami ziarna wzdłuż linii prostej (siecznej) położonej na płaszczyźnie zglądu. Średnią długość cięciwy \bar{l} ziarna płaskiego można wyznaczyć zarówno przez pomiar długości cięciw określonej liczby ziarn, jak również przez policzenie liczby przeciętych ziarn n_a z sieczną o określonej długości L . Sposób pierwszy jest pracochłonny, ale podaje w sposób bezpośredni oszacowanie \bar{l} , natomiast sposób drugi w przypadku struktur jednofazowych podaje P_L i przyjmuje się, że

$$\bar{l} \cong \frac{1}{P_L} \cong \frac{L}{n_a} \quad (11.20.)$$

co nie odpowiada prawdzie nawet wtedy, gdy sieczna jest kołowa, chyba, że liczba przecięć jest nieskończenie wielka. Jednakże różnica jest nieistotna w porównaniu z wahaniami średniej cięciwy w różnych polach widzenia [2].

W rezultacie pomiar średniej cięciwy ziarna polega na zliczeniu ziarn przeciętych przez nakreślone (na matówce lub mikrofotografii) odcinki, z tym że dwa ziarna krańcowe, nie przecięte przez dany odcinek na całej długości, liczy się jako jedno ziarno. Iloraz łącznej, rzeczywistej długości odcinków L (siecznych), wyrażonej w mm, przez ogólną liczbę przeciętych ziarn n_a daje średnią długość cięciwy ziarna w mm. Porównując formuły na obliczanie S_V i \bar{l} widzimy, że

$$S_V \cong \frac{2}{\bar{l}} \quad (11.21.)$$

co stanowi uzasadnienie w posługiwaniu się średnią cięciwą jako miarą wielkości ziarna.

Wyżej opisany sposób stosuje się dla struktur izometrycznych (o równoosiowym ziarnie). Jeżeli ziarna są wyraźnie wydłużone, jak to ma miejsce w materiałach przerabianych plastycznie na zimno, należy określić średnią długość cięciwy w kierunku wydłużenia (kierunku przeróbki plastycznej) i w kierunku do niego prostopadłym [2].

W przypadku struktur kilkufazowych, gdy ziarna innych faz są rozmieszczone losowo w osnowie (np. węgliki w martenzycie lub perlit w ferrycie), postępujemy w następujący sposób:

Oznaczamy badaną fazę przez α , wszystkie pozostałe przez β . Na długości L siecznych znajduje się n_α ziarn α i n_β ziarn β . Zatem

$$\bar{V}_\alpha = \frac{L}{n_\alpha} \cdot V_V(\alpha) \quad (11.22.)$$

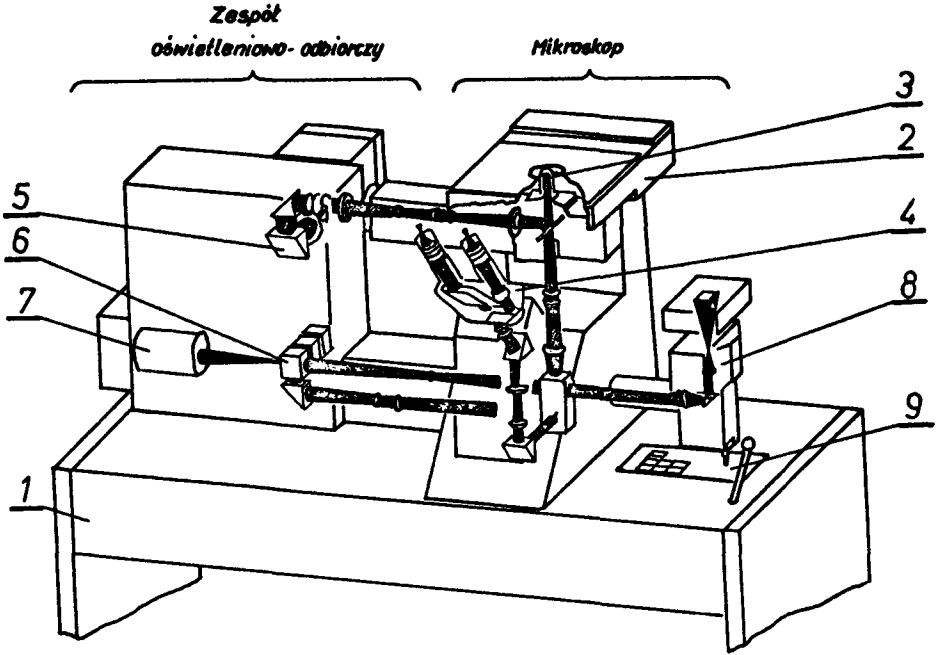
Objętość względną fazy α określamy metodą liniową lub punktową.

11.4. Automatyczny analizator struktur EPIQUANT

Składniki strukturalne obserwowane na obrazie mikroskopowym można zliczać w sposób automatyczny, jeżeli wszystkie interesujące nas składniki posiadają różne współczynniki odbicia. Takim automatycznym analizatorem jest EPIQUANT, pracujący w oparciu o zasadę analizy liniowej. W urządzeniu tym stolik mikroskopu typu skaning przesuwają próbkę względem nieruchomego obiektywu (rys. 11.5.). Rozmieszczenie linii pomiarowych ustalono w ten sposób, że można wykorzystać 25 równoległych linii na jednym polu pomiarowym. Z powierzchni obrazu pośredniego powstającego w mikroskopie przysłona z otworem wycina niewielkie pole pomiarowe (rys. 11.6.). Strumień światła przechodzący przez przysłonę pomiarową jest wtedy miarą intensywności odbijania danego wycinka obrazu. Fotoelektryczny przetwornik o dużej czułości (fotopowielacz), znajdujący się za przysłoną pomiarową zamienia strumień światła na proporcjonalny prąd elektryczny (sygnał analogowy). Analogowy cyfrowy przetwornik zamienia pomierzone wartości na wartości cyfrowe, które są doprowadzane do liczników. Strumienie świetlne otrzymane z różnych składników strukturalnych (rys. 11.6.) dają wzdłuż badanej linii pomiarowej rozróżnialne sygnały, a długość sygnału jest miarą długości mierzonego obiektu. W ten sposób możliwe jest określenie wszystkich ważniejszych parametrów przestrzennej mikrostruktury metali i stopów (za wyjątkiem N_A).

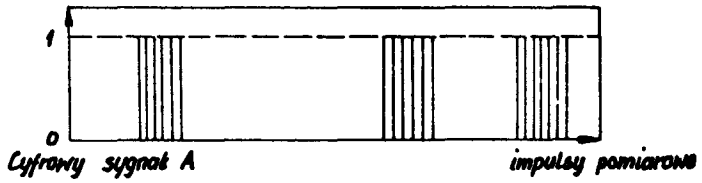
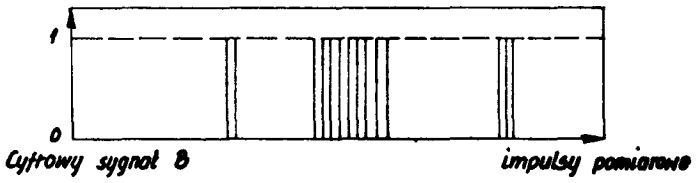
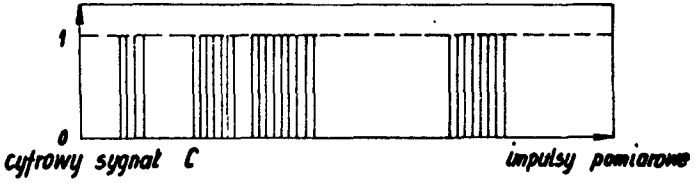
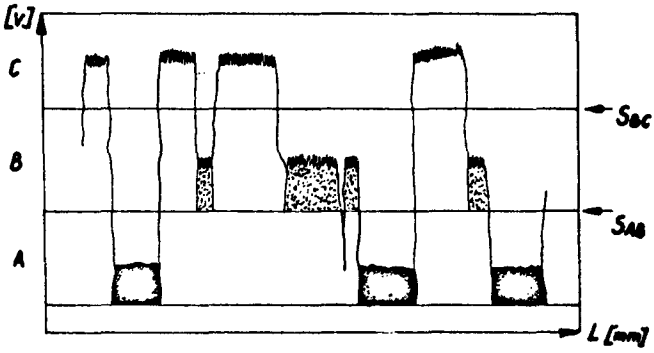
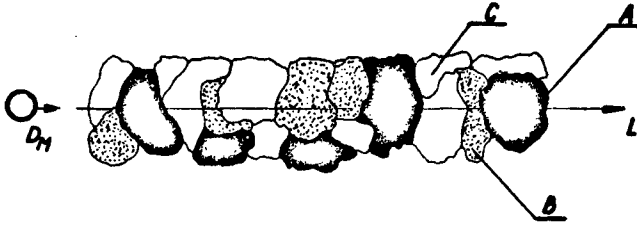
Przed przystąpieniem do badań należy określić, który z istniejących składników strukturalnych ma być zmierzony oraz jakie dane pomiarowe mają związek z fizycznymi i technologicznymi właściwościami badanego materiału. Ważną rolę odgrywa jakość przygotowanego zglądu, gdyż rysy po szlifowaniu mogą być zliczane jako granice ziarn, a wykruszenie i wewnętrzne refleksy mogą zostać pomyłone z nieobecnymi fazami. Ilościową analizę strukturalną na aparacie EPIQUANT prowadzimy według następującego programu:

- 1/ wybrać przysłonę otworową stołu (zależnie od wielkości przedmiotu),
- 2/ założyć i zamocować preparat,
- 3/ dobrać powiększenie mikroskopu,
- 4/ sprawdzić jakość przygotowania preparatu,



Rys. 11.5. Bieg promieni w automatycznym analizatorze struktur EPIQUANT: 1/ płyta podstawowa, 2/ stolik mikroskopu, 3/ obiektyw, 4/ tubus dwuokularowy, 5/ przystona wstępna, 6/ przystona pomiarowa, 7/ fotonowielacz, 8/ przystawka do mikrofotografii, 9/ pulpit obsługi

- 5/ zmierzyć największe istniejące w preparacie elementy (przy użyciu okularu z podziałką),
- 6/ ustalić wielkość pola pomiarowego (w zależności od wielkości zmierzonych elementów i powiększenia),
- 7/ dobrać wielkość przystony pomiarowej i odpowiedniej przystony wstępnej,
- 8/ włączyć sterowanie ręczne stołu skaning,
- 9/ oświetlacz włączyć na pełne obciążenie,
- 10/ zastosować obserwację przystony mierniczej,
- 11/ wyłączyć filtr,
- 12/ nastawić wzmocnienie sygnału jasnej fazy,
- 13/ przeprowadzić kompensację prądu ciemnego,
- 14/ ustalić stosunek szumów do sygnału,
- 15/ nastawić szerokość pasma,
- 16/ ustalić pozostałe sygnały analogowe,
- 17/ ustawić na potencjometrach wartości progowe dla badanych faz,
- 18/ nastawić ogranicznik wielkości ziarn,
- 19/ ustalić klasyfikator,
- 20/ nastawić dekady kodujące,



D_M - przystoła pomiarowa
L - linia pomiarowa
A, B, C - występujące fazy
S_{AB} - wartość napięcia progowego między fazą A i B
S_{BC} - wartość napięcia progowego między fazą B i C

Rys. 11.6. Schemat ilustrujący zasadę działania analizatora EPIQUANT

- 21/ włączyć automatyczne sterowanie stołu,
- 22/ stół przesunąć w róg pola pomiarowego,
- 23/ ustalić kierunek analizowania,
- 24/ skasować liczniki,
- 25/ włączyć przebieg analizy,
- 26/ wydrukować wyniki pomiaru.

Wyniki: zliczania ilości przeciętych ziarn, zliczania punktów pomiarowych, klasyfikacja cięciw oraz zakodowane parametry przyrządu gromadzone są w 24 kanałach liczących. Przyporządkowanie wskazań liczników do adresów numerycznych odbywa się według tablicy 11.1.

Tablica 11.1.

Przyporządkowanie wskazań liczników do adresów numerycznych

Adres numeryczny	Wskazania liczników		Druk
00 01 02 03	dekada 5 – blokowa dekada 3 – blokowa dekada 5 – blokowa dekada 3 – blokowa	kodowanie parametrów przyrządu	czarny czarny czarny czarny
04	ilość pomiarów		czarny
05 06 07	ilość ziarn danej fazy przeciętych przez linię pomiarową	faza A faza B faza C	czerwony/czarny czerwony/czarny czerwony/czarny
08 09 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20	Ilość ziarn fazy A, B lub C sklasyfikowanych w klasie i. (Po zliczeniu 1000 ziarn adresy numeryczne "08 do 20" drukowane są na czerwono, w pozostałych wypadkach na czarno)		czarny/czerwony czarny/czerwony czarny/czerwony czarny/czerwony czarny/czerwony czarny/czerwony czarny/czerwony czarny/czerwony czarny/czerwony czarny/czerwony czarny/czerwony czarny/czerwony
21 22 23	Suma punktów pomiarowych fazy A Suma punktów pomiarowych fazy B Suma punktów pomiarowych fazy C		czarny czarny czarny

Na każdym polu pomiarowym rejestrowanych jest 10^4 względnie 10^5 punktów pomiarowych tak, że wszystkie wyniki oznaczania objętości względnej składników struktury otrzymujemy w % (adresy numeryczne "21" do "23"). Długości cięciw jednej z wybranych faz A, B lub C klasyfikowane są w 13 klasach z geometrycznym podziałem o module $\sqrt{2}$ (adresy "08 do 20"). Wartość dolnej granicy pierwszej klasy $l_1 = 1, 2, 4, 8, 16 \mu\text{m}$ można nastawić za pomocą klasyfikatora wstępnego.

11.5. Przebieg ćwiczenia

A. Cel ćwiczenia

Zapoznanie się z metodami badawczymi umożliwiającymi ilościową i w pełni obiektywną ocenę mikrostruktury metali i stopów. Podstawowe parametry stereologiczne struktury takie jak: V_V , S_V , L_A zostaną wyznaczone w oparciu o pomiary na automatycznym analizatorze struktur Epiquant.

B. Urządzenia i materiały do badań:

- automatyczny analizator struktur Epiquant,
- instrukcja obsługi urządzenia Epiquant,
- komplet zgładów metalograficznych żeliw i stali w stanie wyżarzonym,
- fotografie mikrostruktur żeliw i stali w stanie wyżarzonym.

C. Przebieg badań

Zapoznać się z budową i zasadą działania urządzenia Epiquant. Przed przystąpieniem do badań określić, który z obserwowanych składników strukturalnych ma być mierzony oraz jakie dane pomiarowe mają związek z fizycznymi i technologicznymi właściwościami badanego materiału. Sprawdzić jakość przygotowanego zgładu.

Warunki pomiarów należy dobrać zgodnie z zaleceniami podanymi w instrukcji obsługi urządzenia. Dokonać pomiarów wybranych parametrów stereologicznych struktury. I tak np.:

- 1/ Dokonać pomiaru objętości względnej V_V perlitu w stali podeutektoidalnej wyżarzonej. Znając zawartość perlitu w stali, określić zawartość w niej węgla.
- 2/ Określić wielkość ziarna płaskiego w żelazie Armco po wyżarzeniu (\bar{r} i L_A).
- 3/ Wyznaczyć udział objętościowy grafitu w żeliwie sferoidalnym, określić powierzchnię względną S_V wydzielań grafitu.
- 4/ Określić długość względną L_A płatków grafitu w żeliwie szarym.

D. Opracowanie wyników i sprawozdania

Sprawozdanie z badań powinno zawierać następujące punkty:

- cel badań, przedmiot badań, spis literatury pomocniczej,
- schemat ilustrujący zasadę działania urządzenia Epiquant,

- krótki opis przebiegu ćwiczenia, warunki pomiarów, rysunki badanych mikrostruktur,
- zestawienie otrzymanych wyników,
- wyliczoną wartość błędu bezwzględnego dla udziału objętościowego, histogram obrazujący rozkład długości cięciw dla analizowanej fazy,
- wnioski dotyczące przeprowadzonych badań i możliwości zastosowania urządzenia Epiquant.

Pytania kontrolne

1. Podstawowe parametry określające przestrzenną budowę metali i stopów oraz ich znaczenie.
2. Co to jest objętość względna V_V i jakie mamy metody jej określania?
3. Zasada metody planimetrycznej, liniowej i punktowej.
4. Jak zależy błąd pomiaru V_V od liczby "rzucanych" punktów?
5. Jakie parametry służą do oceny ziarna na płaskim zglądzie metalograficznym?
6. Metoda Jeffriesa.
7. Ocena wielkości ziarna metodą siecznych.
8. Co to jest długość względna linii granic ziarn?
9. Co to jest powierzchnia względna granic ziarn?
10. Ocena wielkości ziarna płaskiego za pomocą średniej cięciwy.

Literatura

1. Sałtykow S. A. — Stiereometriczeskaja miettałografija. Miettałurgija. Moskwa 1970
2. Ryś J. — Wstęp do metalografii ilościowej. Wyd. Śląsk, Katowice 1970
3. Sokołowski J., Hübner K., Nosiła M., Pluta B. — Metalografia ilościowa, automatyczne metody pomiarów. Politechnika Śląska, skrypty uczelniane nr 839, Gliwice, 1979
4. Fisz M. — Rachunek prawdopodobieństwa i statystyka matematyczne. PWN, Warszawa 1967
5. Kotłarski J. — Rachunek prawdopodobieństwa dla inżynierów. WNT, Warszawa 1966
6. Szewczyk S. — Wstęp do ćwiczeń laboratoryjnych z materiałoznawstwa pt. "Analiza stereometryczna". Politechnika Lubelska, ITiEM, Lublin 1979
7. Instrukcja obsługi urządzenia EPIQUANT f- my Carl Zeiss, Jena NRD.

12. BADANIA CIEPLNE METALI I STOPÓW

12.1. Zastosowania badań cieplnych

Przemiany fazowe, które obserwujemy w stopach zachodzą pod wpływem zmiany termodynamicznych warunków układu. Przejściu jednej fazy w drugą towarzyszy efekt cieplny wydzielania lub pochłaniania ciepła, który jest znaczny przy jednoczesnej zmianie stanu skupienia np. przy krzepnięciu roztworu i nieznaczny przy przemianach fazowych w stanie stałym. Zmianom tym towarzyszy również skokowa zmiana własności fizycznych np. rozszerzalności cieplnej, przewodnictwa elektrycznego lub własności magnetycznych. Mierząc te własności w zmiennej temperaturze lub dokonując pomiaru temperatury w zakresach w których zachodzą efekty cieplne można określić zakres istnienia poszczególnych faz w danym stopie. Wyznaczanie temperatur, w których zachodzą efekty cieplne, nazywamy analizą cieplną a pomiar pewnej własności fizycznej w zmiennej temperaturze w zależności od tej własności fizycznej nazywamy, przy pomiarach rozszerzalności cieplnej – analizą dylatometryczną, oporu elektrycznego właściwego (ρ) – badaniami elektrycznymi, namagnesowania nasycenia (I_s) – badaniami magnetycznymi. Wymienione badania cieplne przeprowadza się dla ustalenia temperatur przemian fazowych w warunkach równowagi termodynamicznej i wykorzystuje do budowy układów równowagi. Mają one zasadnicze znaczenie przy projektowaniu obróbki cieplnej a zwłaszcza hartowaniu stali oraz służą do określania temperatur krytycznych w stalach, opracowywania wykresów kinetyki przemian przechłodzonego austenitu, badania przemian zachodzących w stali podczas odpuszczania, określanie współczynnika rozszerzalności liniowej i in. Można je również wykorzystać do określania składu chemicznego prostych stopów o ile znane są układy równowagi tych stopów. Umożliwiają obliczenie objętościowego efektu przemiany fazowej i ilościową ocenę udziału poszczególnych faz. Potwierdzeniem poprawności badań cieplnych są jakościowe i ilościowe badania metalograficzne.

12.2. Termodynamiczne podstawy przemian fazowych

Przemiany fazowe stanowią istotną część wielu procesów technologicznych. Należą do zjawisk fizycznych zachodzących pod wpływem termodynamicznych warunków

układu. Układem nazywamy zbiór faz, znajdujących się między sobą w stanie równowagi termodynamicznej, której kryterium stanowi energia swobodna. Układy dążąc do niższej energii swobodnej dają możliwość przewidywania, poprzez obliczenie tej energii, jakie fazy będą w równowadze przy danej temperaturze a więc struktury stopu. Jeżeli układ znajduje się w stałej temperaturze (T) i objętości (V), równowaga jest opisywana za pomocą tzw. energii swobodnej Helmholtza

$$F = E - TS$$

gdzie:

E – energia wewnętrzna,

S – entropia.

Przy stałej temperaturze (T) i ciśnieniu (P) równowagę opisuje energia swobodna Gibbsa (zwana także potencjałem termodynamicznym).

$$G = F + PV = E - TS + PV$$

W zagadnieniach fizyki ciała stałego, w zakresie niezbyt wysokich ciśnień, biorąc pod uwagę nieznaczne zmiany objętości, można bez większego błędu posługiwać się zarówno energią swobodną jak też entalpią swobodną. Ogólne zasady warunkujące współistnienie trwałych faz odpowiadających teoretycznym warunkom równowagi można wyrazić matematycznie w postaci zwanej regułą faz lub regułą Gibbsa, która w wielu zastosowaniach, szczególnie dla badań metaloznawczych przyjmuje postać:

$$S = n - f + 1$$

gdzie:

S – liczba stopni swobody,

n – liczba składników,

f – liczba faz.

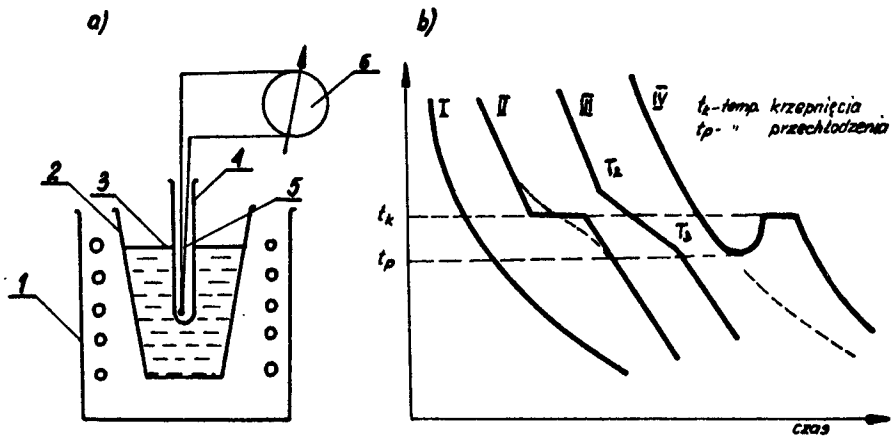
Określa ona ilościową zależność między liczbą stopni swobody danego układu a liczbą jego faz i składników. Liczbą stopni swobody układu nazywamy liczbę zewnętrznych i wewnętrznych czynników (temperatura, ciśnienie i skład), które można zmieniać nie powodując zmiany liczby faz w danym układzie. Reguła faz oddaje duże usługi przy analizowaniu układów równowagi. Pozwala przewidzieć w jakich temperaturach przebiegają przemiany fazowe jak również określić czynniki mogące podczas tych przemian ulegać pewnym zmianom bez naruszania stanu równowagi.

12.3. Metody badania przemian fazowych

12.3.1. Analiza cieplna

Analiza cieplna wykorzystuje fakt, że każda przemiana związana jest z wydzieleniem

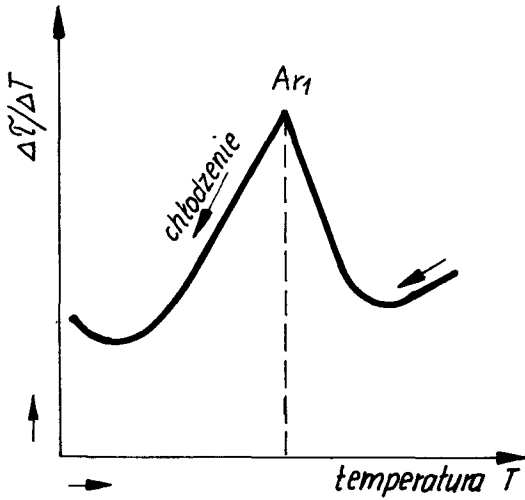
lub pochłonięciem ciepła przy jej przejściu ze stanu ciekłego do stałego i odwrotnie. To utajone ciepło przemiany wydziela się przy chłodzeniu i jest pochłaniane przy nagrzewaniu w ilości proporcjonalnej do objętości materiału, która uległa przemianie. Najprostszą metodą analizy cieplnej jest sporządzenie krzywych nagrzewania lub chłodzenia w układzie temperatura – czas w oparciu o rejestrację temperatury ciała badanego co pewien ściśle określony okres czasu. Efekty wydzielania ujawniają się na tych krzywych nieciągłościami zmian temperatury w czasie, z których można określić temperaturę lub zakres temperatur tej przemiany. (Punkty krzywych termicznych, w których zachodzą gruntowne zmiany szybkości nagrzewania czy chłodzenia noszą nazwę "punktów krytycznych" względnie "punktów przełomowych" a odpowiadające im temperatury "temperatur krytycznych") Temperatury przemian czyli punkty krytyczne przyjęto oznaczać według F. Osmonda literą A (arret – przystanek), przy czym do litery A dodaje się literę c – gdy przemianę wyznaczono przy nagrzewaniu (chauffage – ogrzewanie) lub r – gdy przemianę ustalono przy oziębianiu (refroidissement – oziębianie). Odróżnienie to jest konieczne, gdyż przemiany te nie zawsze zachodzą w tych samych temperaturach i często następuje opóźnienie przemiany, szczególnie przy oziębianiu (histereza cieplna). Poza tym oznaczenie to wskazuje kierunek przemiany, np. Ar_3 wskazuje przemianę żelaza $Fe \gamma$ (C) w żelazo $Fe \alpha$ (C) a nie odwrotnie. Schemat stanowiska do analizy cieplnej przedstawia rys. 12.1.a, a schematy krzywych chłodzenia ze stanu ciekłego rys. 12.1.b.



Rys. 12.1. a/ Schemat urządzenia do analizy cieplnej stopu: 1 – piec, 2 – tygiel, 3 – badany stop, 4 – rurka ceramiczna, 5 – termoelement, 6 – miliwoltomierz, b/ Krzywe chłodzenia: I – ciała bezpostaciowego, II – ciała krystalicznego, III – stopu, IV – z przechłodzeniem

Badany stop (3) nagrzewa się lub chłodzi w piecu (1) ze stałą szybkością do określonej temperatury, którą mierzy się w stałych odstępach czasu termoelementem (5) połączonym z miliwoltomierzem (6). Wyniki pomiarów umożliwiają sporządzenie wykresów chłodzenia lub nagrzewania stopu w układzie temperatura – czas, co ilustruje

rys. 12.1.b. Krzywa I przedstawia chłodzenie materiału nie wykazującego żadnych przemian fazowych, krzywa II określa przebieg chłodzenia czystych metali, związków jonowych a także mieszanin o składzie eutektycznym. Krzywa III odnosi się do stopów krzepnących w pewnym zakresie temperatur od T_2 do T_3 . Przystanek temperatury nie zawsze posiada poziomy przebieg. Wynika to najczęściej ze zjawiska przechłodzenia cieczy co obrazuje krzywa IV. Przemiany występujące w stanie stałym charakteryzują się na ogół nieznacznym efektem cieplnym przemiany i zjawisko przechłodzenia czy przegrzania występuje tym wyraźniej im większa jest szybkość nagrzewania czy chłodzenia. Punkty przełomowe odczytane z wykresów nagrzewania lub chłodzenia nanosi się na wspólny wykres w układzie stężenie–temperatura. Po połączeniu punktów liniami i opisie pól fazami, jakie istnieją w tym zakresie stężeń i temperatur otrzymujemy wykres równowagi fazowej. Do wyznaczania przemian fazowych, charakteryzujących się nieznacznymi efektami cieplnymi należy stosować bardziej czułe metody jak krzywą Osmonda lub termiczną analizę różnicową Roberts-Austena. W metodzie Osmonda, jako



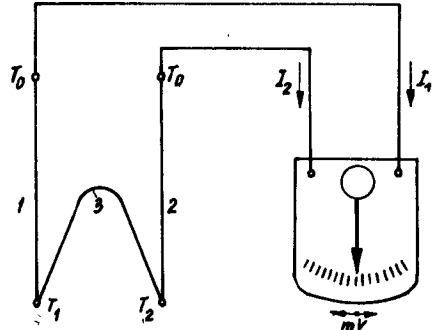
Rys. 12.2. Krzywa Osmonda

wielkość mierzona bierze się czas $\Delta \tau$ (w sek) potrzebny do osiągnięcia przez stop spadku lub podniesienia temperatury materiału badanego o założony interwał temperatury ΔT (np. 5° lub 10° C). Wyniki nanosi się na wykres w układzie $\Delta \tau / \Delta T$ w funkcji temperatury (rys. 12.2) Temperaturze przemiany fazowej odpowiadają punkty ekstremalne na krzywej (na rys. 12.2. jest nim punkt Ar_1). Zwiększenie dokładności pomiarów osiąga się przez zastosowanie metody termicznej różnicowej, osiąganej za pomocą termopary różnicowej Roberts-Austena. Budowę takiej termopary przedstawia rys. 12.3.

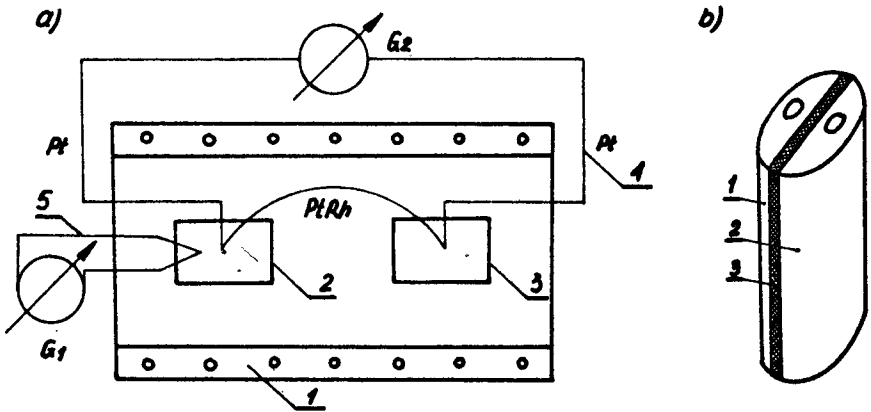
Termopara różnicowa R-A składa się z dwóch drutów platynowych (1, 2) i trzeciego wykonanego z platyny i rodu (3). Stanowi ona podwójną termoparę posiadającą dwa spojenia gorące T_1 i T_2 . Przy nagrzewaniu tych spojen powstają siły elektromotoryczne E_1 i E_2 , które dają prądy I_1 i I_2 , wzajemnie przeciwne co do kierunku. Siły elektromotoryczne, powstające na spojeniach tej termopary, zależne są od różnicy temperatur $(T_1 - T_0)$ i $(T_2 - T_0)$ spojen zimnych i gorących. Jeżeli utrzymuje się stałą temperaturę spojen zimnych to w razie, gdy spojenia gorące będą posiadały jednakową temperaturę ($T_1 = T_2$), siły elektromotoryczne E_1 i E_2 także będą równe i w obwodzie otrzyma się równe prądy I_1 i I_2 , ale skierowane w przeciwnych kierunkach. Wskazówka galvano-

metru nie wychyli się. W tym pirometrze wskazówka galwanometru wychyla się tylko przy występowaniu różnicy temperatur w gorących spojeniach termopary. Badanie przemian fazowych za pomocą termopary różnicowej jak również kształt stosowanych próbek przedstawia schematycznie rys. 12.4.a. i b.

Urządzenie do badania metodą R-A składa się z pieca (1), w których umieszczone są dwie próbki: badana (2) i wzorcowa (3). Gorące spojenia termopary wprowadza się jedno do próbki wzorcowej (3) drugie do badanej (2). Siły termoelektryczne są przeciwnie skierowane i galwanometr G_2 nie wychyli się tak długo, jak długo próbki (2) i (3) będą miały jednakową temperaturę. Gdy w badanej próbce nastąpi przemiana, zaczyna ona pochłaniać ciepło dostarczone. Temperatura próbki badanej jest stała. We wzorcu przemiana nie zachodzi a dostarczone ciepło jest zużywane



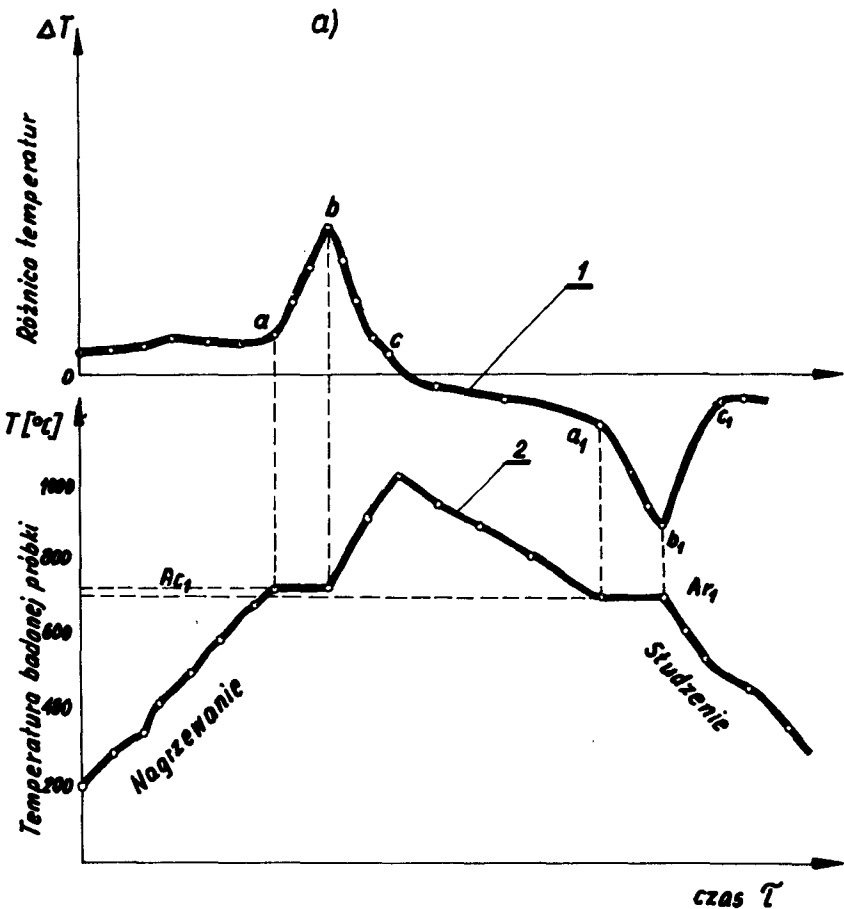
Rys. 12.3. Termopara różnicowa Roberts-Austena. 1, 2 – druty platynowe, 3 – drut Pt10Rh, T_1, T_2 – spojenia grzejne, T_0 – spojenia zimne



Rys. 12.4. a/ Metoda różnicowa Roberts-Austena: 1 – piec, 2 – próbka badana, 3 – próbka wzorcowa, 4 – termopara różnicowa, 5 – termopara mierząca temperaturę próbki badanej. b/ Kształt próbek: 1 – próbka wzorcowa, 2 – próbka badana, 3 – przekładka azbestowa

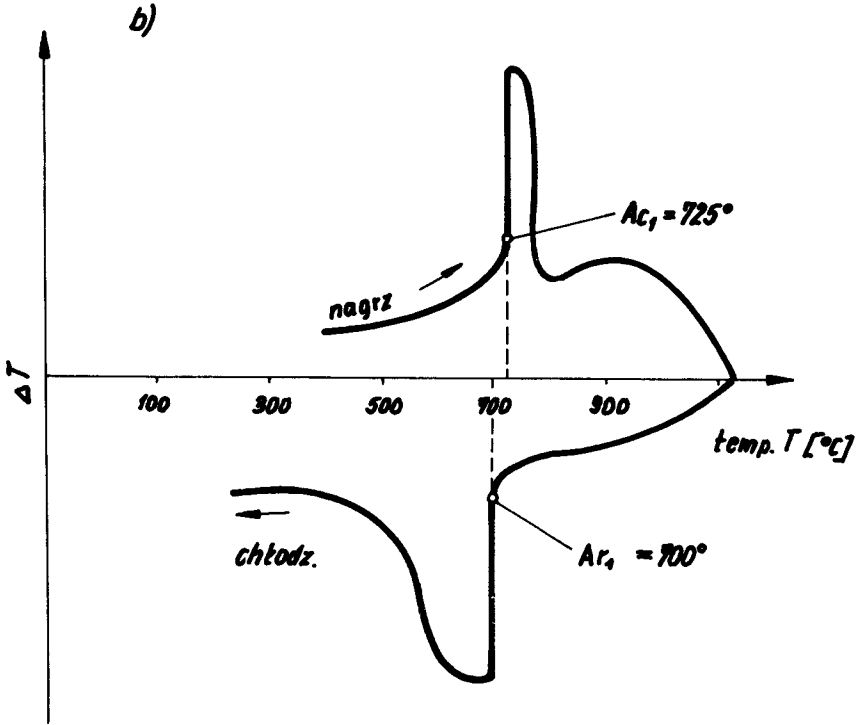
na podwyższenie jej temperatury. Powstała różnica temperatur $\Delta T = T_2 - T_3$ oznacza, że w próbce badanej zachodzi przemiana, co wskazuje wychylenie wskazówki galwanometru G_2 . Galwanometr G_1 wskazuje aktualną temperaturę próbki badanej (2). Próbka wzorcowa powinna mieć identyczne wymiary, powierzchnię, ciepło właściwe i przewodnictwo cieplne jak próbka badana i nie podlegać przemianom w badanym przedziale

temperatur. Najczęściej jako wzorzec stosuje się nikiel lub stop bogaty w nikiel, fosfor i miedź elektrolityczną. Na podstawie danych z zapisu wykreśla się krzywą, z której wnioskuje się o położeniu punktów krytycznych. Wykres oparty na wynikach badań wg tej metody dla stali eutektoidalnej przedstawia rys. 12.5.a. W celu określenia punktów krytycznych należy przez punkty a i b górnej krzywej (rys. 12.5.a) poprowadzić proste równoległe do osi rzędnych, do przecięcia z dolną krzywą temperatur, a z otrzymanych punktów proste równoległe do osi odciętych w kierunku rzędnej. Zamiast rozpatrywanych dwóch krzywych można wykreślić tylko jedną krzywą w układzie różnica temperatur – temperatura (rys. 12.5.b.). Temperatury krytyczne odczytujemy w miejscach pików na krzywej różnicowej. Za początek przemiany przyjmuje się moment wyraźnej zmiany nachylenia krzywej różnicowej a szczyt piku odpowiada końcowi przemiany.



Rys. 12.5.a. Krzywe różnicowe nagrzewania i chłodzenia stali eutektoidalnej otrzymane metodą Roberts-Austena. Krzywa 1. Zależność $\Delta T = f(\tau)$. Krzywa 2. Zależność $T = f(\tau)$

Metoda ta daje bardzo dobre wyniki, szczególnie gdy zastosuje się galwanometr zwierciadłowy jak to ma miejsce w metodzie Kurnakowa.



Rys. 12.5.b. Krzywe różnicowe nagrzewania i chłodzenia stali eutektoidalnej otrzymane metodą Roberts-Austena. Zależność $\Delta T = f(T)$

12.3.2. Badania dylatometryczne

Polegają na pomiarze i rejestracji zmian objętości badanej próbki w funkcji temperatury lub czasu (przy stałej temperaturze) albo jednocześnie w funkcji temperatury i czasu. Najczęściej dokonuje się pomiaru i rejestracji zmian jednego wymiaru próbki np. długości. Liniowe wydłużenie cieplne ciała, spowodowane przyrostem temperatury, dT można przedstawić wzorem:

$$\frac{dL}{L} = \alpha dT$$

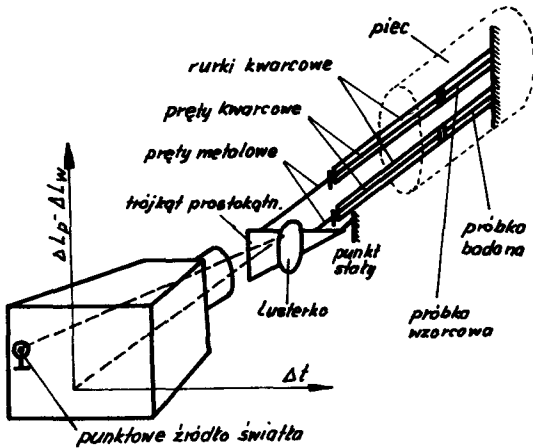
gdzie:

L – długość w danej temperaturze

dL – zmiana długości spowodowane zmianą temperatury dT

α – współczynnik cieplnej rozszerzalności liniowej

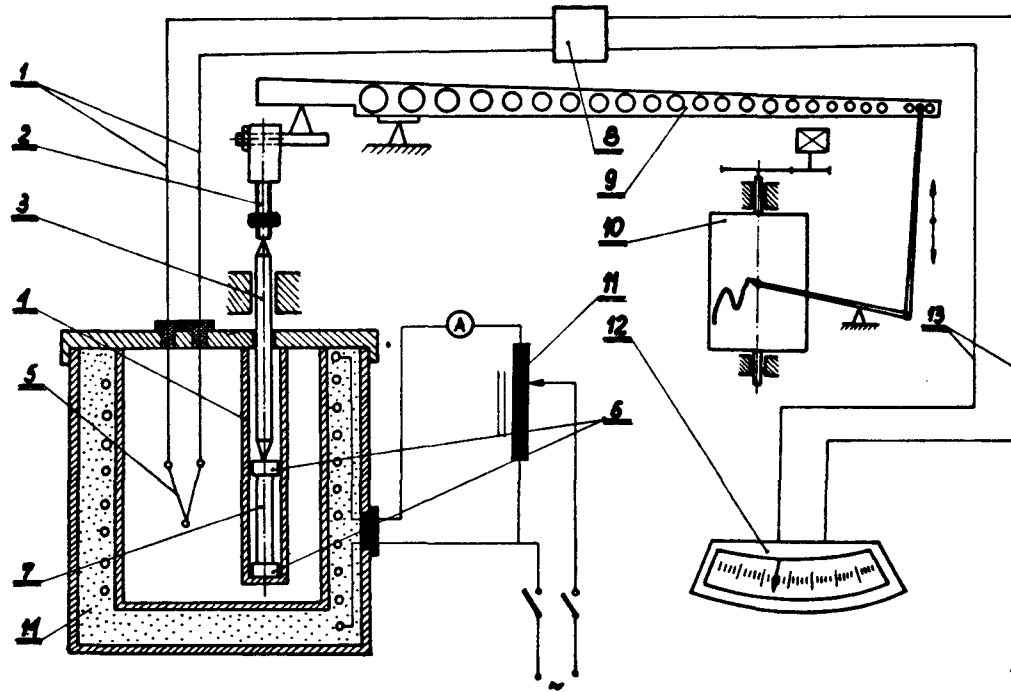
Przy równomiernym nagrzewaniu próbki i założeniu, że α jest wielkością stałą, powyższa zależność dla stopów nie wykazujących przemian fazowych przedstawia linię prostą. Krzywe zmian długości próbki z temperaturą rejestrują urządzenia zwane dylatometrami. Wszystkie rozwiązania konstrukcyjne dylatometrów do badania metali i stopów są oparte na podobnej zasadzie działania. Badana próbka, umieszczona w uchwycie kwarcowym lub ze spiekanego tlenku glinu jest nagrzewana lub chłodzona z określoną szybkością albo wytrzymywana przy stałej temperaturze. Zmiany długości próbki są przekazywane do urządzenia powiększającego i rejestrującego te zmiany w funkcji temperatury próbki lub czasu. Typ dylatometru wiąże się ze sposobem pomiaru wydłużenia próbki (dylatometr bezwzględny lub różnicowy) lub powiększenia wydłużenia próbki (dylatometr mechaniczny, optyczny itp.). Najbardziej rozpowszechnione są dylatometry różnicowe typu Chevenarda z rejestracją optyczną rys. 12.6.



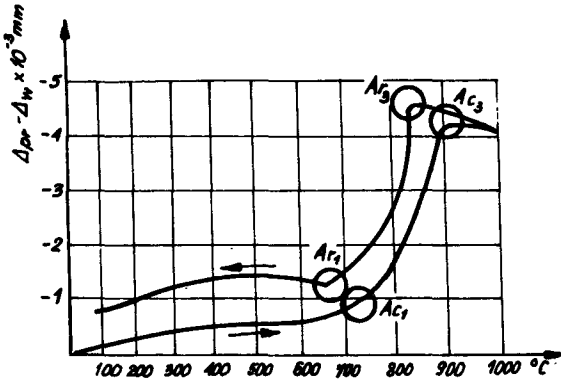
Rys. 12.6. Ideowy schemat dylatometru Chevenarda

Dwie próbki w kształcie pręcików o średnicy 4 mm i długości 50 mm umieszcza się w rurkach kwarcowych. Jedna wykonana jest z materiału badanego, druga – wzorcową, charakteryzuje się nieznaczną liniową zmianą współczynnika rozszerzalności cieplnej przy nagrzewaniu i chłodzeniu, najczęściej wykonana ze stopu o składzie 82% Ni, 7% Cr, 5% W, 3% Mn, 3% Fe, którego współczynnik cieplnej rozszerzalności liniowej zmienia się w zakresie 0–1000^o C od $12,58 \cdot 10^{-6}$ do $21,24 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, Zmiany dL próbek są przenoszone za pomocą pręcików kwarcowych przegubowo umocowane lusterko.

Promień świetlny odbijając się od lusterka, rejestruje na błonie fotograficznej różnicę długości pomiędzy próbką badaną a wzorcową w funkcji temperatury (rys. 12.7). Typ dylatometru bezwzględnego Ulbrichta o przekładni mechanicznej przedstawia rys. 12.8. Rejestrowane na dylatogramach zmiany długości próbki są funkcją zmian jej temperatury stąd na jakość dylatogramu wpływają błędy w układzie pomiarowym i rejestrującym wydłużenie i temperaturę a dokładność uzyskanych wyników będzie zależeć od konstrukcji dylatometru jak i sposobu prowadzenia próby. Podstawowe znaczenie ma również interpretacja dylatogramów. Temperaturę punktów przełomowych z dylatogramów wyznacza się zwykle metodą graficzną. Według PN–68/H–04500 za temperaturę początku przemiany należy uważać początek zmiany kierunku krzywej dylatometrycznej wyznaczonej za pomocą stycznej do niej, natomiast za temperaturę końca przemiany

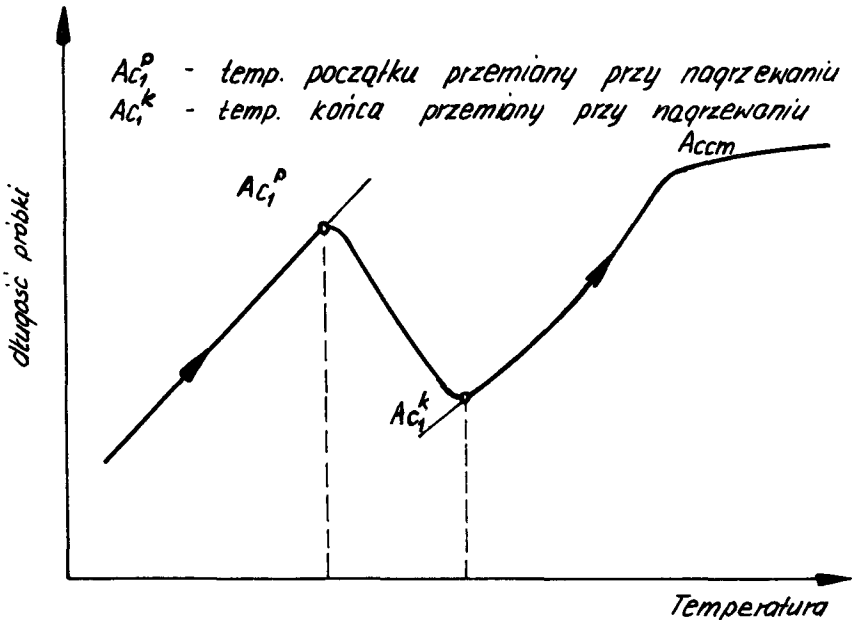


Rys. 12.8. Schemat działania dylatometru bezwzględnego Ulbrichta o przekładni mechanicznej. 1 – przewody kompensacyjne, 2 – śruba dociskowa, 3 – pręt kwarcowy, 4 – rura kwarcowa, 5 – termoelement, 6 – wkładki kwarcowe, 7 – próbka badana, 8 – puszka kompensacyjna, 9 – zespół dźwigni, 10 – urządzenie rejestrujące, 11 – autotransformator, 12 – wskaźnik temperatury, 13 – przewody łączące, 14 – piec ze spiralą grzejną



Rys. 12.7. Krzywa dylatometryczna na stali węglowej otrzymana za pomocą dylatometru różnicowego Chevenarda

należy uważać punkt przejścia krzywej lub załamanie dylatogramu w linię zbliżoną do prostej, wyznaczonej za pomocą stycznej. Określając punkt przełomowy można postużyć się albo kryterium początku albo kryterium końca przemiany, w zależności od tego, którą ze stycznych można wykreślić z większą dokładnością. Sposób określania punktów krytycznych ilustruje rys. 12.9. Określając zakresy przemiany należy postużyć się obydwojema kryteriami.

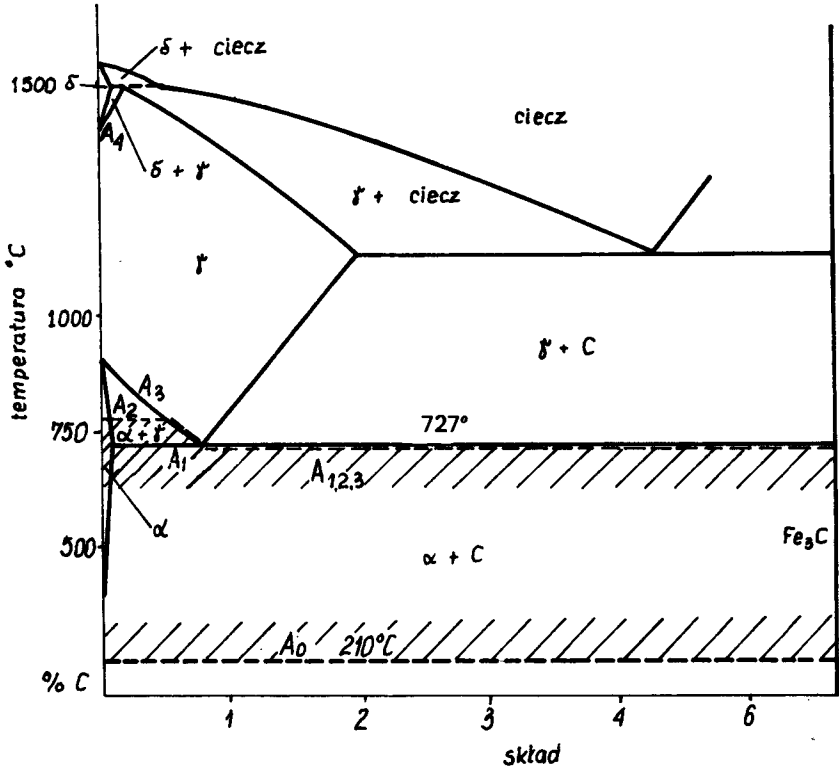


Rys. 12.9. Dylatometryczny wykres przemiany perlitycznej w stali nadeutektoidalnej

12.3.3. Inne metody analizy termicznej

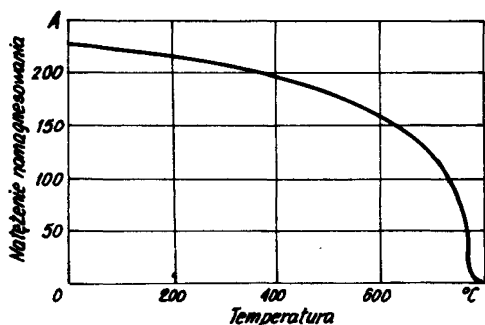
Badania magnetyczne – polegające na pomiarze zmian własności magnetycznych jak

namagnesowanie nasycenia I_s i temperatury Curie T_c można wykorzystać do analizy fazowej stopów, badań układów równowagi, rozpadu przesyconych roztworów stałych, przemian fazowych leżących poniżej punktu Curie i wykazujących wyraźną zmianę własności magnetycznych. Przemiana magnetyczna paramagnetycznego żelaza na żelazo ferromagnetyczne, zachodząca w temperaturze 768°C i oznaczona przez A_2 , zachodzi w stopach żelazo–cementyt początkowo w stałej temperaturze 768°C do zawartości około 0,5% C, a następnie w temperaturach zmiennych od 768° do 727°C wzdłuż linii OS przy zawartości C od około 0,5 do około 0,8%, co ilustruje rys. 12.10. Na krzywej magnetycznej czystego żelaza (rys. 12.11.) punkt Curie charakteryzuje gwałtowny spadek własności magnetycznych w temperaturze 768°C . Podobne zjawisko obserwujemy przy przemianie $\text{Fe}_\gamma(\text{C}) \rightleftharpoons \text{Fe}_\alpha(\text{C}) + \text{Fe}_3\text{C}$ dla stopów o zawartości węgla powyżej 0,5% w układzie $\text{Fe} - \text{Fe}_3\text{C}$.



Rys. 12.10. Zmiany własności magnetycznych stopów w układzie równowagi fazowej Fe-Fe₃C

Badania elektryczne. Badanie przemian fazowych zachodzących w stopach umożliwia zależność oporu elektrycznego właściwego ρ stopów od ich składu, struktury, defektów budowy krystalicznej, dyspersji wydzielań i temperatury. Wykresy zmian ρ w



Rys. 12.11. Natężenie namagnesowania czystego żelaza w zależności od temperatury przy natężeniu pola magnetycznego 1300 Oe

funkcji temperatury wykazują przy przemianach fazowych wyraźny skok wielkości oporu ρ w określonych temperaturach.

Obecnie produkowane są urządzenia pozwalające na równoczesne zastosowanie kilku metod analizy termicznej np. termoanalyzer firmy Mettler ze Szwajcarii jak również derivatograf produkcji MOM–Budapest z Węgier. Dzięki uniwersalności konstrukcji urządzenia te nadają się do rozwiązywania problemów w bardzo wielu dziedzinach wiedzy.

12.4. Przebieg ćwiczenia

12.4.1. Wyznaczanie temperatur przemian fazowych w metalach i stopach metodą dylatometryczną

A. Cel ćwiczenia

Śledzenie procesu przemian fazowych w stanie stałym przy użyciu dylatometru.

B. Urządzenia i materiały do badań

Dylatometr bezwzględny Ulbrichta typ U330, próbki stalowe gat. 45, ŁH15, żelaza Armco, 20, 30H, N8, 1H18N9T, żeliwne ZI200, Zs40012, Zcc35010, PN–68/H–04500, "Badania dylatometryczne metali i ich stopów", instrukcja obsługi dylatometru. Papier milimetrowy.

C. Przebieg badań

Przy badaniach dylatometrycznych należy:

- zapoznać się z instrukcją obsługi urządzenia,
- włożyć próbkę,
- przygotować urządzenie do wyznaczania temperatur punktów przełomowych przy nagrzewaniu. Włączyć grzanie pieca. Po osiągnięciu temperatury 600^o C należy założyć na bęben papier z siatką współrzędnych wydłużenie–czas, wyregulować nacisk stalówki i włączyć mechanizm piszący. Regulować natężenie prądu zasilającego piec tak by szybkość grzania wynosiła około 5^o C/min. Obserwując działanie mechanizmu piszącego zapisywać co 1 min. temperaturę i wydłużenie próbki aż do osiągnięcia temperatury 840^o C. Z chwilą osiągnięcia temperatury 840^o C zmniejszyć natężenie prądu do 1,2 A i przystąpić do wyznaczania temperatury punktów przełomowych przy studzeniu. W tym celu należy, obserwując działanie mecha-

nizmu piszącego zapisywać co 1 min. wydłużenie i temperaturę próbki aż do osiągnięcia temperatury 600^o C. Wyłączyć dylatometr.

- wyniki pomiarów zapisywać w tabelce,
- w oparciu o sporządzony równoległy wykres i wyniki pomiarów wykreślić na papierze milimetrowym, zależność wydłużenia względnego próbki od temperatury $\Delta L = f(T)$.

D. Opracowanie wyników i sprawozdania
Jak w punkcie 12.4.2.D.

12.4.2. Wyznaczanie temperatur przemian fazowych w metalach i stopach metodą analizy cieplnej

A. Cel ćwiczenia

Śledzenie procesu przemian fazowych w stanie stałym przy użyciu termicznej różnicowej metody Roberts-Austena.

B. Urządzenia i materiały do badań

Termopara różnicowa, próbka wzorcowa, próbki stalowe gat. 45, ŁH15, żelazo Armco, 20, 30H, N8, 1H18N9T, żeliwa ZL 200, Zs 40012, Zcc35010, PN–68/H–04500 "Badania dylatometryczne metali i ich stopów", instrukcja obsługi termopary różnicowej. Papier milimetrowy.

C. Przebieg badań

Przy badaniach metodą termiczną różnicową należy:

- zapoznać się z instrukcją obsługi urządzenia,
- włożyć próbkę,
- przygotować przyrząd do wyznaczenia temperatury punktów przełomowych przy nagrzewaniu: włączyć piec do autotransformatora, włączyć do sieci oświetlacz galwanometru. Ustawić galwanometr w położeniu zerowym. Nagrzać piec do temperatury 675^o C (6,00 mV) i wygrzać w tej temperaturze 30 min. Po ustaleniu się plamki świetlnej galwanometru na listwie pomiarowej notować co 30 sek. wskazania miliwoltomierza i wychylenia galwanometru. Z chwilą osiągnięcia temperatury 860^o C (8,00 mV) przystąpić do wyznaczenia temperatur punktów przełomowych stali przy studzeniu. Należy w tym celu wyłączyć grzanie pieca. Co 30 sek. notować wskazania miliwoltomierza i wychylenia galwanometru. Z chwilą osiągnięcia temperatury 675^o C (6,00 mV) przerwać obserwację,
- wyniki pomiarów zapisywać w tabelce,
- dokonać przeliczenia mV na temperaturę w ^oC (uwzględniając poprawkę na zimne końce),

- na podstawie dokonanych pomiarów wykonać na papierze milimetrym wykres Roberts-Austena we współrzędnych wychylenia galwanometru (e) – temperatura (T), $e = f(T)$.

D. Opracowanie wyników i sprawozdania

Sprawozdanie z badań powinno zawierać następujące punkty:

- cel badań, przedmiot badań, spis literatury pomocniczej,
- dobór metody badawczej, schemat ideowy zastosowanego do badań urządzenia,
- opis przebiegu badań,
- wyniki badań winny zawierać tablice pomiarów, wykresy zależności $\Delta L = f(T)$ lub $e = f(T)$ (w zależności od zastosowanej metody badań) oraz określone z tych wykresów temperatury przemian fazowych. Dla metody dylatometrycznej należy również obliczyć średni współczynnik cieplnej rozszerzalności liniowej α , w podanym przez prowadzącego zakresie temperatur, obliczonym z wzoru:

$$\alpha = \frac{L}{m L_0 \Delta T} + \alpha'$$

α' – współczynnik rozszerzalności liniowej kwarcu równy $0,54 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$,

L_0 – początkowa długość próbki,

m – przełożenie

L – wydłużenie próbki odczytane na bębnie rejestratora w mm.

$$\Delta T = T_p - T_0$$

T_p – temperatura próbki odczytana ze wskaźnika,

T_0 – początkowa temperatura próbki.

- analiza wyników badań powinna zawierać dyskusję uzyskanych wyników badań w oparciu o wykresy równowagi fazowej badanych materiałów i innych materiałów źródłowych z podkreśleniem wpływu warunków badania i zastosowanej metodyki badań.

Pytania kontrolne

1. Definicja reguły faz Gibbsa oraz jej zastosowanie.
2. "Punkty przełomowe".
3. Przemiany zachodzące podczas ogrzewania i studzenia stali podeutektoidalnej, eutektoidalnej i nadeutektoidalnej.
4. Krzywe termiczne i sposób wykreślenia układu fazowego.
5. Krzywa Osmonda.
6. Badanie przemian fazowych za pomocą termopary różnicowej.
7. Podstawy badań dylatometrycznych.

8. Zasada działania dylatometru różnicowego – schemat ideowy.
9. Zasada działania dylatometru bezwzględnego – schemat ideowy.
10. Czynniki wpływające na dokładność pomiarów dylatometrycznych.
11. Interpretacja dylatogramów.
12. Inne metody wyznaczania temperatur przemian fazowych.

Literatura

1. Gulajew A. P. – Metaloznawstwo, Wyd. Śląsk, Katowice, 1969
2. Kaczyński J., Prowans S. – Podstawy teoretyczne metaloznawstwa, Katowice, 1972
3. Kantor M. M. – Metody izuczenia prewraszczenij w stali, Maszgiz, 1950
4. Liwszic B. G. – Fiziceskije swojstwa metałłow i spławow, Moskwa 1956
5. Nowoczesne metody badawcze w metalurgii i metaloznawstwie. Praca zbiorowa pod red. K. Przybyłowicza i St. Jasieńskiej. Skrypt AGH nr 644, Kraków, 1978
6. Przybyłowicz K. – Metaloznawstwo cz. I. Skrypt 579 AGH, Kraków, 1977
7. Staub F. i inni – Metaloznawstwo, Wyd. Śląsk, Katowice, 1979
8. Wesołowski K. – Metaloznawstwo T. I, WNT, Warszawa, 1969
9. PN–68/H–04500. Badania dylatometryczne metali i ich stopów.
10. Bylica A. i inni – Laboratorium materiałoznawstwa, Wyd. Politechniki Rzeszowskiej, Rzeszów 1977

13. OBRÓBKA CIEPLNA STALI

13.1. Wprowadzenie

Celem obróbki cieplnej jest zmiana własności metali i stopów przez zmianę w stanie stałym budowy strukturalnej. W obróbce cieplnej stopów żelaza zasadniczą rolę odgrywa zjawisko polimorfizmu (alotropii) żelaza, tj. występowania różnych odmian krystalicznych żelaza trwałych w określonych zakresach temperatur i różniących się w sposób istotny szeregiem własności, np. zakresem rozpuszczalności węgla, objętością właściwą, własnościami magnetycznymi itp. W temperaturach przemian alotropowych zmiany własności zachodzą w sposób skokowy, co stwarza możliwość radykalnej przebudowy struktury i tym samym zmianę własności mechanicznych, fizycznych lub chemicznych obrabianych cieplnie elementów.

Podstawowymi czynnikami oddziaływania przy obróbce cieplnej są: temperatura i czas przebiegu procesu. Zabieg obróbki cieplnej można przedstawić za pomocą wykresu w układzie temperatura T – czas τ (rys. 13.1.). Do zasadniczych czynności stosowanych przy różnych zabiegach cieplnych można zaliczyć:

Grzanie – podwyższenie i następane utrzymywanie temperatury przedmiotu,

Nagrzewanie – ciągłe lub stopniowe podwyższanie temperatury,

Podgrzewanie – przez które rozumie się nagrzewanie do temperatury pośredniej,

Dogrzewanie – przez które określa się nagrzewanie do temperatury właściwej dla obróbki cieplnej,

Wyrzewanie – utrzymywanie temperatury na stałym poziomie w czasie potrzebnym do zajścia zamierzonych procesów,

Chłodzenie – ciągłe lub stopniowe obniżanie temperatury przedmiotu do temperatury określonej warunkami zabiegu, najczęściej temperatury otoczenia,

Studzenie, tj. powolne chłodzenie np. w piecu lub spokojnym powietrzu,

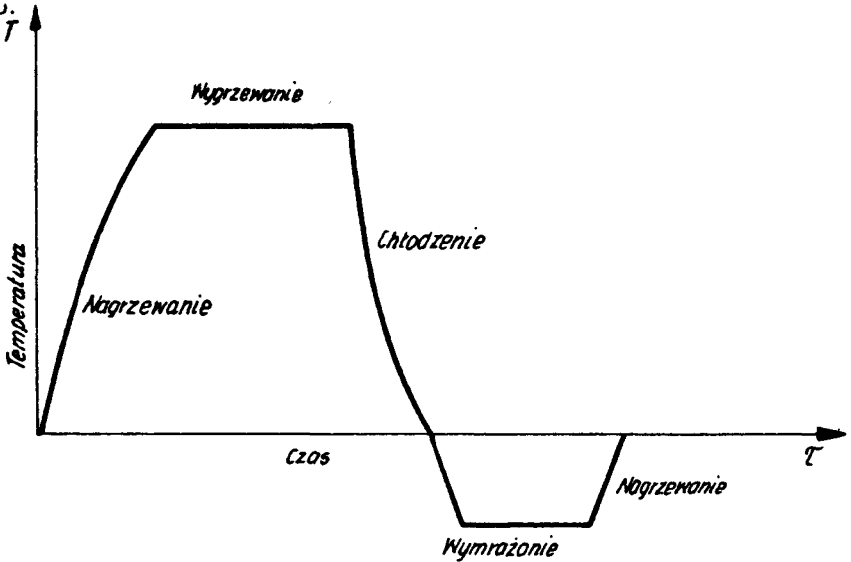
Oziębianie, tj. szybkie chłodzenie w wodzie lub oleju,

Wymrażanie, tj. ochłodzenie i wytrzymanie elementu w temperaturze poniżej 0°C .

Stosowane są również inne terminy:

– austenitizowanie, tj. wygrzewanie mające na celu uzyskanie struktury austenitycznej,

- rozpuszczanie, tj. wygrzewanie w temperaturze powyżej linii granicznej rozpuszczalności w celu rozpuszczenia wydzieliń innych faz i uzyskania jednorodnego roztworu stałego.



Rys. 13.1. Przykład złożonego zabiegu obróbki cieplnej

13.2. Klasyfikacja rodzajów obróbki cieplnej

Bardzo często zabiegi cieplne prowadzące do zmian strukturalnych łączy się z innymi procesami np. chemicznym oddziaływaniem ośrodka, odkształceniem plastycznym materiału lub działaniem pola magnetycznego. Dlatego dokładne zdefiniowanie pojęć i określeń z zakresu obróbki cieplnej oraz zestawienie ich w jednolity system ułatwia interpretację i poprawne opracowywanie dokumentacji technologicznej. Przejrzysta klasyfikacja jest przedstawiona w PN-76/H-01200 (tabl. 13.1.).

Zabiegi wyżarzania

Przez wyżarzanie rozumiemy zabiegi, które prowadzą w mniejszym lub większym stopniu do stanu równowagi termodynamicznej w obrabianym materiale. Wyżarzanie obejmuje najczęściej nagrzewanie do wymaganej temperatury, wygrzewanie i studzenie.

Zabiegi hartowania

Hartowaniem przyjęto nazywać zabieg cieplny polegający na austenitzowaniu i następnym oziębieniu przedmiotu z szybkością umożliwiającą uzyskanie struktury martenzytycznej lub bainitycznej. W przeciwieństwie do wyżarzania hartowanie zwłaszcza martenzytyczne prowadzi do powstania struktury metastabilnej. Celem hartowania

jest znaczne zwiększenie wytrzymałości i twardości wyrobu.

Zabiegi odpuszczania

Odpuszczanie polega na nagrzewaniu uprzednio zahartowanego przedmiotu do temperatury leżącej poniżej A_1 , co prowadzi do usunięcia naprężeń oraz przemian wywołujących zmniejszenie twardości i wzrost plastyczności stali. Połączenie zabiegu hartowania i wysokiego lub średniego odpuszczania nazywamy ulepszeniem cieplnym.

Zabiegi przesycań i starzenia

Mogą być stosowane w stopach, w których obserwujemy zmniejszanie rozpuszczalności jednego ze składników w stanie stałym z obniżaniem temperatury. Przesycań ma na celu uzyskanie przesyconego roztworu stałego. Starzenie prowadzi do wydzielenia dyspersyjnych cząstek. Efektem jest wzrost twardości i wytrzymałości stopu oraz obniżenie plastyczności. Połączenie obu zabiegów nazywamy utwardzaniem wydzieleniowym.

13.3. Podstawowe przemiany zachodzące w stalach

Podstawą obróbki cieplnej stopów są przemiany fazowe. Można je podzielić na dwie podstawowe grupy: dyfuzyjne i bezdyfuzyjne. W przemianach dyfuzyjnych konieczna jest dyfuzja, a więc istotną rolę odgrywa w nich oprócz temperatury, czas. Zachodzą one przez zarodkowanie i wzrost zarodków. W przemianach bezdyfuzyjnych dyfuzja nie odgrywa żadnej roli i dlatego mogą one zachodzić z bardzo dużymi prędkościami. Przemiany bezdyfuzyjne są nazywane również martenzytycznymi. W stalach można wywołać przemianę martenzytyczną przez chłodzenie austenitu z odpowiednią prędkością.

W przemianach fazowych zachodzących w stalach biorą udział następujące podstawowe składniki strukturalne: austenit – γ , ferryt – α , cementyt – Fe_3C , perlit – ($\alpha + \text{Fe}_3\text{C}$) i martenzyt – M. W rzeczywistości zachodzą następujące cztery przemiany:

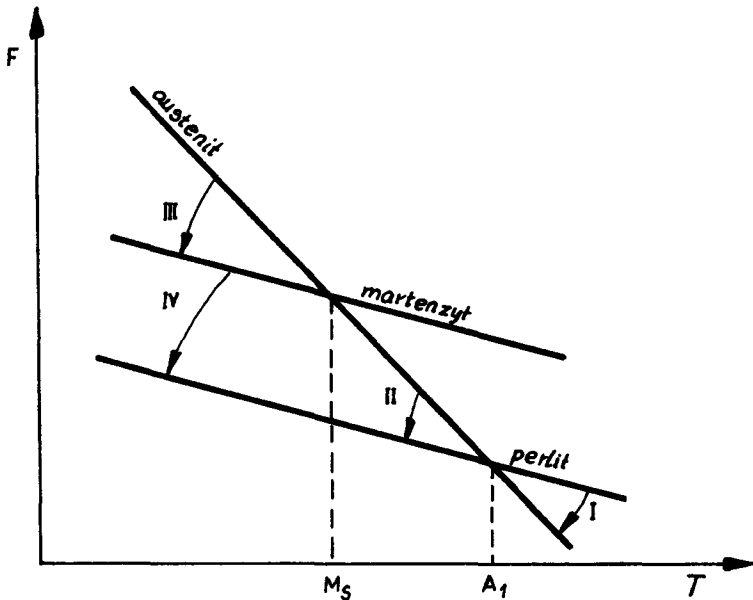
I; II $\alpha + \text{Fe}_3\text{C} \rightleftharpoons \gamma$ – przemiana perlitu w austenit i odwrotna,

III $\gamma \rightarrow \text{M}$ – przemiana austenitu w martenzyt (nieodwracalna),

IV $\text{M} \rightarrow \alpha + \text{Fe}_3\text{C}$ – przemiana martenzytu w ferryt i cementyt (nieodwracalna).

Wszystkie te przemiany zachodzą dzięki dążeniu układu do obniżenia energii swobodnej (rys. 13.2.). Bezpośrednia przemiana martenzytu w austenit nie zachodzi, gdyż martenzyt już w temperaturach poniżej A_1 ulega rozkładowi na ferryt i cementyt a przemiana perlitu w martenzyt jest niemożliwa, gdyż jak wynika z rys. 13.2., martenzyt ma większą energię swobodną od perlitu w całym zakresie temperatur. Przemiana bainityczna nie została zaliczona do przemian głównych, gdyż można ją traktować jako pośrednią (perlityczno-martenzytyczną).

Istotnych informacji o kinetyce przemian fazowych przechłodzonego austenitu w warunkach izotermicznych dostarczają wykresy CTPi (czas – temperatura – przemiana



Rys. 13.2. Zmiana energii swobodnej austenitu, martenzytu i perlitu w funkcji temperatury (schemat)

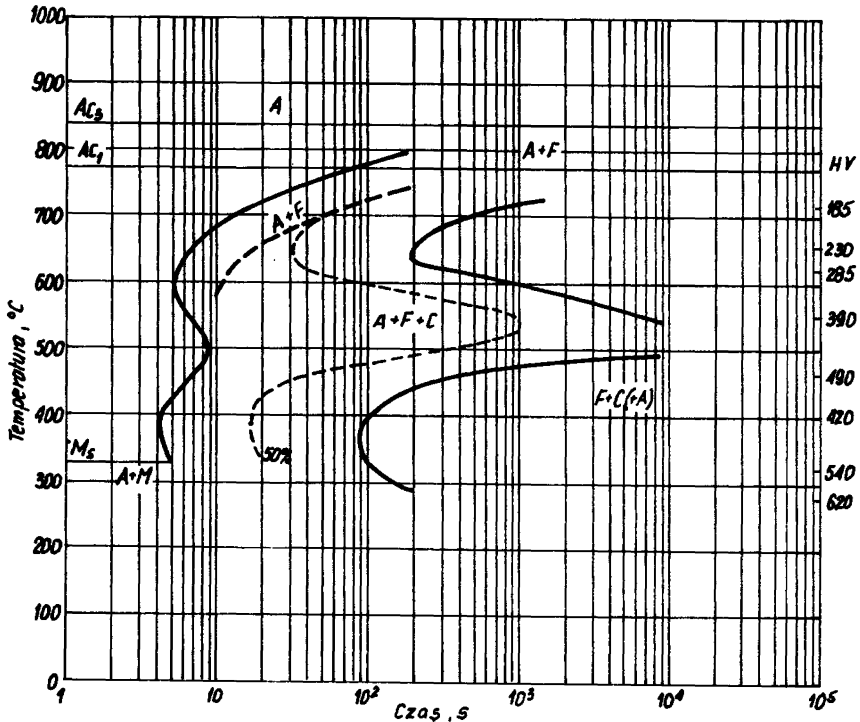
izotermiczna); natomiast w warunkach chłodzenia ciągłego przy różnych szybkościach – wykresy CTPc. Na wykresach izotermicznych CTPi (rys. 13.3.) podawane są linie początku i końca przemiany austenitu w poszczególne rodzaje struktur w zależności od stałej temperatury przemiany. Czas rozpoczęcia i zakończenia przemiany odczytuje się przez rzutowanie na logarytmiczną skalę czasu punktów przecięcia odpowiedniej prostej poziomej z krzywymi początku i końca przemiany. Często podawane są również twardości struktur odpowiadających danej temperaturze przemiany. Wykresy CTPc (rys. 13.4.) różnią się od izotermicznych zmienionym kształtem i położeniem obszarów współistnienia austenitu z poszczególnymi rodzajami struktur oraz naniesieniem krzywych przedstawiających różne szybkości chłodzenia ciągłego. Temperatury początku i końca przemiany i odpowiadające im czasy odczytuje się przez rzutowanie punktów przecięcia krzywych szybkości chłodzenia z granicami obszarów przemian. Jeżeli krzywa szybkości chłodzenia przecina obszary różnych struktur, oznacza to, że w wyniku przemiany powstaje kilka struktur, których udział procentowy może być również podany na wykresie.

Wykresy CTPi stanowią podstawę do ustalania:

- temperatury i czasu wyżarzania izotermicznego,
- temperatury kąpeli chłodzącej i czasu chłodzenia przy hartowaniu z przemianą izotermiczną,
- temperatury i czasu chłodzenia w kąpeli gorącej przy hartowaniu stopniowym.

Z wykresów CTPc korzysta się przy ustalaniu:

Zawartość składników, %							Warunki austenitizowania		Wielkość ziarna nr
C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	temperatura °C	czas min	
0,32	0,98	1,30	0,034	0,005	1,20	0,18	900	15	8



Rys. 13.3. Wykres CTPi dla stali 35HGS

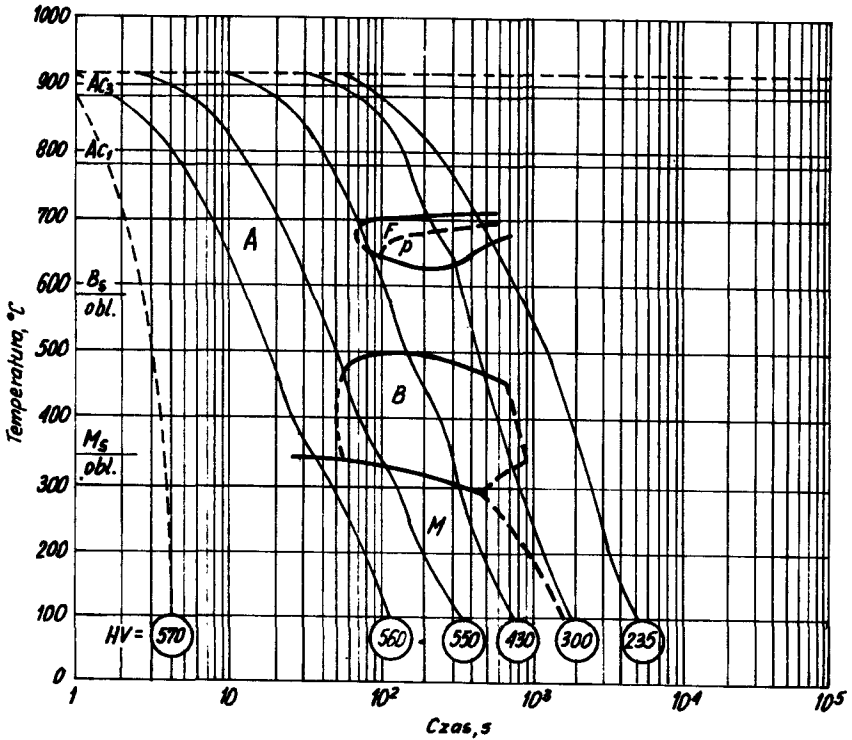
- szybkości chłodzenia i końcowej temperatury regulowanego chłodzenia przy wyżarzaniu zupełnym na założoną twardość,
- struktury i twardości po normalizowaniu w funkcji wielkości przekroju (szybkości chłodzenia),
- zależności struktury i twardości od szybkości chłodzenia podczas hartowania zwykłego.

13.4. Hartowanie stali

13.4.1. Dobór temperatury i czasu grzania

Temperatura, do której nagrzewamy stal przed hartowaniem, czyli tzw. temperatura

Zawartość składników, %						Warunki austenitzowania	
C	Mn	Si	P	S	Cr	temperatura °C	czas min
0,34	0,94	1,21	0,022	0,014	1,14	920	20



Rys. 13.4. Wykres CTPc dla stali 35HGS

austenitzowania powinna zapewnić przejście struktur wyjściowych w austenit, nie może jednak być zbyt wysoka aby nie nastąpił rozrost ziarna austenitu. Optymalna temperatura hartowania stali podutektoidalnych jest zwykle wyższa o 30–50^o C od temperatury Ac₃, a stali eutektoidalnych i nadeutektoidalnych – wyższa o 30–50^o C od Ac₁. W zależności od rodzaju i zawartości pierwiastków stopowych, wymiarów i kształtów części, rodzaju ośrodka chłodzącego a także od wymaganych własności po hartowaniu – prawidłowa temperatura austenitzowania może znacznie odbiegać od wyżej podanych zaleceń. W praktyce posługujemy się normami lub kartami materiałowymi, w których zwykle są podane zalecane temperatury obróbki cieplnej dla poszczególnych gatunków stali.

Dla stali węglowych i niskostopowych temperaturę hartowania możemy określić bezpośrednio z wykresu Fe-Fe₃C. Pewna trudność polega na tym, że na ogół rzadko spotyka się wykresy Fe-Fe₃C z dokładnie wyznaczonym przebiegiem temperatury Ac₃ (linia GOS). Znając trzy punkty linii GOS, łączy się je odcinkami prostymi, wykreślając jej przybliżony przebieg. Na rysunku 13.5. przedstawiono przybliżony przebieg linii GOS i porównano ją z wyznaczonymi eksperymentalnie punktami początku wydzielania się ferrytu.

Drugi parametr, jakim jest czas grzania (tj. czas nagrzewania i wygrzewania), jest również bardzo istotny, gdyż procesy zachodzące w czasie grzania mają charakter dyfuzyjny, a efekt dyfuzji jest proporcjonalny do $\sqrt{D\tau}$, gdzie D – współczynnik dyfuzji (zależy wykładniczo od temperatury), τ – czas. Zbyt krótki okres grzania może być niewystarczający do zajścia przemiany, zbyt długi może doprowadzić do rozrostu ziarna lub nadmiernej koagulacji faz.

Przy wyznaczaniu czasu nagrzewania τ_n i wygrzewania τ_w można postąpić się równaniami na szybkość rozchodzenia się ciepła, które jednak nie uwzględniają wielu czynników dodatkowych i uzyskane wyniki są mało dokładne. W warunkach przemysłowych stosowane są różnego rodzaju wzory doświadczalne. Według Gulajewa czas nagrzewania stali węglowych w przedziale temperatur hartowania 800–900° C można obliczyć następująco:

$$\tau_n = 0,1 \cdot D_1 \cdot K_1 \cdot K_2 \cdot K_3 \quad [\text{min}] \quad (13.1.)$$

gdzie:

D_1 – wymiar charakterystyczny (w mm), będący najmniejszym wymiarem największego przekroju,

K_1 – współczynnik środowiska nagrzewającego (dla gazu 2, dla stopionej soli 1, dla stopionego metalu 0,5),

K_2 – współczynnik kształtu przedmiotu (kula –1, walec –2, prostopadłościan – 2,5, płyta – 4),

K_3 – współczynnik równomierności nagrzewania (przy nagrzewaniu ze wszystkich stron – 1, z trzech stron – 1,5, z jednej strony – 4).

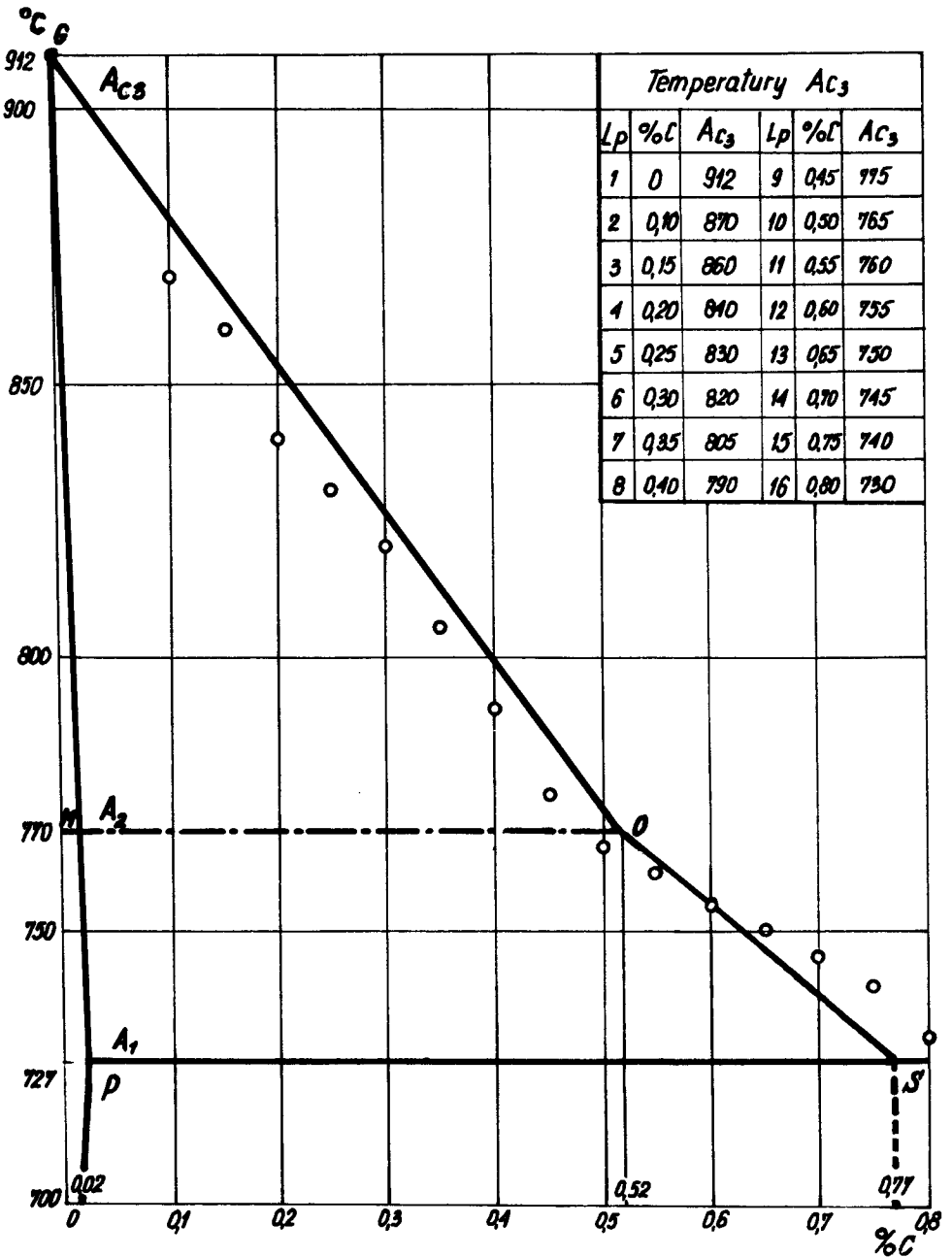
Podany sposób obliczania jest przybliżony, gdyż w rzeczywistości na szybkość nagrzewania wpływa także temperatura pieca, wielkość ładunku, charakterystyka cieplna pieca, sposób ułożenia, stan powierzchni itp.

Czas wygrzewania τ_w przyjmuje się jako 20 do 30% czasu nagrzewania, przy czym dla przedmiotów o małych wymiarach należy przyjmować współczynniki większe.

Całkowity czas wytrzymania elementów w piecu do hartowania wynosi:

$$\tau_g = \tau_n + \tau_w = (1,2 - 1,3) \tau_n \quad [\text{min}] \quad (13.2.)$$

W warunkach laboratoryjnych wystarczy przyjąć 1,5 do 2 minut czasu grzania na 1 mm średnicy lub grubości przekroju.



Rys. 13.5. Porównanie rzeczywistych temperatur A_{c3} dla różnych zawartości węgla z przebiegiem krzywej GOS wyznaczonej metodą uproszczoną. Współrzędne punktów G, O, S wg najnowszej wersji układu żelazo-cementyt (J. Chipman – 1972 r.)

13.4.2. Ośrodki chłodzące

Ponieważ struktura stali zależy od zastosowanej szybkości chłodzenia (rys. 13.4.), dobór odpowiedniego ośrodka chłodzącego ma decydujący wpływ na wynik hartowania. Jest to istotne tym bardziej, że krytyczne prędkości chłodzenia różnych stali zmieniają się w szerokich granicach w zależności od ich składu chemicznego, wielkości ziarna i jednorodności austenitu. Jeżeli dysponuje się wykresem CTPc dla określonego gatunku stali, można obliczyć krytyczną prędkość chłodzenia V_k w zakresie od temperatury Ar_1 do temperatury T_m , tj. najmniejszej trwałości austenitu. Przy jej obliczaniu postępujemy się zależnością:

$$V_k = \frac{Ar_1 - T_m}{\tau_m} \quad (13.3.)$$

gdzie: τ_m – czas trwałości przechłodzonego austenitu.

Przy korzystaniu z wykresu CTPi wyznaczoną wartość V_k jest około 1,5 razy mniejsza.

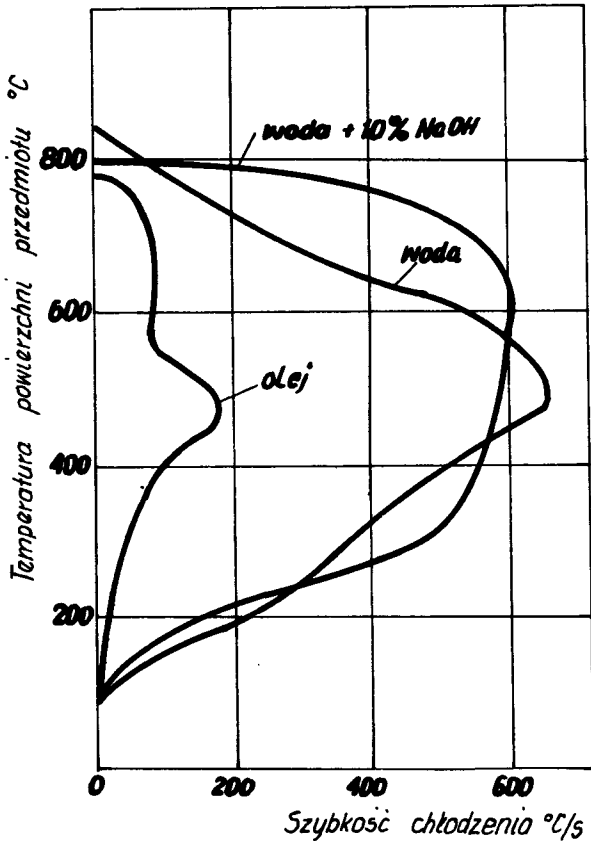
Racjonalne hartowanie polega więc na doborze dla określonego gatunku stali takiej prędkości chłodzenia, aby uniknąć dyfuzyjnej przemiany austenitu, ale jednocześnie nie wywołać dużych naprężeń spowodowanych zbyt szybkim odprowadzeniem ciepła. Dla większości stali konstrukcyjnych najbardziej istotna jest szybkość chłodzenia w zakresie temperatur 700–450^o C, gdyż ona decyduje przede wszystkim o uniknięciu przemian dyfuzyjnych. Z kolei w zakresie przemiany martenzytycznej szybkość chłodzenia powinna być mała, aby uniknąć nakładania się naprężeń strukturalnych i cieplnych. Każdy ośrodek chłodzący wykazuje zmianę intensywności chłodzenia z temperaturą. Jak wynika z rysunku 13.6., najenergiczniejszym ośrodkiem chłodzącym jest woda, którą stosuje się przy hartowaniu stali węglowych. Szybkość chłodzenia można jeszcze regulować temperaturą ośrodka. Ze wzrostem temperatury intensywność chłodzenia maleje, natomiast wprowadzenie NaCl lub NaOH do wody zwiększa intensywność chłodzenia.

Olej cechuje znacznie mniejsza intensywność chłodzenia (rys. 13.6.) i dlatego stosowany jest do hartowania stali konstrukcyjnych stopowych oraz stopowych-narzędziowych. Szybkość chłodzenia w oleju zależy również od jego temperatury i gęstości.

Najniższą intensywność chłodzenia ma spokojne powietrze (kilka ^o C/s), można ją jednak zwiększyć do około 35^o C/s, stosując nadmuch sprężonym powietrzem. Względny ruch cieczy również przyspiesza odprowadzanie ciepła, gdyż powoduje rozerwanie powłoki parowej. Jako ośrodki chłodzące są stosowane również stopione sole (przy hartowaniu izotermicznym) i kąpiele metalowe (przy patentowaniu drutu).

13.4.3. Sposoby hartowania

Hartowanie zwykłe – przeprowadza się przez ciągłe oziębienie austenitzowanej stali w ośrodku o temperaturze niższej od M_s , aż do wyrównania temperatur przedmiotu



Rys. 13.6. Zależność szybkości chłodzenia różnych ośrodków od temperatury przedmiotu

zazwyczaj na powietrzu, dzięki czemu zanikają naprężenia cieplne.

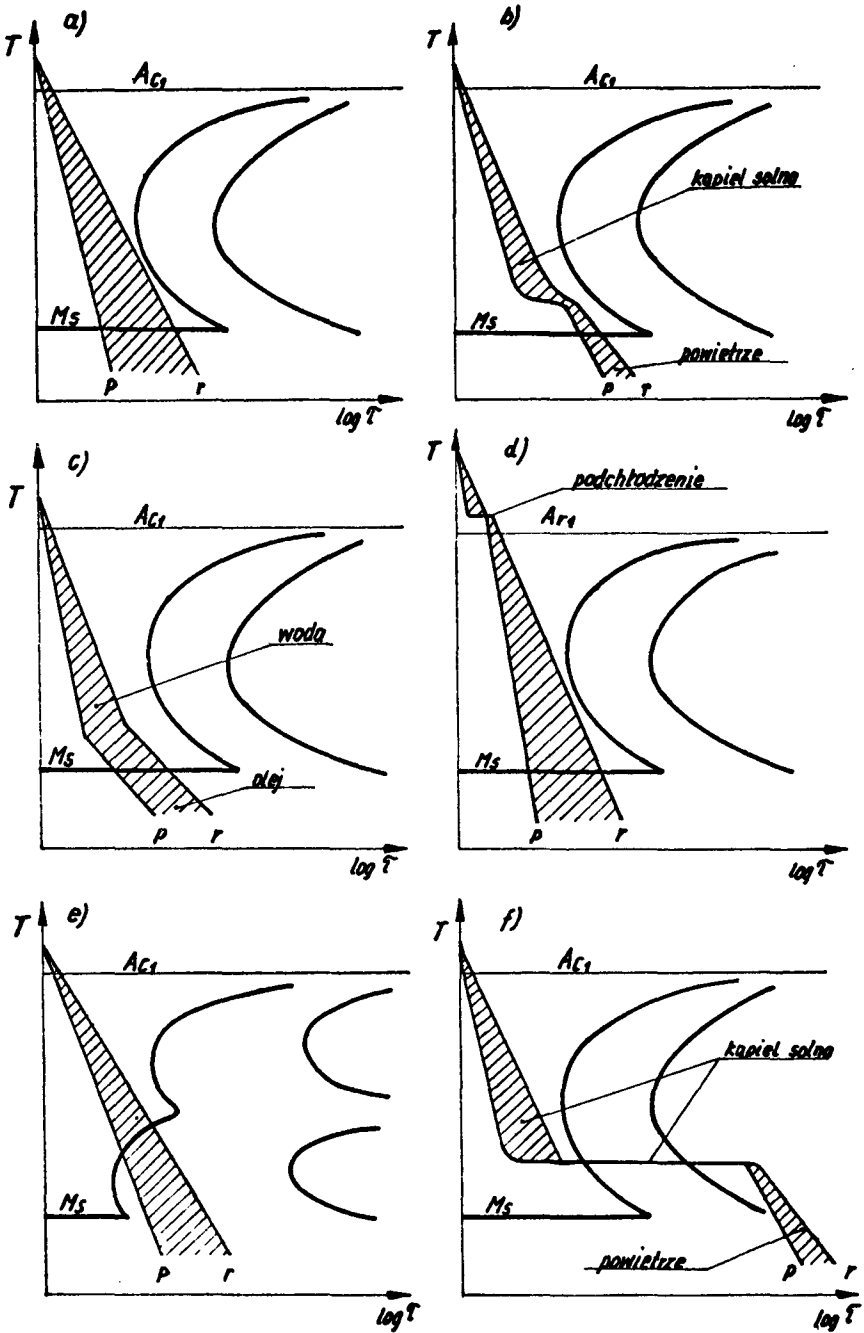
Hartowanie przerywane – stosuje się dwa ośrodki chłodzące (rys. 13.7.c.): najpierw wodę, która daje dużą szybkość chłodzenia do temperatur około 450^o C i pozwala na uniknięcie przemian perlitycznych, a następnie olej, który znacznie zmniejsza intensywność odprowadzania ciepła w zakresie temperatur M_s i tym samym redukuje naprężenia, obniżając skłonność do pęknięcia i krzywienia się elementów.

Hartowanie z podchłodzeniem – przed właściwym hartowaniem stosuje się podchłodzenie do temperatury nieco wyższej od A_{r1} , co powoduje obniżenie naprężeń cieplnych (rys. 13.7d.). Zwykle martenzyt będzie gruboigłasty ale bez pęknięć.

Hartowanie bainityczne zwykłe – stosujemy oziębianie ciągłe w ośrodku o właściwościach chłodzących zapewniających uzyskanie struktury składającej się głównie z bainitu (rys. 13.7e.).

hartowanego i kąpeli (rys. 13.7a.). Przy odpowiednio dobranym ośrodku chłodzącym uzyskuje się wtedy strukturę martenzytyczną. W materiale występują jednak naprężenia wewnętrzne, spowodowane przemianą austenitu w martenzyt, niejednoczesną na powierzchni i w rdzeniu przedmiotu.

Hartowanie stopniowe – przedmiot po austenitowaniu chłodzi się w kąpeli, której temperatura jest nieco wyższa od M_s i wytrzymuje przez okres czasu konieczny do wyrównania temperatur na całym przekroju (rys. 13.7b.). Czas ten powinien być jednak niezbyt długi, aby nie započatkować przemiany bainitycznej. Chłodzenie po wytrzymaniu izotermicznym może być bardzo wolne,



Rys. 13.7. Sposoby hartowania stali: a/ hartowanie zwykłe martenzytyczne, b/ hartowanie stopniowe martenzytyczne, c/ hartowania martenzytyczne przerywane, d/ hartowanie martenzytyczne z podchłodzeniem, e/ hartowanie bainityczne zwykłe, f/ hartowanie bainityczne izotermiczne

Stosuje się przede wszystkim do niektórych stali stopowych, w których przemiana bainityczna zachodzi łatwiej niż perlityczna.

Hartowanie bainityczne izotermiczne – przeprowadza się podobnie jak hartowanie stopniowe, to znaczy po austenitowaniu ochładza się w kąpeli o temperaturze wyższej od M_s , ale wytrzymuje się przez okres czasu konieczny do zajścia przemiany bainitycznej (rys. 13.7.f.).

Oprócz omówionych sposobów hartowania, różniących się głównie sposobem oziębiania, rozróżnia się hartowanie objętościowe, w którym austenitowanie obejmuje całą objętość przedmiotu oraz hartowanie powierzchniowe z szybkim nagrzewaniem tylko wierzchniej warstwy materiału.

13.5. Odpuszczanie stali

Odpuszczanie polega na nagrzewaniu uprzednio zahartowanej stali do temperatur poniżej A_1 i wytrzymaniu przy określonej temperaturze przez czas konieczny do zajścia przemiany. Najistotniejszą przemianą zachodzącą w zahartowanej stali jest rozkład martenzytu w mieszaninę faz złożoną z ferrytu i węglików. Mieszanina taka ma niższą energię swobodną (patrz rys. 13.2.) niż martenzyt, co jest siłą napędową przemiany. Podczas nagrzewania zahartowanej stali obserwuje się również inne procesy, które mają istotny wpływ na własności stali, jak: rozkład austenitu szczątkowego, przemianę węgla ϵ w cementyt i koagulację cementytu. Intensywność tych procesów zależy od temperatury i w mniejszym stopniu od czasu odpuszczania.

Wykorzystując fakt, że martenzyt jest strukturą metastabilną, można w dość szerokich granicach zmieniać własności zahartowanej stali. W praktyce przemysłowej rozróżnia się trzy rodzaje odpuszczania (PN–76/H–01200):

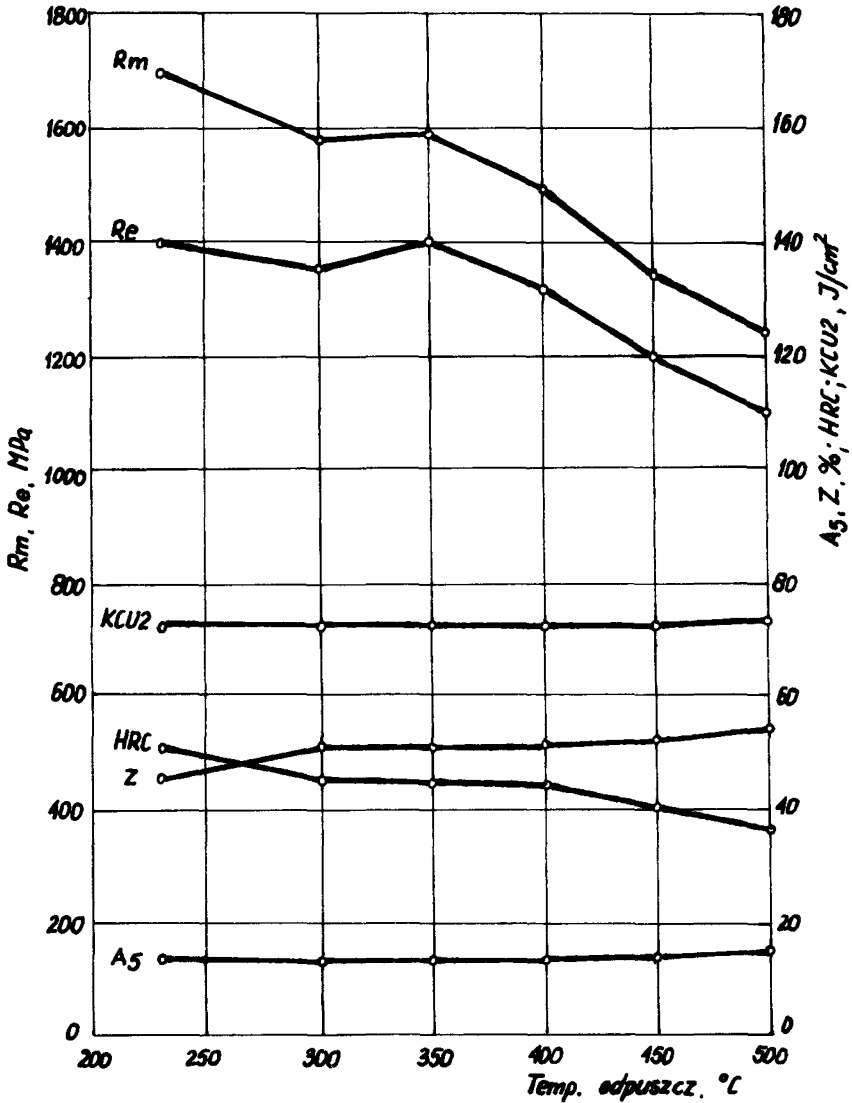
- niskie 150 – 250^o C,
- średnie 250 – 500^o C,
- wysokie 500 – A_1 .

Jako czas odpuszczania przyjmuje się najczęściej 1–2 h, gdyż taki okres czasu powoduje dostateczną stabilizację własności obrabianej stali.

Odpuszczaniu niskiemu poddaje się głównie narzędzia, które powinna cechować wysoka twardość i odporność na ścieranie. Takie odpuszczanie nie obniża twardości ale odpręża materiał i zmniejsza jego skłonność do pękania.

Odpuszczanie średnie jest stosowane w celu nadania obrabianym elementom wysokiej granicy sprężystości przy równoczesnym polepszeniu ich własności plastycznych. Takie własności powinny posiadać sprężyny i resory. Po średnim odpuszczaniu otrzymuje się strukturę odpuszczonego martenzytu o twardości około 450 HB.

Po odpuszczaniu wysokim własności wytrzymałościowe takie jak: R_m , R_e , HB wyraźnie maleją, a plastyczne A_5 i Z wzrastają (rys. 13.8.). Wiąże się to z istotnymi zmia-



Rys. 13.8. Wpływ temperatury odpuszczania na własności mechaniczne stali 35HGS

nami jakie zachodzą w mikrostrukturze stali. W tym zakresie temperatur powstaje bowiem sorbit, który jest mieszaniną złożoną z ferrytu i bardzo drobnych kulistych wydzieliń cementytu. Ze wzrostem temperatury lub czasu następuje koagulacja cementytu. Wysokie odpuszczanie jest zalecane dla elementów maszyn wykonanych ze stali konstrukcyjnych, węglowych i stopowych, gdyż po takiej obróbce uzyskuje się optymalną kombinację własności wytrzymałościowych i plastycznych, to jest stosunkowo dużą udarność i wydłużenie przy maksymalnym stosunku Re/Rm .

Widoczny wpływ na strukturę i własności stali wywiera również czas odpuszczania. Równoważność temperatury i czasu uwzględnia tak zwany parametr Hollomona i Jaffe-go:

$$M = T (C + \log \tau) \quad (13.4.)$$

gdzie:

- T – temperatura odpuszczania w K
- C – stała (dla stali o zawartości 0,15–0,45% C wynosi 19,5)
- τ – czas odpuszczania w godzinach.

Twardość stali po odpuszczaniu jest identyczna jeśli temperatura i czas zmieniają się w taki sposób aby $M = \text{const}$. Ze wzoru (13.4.) wynika, że temperatura odgrywa znacznie większą rolę niż czas, który występuje w logarytmie (np. 100-krotne zwiększenie czasu odpuszczania odgrywa taką samą rolę jak wzrost temperatury o 10% w K).

Przy ustalaniu temperatury odpuszczania należy pamiętać o zjawisku kruchości odpuszczania, które objawia się spadkiem udarności w stopniu zależnym od gatunku stali, jej czystości oraz temperatury i czasu odpuszczania. Rozróżnia się dwa zasadnicze rodzaje kruchości:

- kruchość I rodzaju (nieodwracalną) powstającą po odpuszczaniu w zakresie 250–400° C,
- kruchość II rodzaju (odwracalną) powstającą po odpuszczaniu w zakresie 500–650° C.

Kruchość odpuszczania pierwszego rodzaju występuje prawie we wszystkich gatunkach stali węglowych i stopowych, z wyjątkiem stali z podwyższoną zawartością krzemu. Objawia się ona zmniejszeniem udarności stali odpuszczanych w zakresie temperatur około 300° C niezależnie od szybkości ich chłodzenia. Ponieważ nie można jej usunąć przez ponowne odpuszczanie, określa się ją jako nieodwracalną. Zjawisko to wiąże się z przemianą austenitu szczytkowego lub nierównomiernym odpuszczaniem martenzytu, który najszybciej rozkłada się na granicach ziarn byłego austenitu.

Na drugi rodzaj kruchości odpuszczania wrażliwe są tylko niektóre gatunki stali konstrukcyjnych stopowych, a w szczególności stale Cr, Mn, Cr-Mn, Cr-Ni i Cr-V. Zjawisko to występuje po odpuszczaniu stali powyżej 500° C i powolnym chłodzeniu lub długotrwałym wytrzymaniu w krytycznym zakresie temperatur. Kruchości odpuszczania drugiego rodzaju można zapobiec przez szybkie ochłodzenie stali po odpuszczaniu (w oleju) lub przez stosowanie stali z dodatkiem około 0,3% Mo. Uważa się, że przyczyną kruchości tego rodzaju jest segregacja fosforu do granic ziarn, które zostają zubożone w pierwiastki stopowe (Mn, Cr) wskutek utworzenia się węglików podczas odpuszczania. Skupienie fosforu na granicach ziarn wywołuje kruchość stali.

13.6. Obróbka podzerowa

Obróbka podzerowa, zwana również wymrażaniem, ma na celu spowodowanie ma-

ksymalnego rozkładu austenitu pozostałego po hartowaniu. Osiąga się to w wyniku schładzania stali poniżej temperatury M_f , która dla stali o zawartości około 0,7% C znajduje się w pobliżu 0°C . Zmniejszenie ilości nie przemienionego austenitu w zahartowanej stali prowadzi z jednej strony do zwiększenia twardości, a z drugiej do stabilizacji wymiarów, co ma duże znaczenie zwłaszcza przy narzędziach pomiarowych. Do wymrażania stosuje się zwykle stały CO_2 , który daje temperaturę minus 80°C . Zabieg wymrażania należy przeprowadzać bezpośrednio po zahartowaniu (rys. 13.1.), gdyż dłuższe przetrzymywanie przy temperaturze pokojowej powoduje stabilizację austenitu.

13.7. Przebieg ćwiczenia

13.7.1. Hartowanie zwykłe, stopniowe i izotermiczne stali

A. Cel ćwiczenia

Zapoznanie się z istotą przemian strukturalnych zachodzących podczas różnych rodzajów hartowania stali oraz przyswojenie zasad racjonalnego doboru ośrodków chłodzących.

B. Materiały i urządzenia do badań

Przedmiotem badań są próbki stalowe o wymiarach $\phi 30 \times 8$ mm wykonane ze stali w gat. 30G2, 20H2M, 30HM, 40H, 40HM, 45H, 45G2, 40HNM, 37HGNM lub inne według wskazań prowadzącego. Każda próbka winna posiadać otwór $\phi 2-3$ mm umożliwiający zamocowanie. Próbki do badań w ilości 3 szt. wręcza prowadzący ćwiczenia. W przypadku stwierdzenia na powierzchni próbek śladów korozji lub zanieczyszczeń należy je usunąć przy użyciu papieru ściernego.

Do wykonania ćwiczenia niezbędne są następujące urządzenia i materiały pomocnicze:

- piec elektryczny tyglowy lub muflowy do austenitizowania próbek,
- piec elektryczny tyglowy z kąpielą saletrzaną (50% azotanu sodu + 50% azotanu potasu),
- twardościomierz Brinella i Rockwella,
- wanna z wodą, wentylator,
- okulary ochronne, rękawice azbestowe,
- elektrograf, papiery ściernie, drut do mocowania próbek,
- karty materiałowe lub normy, odbitki wykresów CTPi dla badanych gatunków stali:

Uwaga: W celu skrócenia czasu trwania ćwiczeń piec do austenitizowania próbek będzie nagrzany do temperatury około 860°C , a piec z kąpielą solną do temperatury około 340°C .

C. Przebieg ćwiczenia

Po sprawdzeniu przez prowadzącego ćwiczenia stopnia opanowania materiału teoretycznego i znajomości instrukcji bhp oraz dopuszczeniu do wykonywania ćwiczenia, należy wykonać następujące czynności:

1. W oparciu o wykres Fe-Fe₃C określić temperaturę austenitzowania badanych próbek. Porównać otrzymaną temperaturę z temperaturą hartowania odczytaną z kart materiałowych lub norm, przeanalizować ewentualne różnice. Wymaganą temperaturą hartowania ustawić na regulatorze temperatury pieca.
2. Dobrać czas grzania próbek w zależności od wielkości przekroju.
3. Ustalić temperaturę kąpeli solnej do hartowania izotermicznego. Jednocześnie określić czas wytrzymania próbek w kąpeli solnej podczas hartowania stopniowego i izotermicznego. Wymaganą temperaturę kąpeli solnej ustawić na regulatorze temperatury.

Uwaga: Maksymalna temperatura pracy kąpeli solnej (saetrzanej) wynosi 450° C, przekroczenie tej temperatury grozi wybuchem.

4. Z badać twardość próbek przed hartowaniem.
5. Umocować próbki na drutach (oddzielnie), tak aby po nagraniu w piecu można było je łatwo wyjąć. Znakowanie próbek:
a/ próbka Nr 1 do hartowania zwykłego,
b/ próbka Nr 2 do hartowania stopniowego,
c/ próbka Nr 3 do hartowania izotermicznego.
6. Nagrząć próbki w piecu do hartowania i następnie chłodzić.
a/ próbkę Nr 1 wyjąć z pieca i zahartować w wodzie. Podczas oziębiania poruszać próbkę ruchem wahadłowym,
b/ próbkę Nr 2 przenieść jak najszybciej do kąpeli solnej, wytrzymać przez wymagany okres czasu (najczęściej 10–15 s), a następnie studzić w strumieniu powietrza z wentylatora,
c/ próbkę Nr 3 przenieść jak najszybciej do kąpeli solnej, wytrzymać przez okres czasu konieczny do zajścia przemiany bainitycznej (najczęściej 10–15 min.), a następnie studzić w strumieniu powietrza z wentylatora.
7. Po całkowitym ochłodzeniu szlifować dwie przeciwległe powierzchnie próbek na papierach ściernych. Probki oznaczyć kolejnymi numerami za pomocą elektrografu.
8. Z badać twardość próbek po hartowaniu.
9. Na otrzymanym wykresie CTPi nanieść krzywe chłodzenia dla poszczególnych rodzajów hartowania oraz podać nazwy otrzymanych struktur.

D. Opracowanie wyników i sprawozdania

Sprawozdanie z badań winno zawierać następujące punkty:

1. Cel badań, przedmiot badań, spis literatury pomocniczej,

2. Uzasadnienie doboru temperatury hartowania i temperatury kąpeli solnej.
3. Dobór czasu grzania oraz czasu wytrzymania w kąpeli solnej podczas hartowania stopniowego i izotermicznego.
4. Krótki opis przebiegu ćwiczenia.
5. Wykreślne przedstawienie w układzie temperatura – czas przeprowadzonych zabiegów cieplnych.
6. Wykres CTPi z naniesionymi krzywymi chłodzenia dla poszczególnych rodzajów hartowania.
7. Tabełaryczne zestawienie wyników pomiarów twardości (HB, HRC lub HV) próbek z podaniem nazwy otrzymanych struktur.
8. Wnioski odnośnie wpływu warunków chłodzenia na strukturę i własności stali.

13.7.2. Hartowanie i odpuszczanie stali

A. Cel ćwiczenia

Zapoznanie się ze zmianami struktury i własności mechanicznych podczas hartowania i odpuszczania stali.

B. Materiały i urządzenia do badań

Przedmiotem badań są próbki stalowe o wymiarach \varnothing 30 x 8 mm wykonane ze stali w gat. 45, 55, 30H, 40H, 20H2M, 30HGS, 35HM, 36HNM, 50S2, WCL, WNL. Próbki do badań w ilości 4 sztuk wręcza prowadzący. Do wykonania ćwiczenia niezbędne są następujące urządzenia i materiały pomocnicze:

- piec elektryczny mufłowy do hartowania i 2 piece do odpuszczania (piece winny być nagrzane wstępnie przed ćwiczeniami),
- twardościomierz Brinella i Rockwella,
- wanny z wodą i olejem,
- rękawice azbestowe, kleszcze kowalskie,
- elektrograf, papiery ściernie,
- karty materiałowe lub normy, odbitki wykresów CTPc dla badanych gatunków stali.

C. Przebieg badań

Po sprawdzeniu przez prowadzącego stopnia opanowania materiału teoretycznego i znajomości instrukcji bhp oraz dopuszczeniu do wykonywania ćwiczenia, należy wykonać następujące czynności:

1. Określić temperaturę hartowania badanych próbek w oparciu o wykres Fe-Fe₃C i porównać z temperaturą zalecaną w kartach materiałowych lub normach, przeanalizować ewentualne różnice. Podgrzać piec do wymaganej temperatury hartowania.
2. Dobrać czas grzania próbek w zależności od wielkości przekroju.
3. Z badać twardość próbek przed hartowaniem.

4. Nagrząć próbki w piecu do hartowania. Następnie jedną z nich oziębiać w wodzie, dwie w oleju a jedną studzić na powietrzu.
5. Zbadać twardość próbek po hartowaniu.
6. Jedną z próbek zahartowanych w oleju odpuścić w temperaturze 200^o C, a drugą w temperaturze 600^o C. Czas grzania 1 h.
7. Zbadać twardość próbek po odpuszczaniu.
8. Na otrzymanym wykresie CTPc nanieść krzywe prędkości chłodzenia dla zastosowanych ośrodków chłodzących oraz podać nazwy otrzymanych struktur.

D. Opracowanie wyników i sprawozdania

Sprawozdanie z badań winno zawierać następujące punkty:

1. Cel badań, przedmiot badań, spis literatury pomocniczej.
2. Uzasadnienie doboru temperatury hartowania oraz czasu grzania.
3. Krótki opis przebiegu ćwiczenia.
4. Wykreślne przedstawienie w układzie temperatura–czas przeprowadzonych zabiegów cieplnych.
5. Wykres CTPc z naniesionymi krzywymi prędkości chłodzenia dla poszczególnych ośrodków chłodzących.
6. Tabela zestawienie wyników pomiarów twardości (HB, HRC lub HV) wszystkich próbek z podaniem nazwy otrzymanych struktur.
7. Wykres zmian twardości badanej stali w funkcji temperatury odpuszczania.
8. Wnioski odnośnie wpływu obróbki cieplnej na strukturę i własności stali.

13.7.3. Hartowanie stali szybkoctnących

A. Cel ćwiczenia

Zapoznanie się z istotą przemian strukturalnych zachodzących podczas obróbki cieplnej stali szybkoctnących.

B. Materiały i urządzenia do badań

Przedmiotem badań są próbki ze stali szybkoctnących w gat. SK8M, SW12C, SW18, SW7M, SKC o wymiarach ϕ 30 x 8 mm. Próbki do badań w ilości 2 szt. wręcza prowadzący. Do wykonania ćwiczenia niezbędne są następujące urządzenia i materiały pomocnicze:

- piec elektryczny muflowy do podgrzewania próbek (nagrzany do temperatury 860^o C),
- piec elektryczny silitowy do dogrzewania próbek (nagrzany do temperatury około 1250^o C),
- piec elektryczny muflowy do odpuszczania (nagrzany do temperatury 600^o C),
- twardościomierz Brinella i Rockwella,
- wanna z olejem, wentylator,

- rękawice azbestowe, kleszcze kowalskie,
- elektrograf, papiery ściernie,
- karty materiałowe lub normy, odbitki wykresów CTPi dla badanych gatunków stali.

C. Przebieg badań

Po sprawdzeniu przez prowadzącego stopnia opanowania materiału teoretycznego i znajomości instrukcji bhp oraz dopuszczeniu do wykonywania ćwiczenia, należy wykonać następujące czynności:

1. W oparciu o karty materiałowe lub normy dobrać temperaturę austenitzowania badanych próbek. Ustawić wymaganą temperaturę hartowania na regulatorze temperatury pieca silitowego.
2. Zbadać twardość próbek przed hartowaniem.
3. Podgrzać próbki w piecu muflowym do temperatury 860^o C. Czas grzania dobrać w zależności od wielkości przekroju.
4. Przenieść jak najszybciej próbki z pieca mufłowego do pieca silitowego i dogrzać w wymaganej temperaturze w ciągu 1–5 min. Czas dogrzewania uzgodnić z prowadzącym ćwiczenia. Następnie jedną próbkę chłodzić w oleju, a drugą w strumieniu powietrza z wentylatora.

Uwaga: Jeśli czas dogrzewania próbek był różny, to obie próbki należy chłodzić w oleju.

5. Zbadać twardość próbek po hartowaniu.
 6. Obie próbki odpuścić w temperaturze 600^o C. Czas grzania 1 h.
 7. Zbadać twardość próbek po odpuszczaniu.
 8. Na wykresie CTPi nanieść krzywe prędkości chłodzenia dla zastosowanych ośrodków chłodzących oraz podać nazwy otrzymanych struktur.
- ### D. Opracowanie wyników i sprawozdania
- Sprawozdanie z badań winno zawierać następujące punkty:
1. Cel badań, przedmiot badań, spis literatury pomocniczej.
 2. Uzasadnienie doboru temperatury hartowania oraz czasu podgrzewania i dogrzewania próbek.
 3. Krótki opis przebiegu ćwiczenia.
 4. Wykres przedstawiający pełny cykl obróbki cieplnej zalecanej dla badanego gatunku stali z zaznaczeniem przeprowadzonych zabiegów cieplnych.
 5. Wykres CTPi z naniesionymi krzywymi prędkości chłodzenia dla zastosowanych ośrodków chłodzących.
 6. Tabelaryczne zestawienie wyników pomiarów twardości (HB, HRC lub HV) próbek z podaniem nazwy otrzymanych struktur.
 7. Wnioski odnośnie wpływu warunków obróbki cieplnej na strukturę i własności stali szybkotnących.

Pytania kontrolne

1. Istota i cel obróbki cieplnej.
2. Podstawowe przemiany zachodzące w stalach.
3. Podział stali według ich przeznaczenia.
4. Klasyfikacja zabiegów obróbki cieplnej stali.
5. Przemiany fazowe przechłodzonego austenitu.
6. Zasady sporządzania wykresów CTPi oraz CTPc.
7. Istota przemiany perlitycznej, bainitycznej i martenzytycznej.
8. Krytyczna prędkość chłodzenia.
9. Przyczyny powstawania austenitu szczątkowego.
10. Dobór temperatury hartowania i czasu grzania.
11. Sposoby hartowania.
12. Własności ośrodków chłodzących.
13. Naprężenia przy hartowaniu.
14. Przemiany zachodzące podczas odpuszczania stali.
15. Kruchość odpuszczania.
16. Wpływ dodatków stopowych na przemiany przechłodzonego austenitu.
17. Twardość wtórna.
18. Rodzaje, skład chemiczny i własności stali szybko tnących.
19. Przemiany zachodzące w stalach szybko tnących podczas podgrzewania, wygrzewania, dogrzewania i studzenia.
20. Przemiany w zahartowanej stali szybko tnącej podczas odpuszczania.

Literatura

1. Praca zbiorowa – Metaloznawstwo. Wyd. Śląsk. Katowice 1979
2. Przybyłowicz K. – Metaloznawstwo, Część II. Wyd. AGH, Kraków 1979
3. Wendorff Z. – Metaloznawstwo. WNT, Warszawa 1976
4. Gulajew A. P. – Metaloznawstwo. Wyd. Śląsk, Katowice 1969
5. Prowans S. – Materiałoznawstwo. PWN, Warszawa-Poznań, 1980
6. Żmihorski E. – Stale narzędziowe i obróbka cieplna narzędzi, WNT, Warszawa 1976
7. Praca zbiorowa pod red. W. Lutego – Poradnik inżyniera – Obróbka cieplna stopów żelaza. WNT, Warszawa 1977
8. Jaśkiewicz W. – Transport masy w procesach technologicznych. Zeszyt 5. Wydawnictwa Uczelniane PL, Lublin 1982
9. Jaśkiewicz W. – Wstęp do ćwiczeń laboratoryjnych z Materiałoznawstwa. Zeszyt 1. Istota twardości. Wydawnictwa Uczelniane PL, Lublin 1982

14. HARTOWANIE POWIERZCHNIOWE

14.1. Wykorzystanie hartowania powierzchniowego do zwiększenia trwałości elementów maszyn i urządzeń

Zmiany własności elementów maszyn w trakcie eksploatacji zależą od struktury i własności materiału, procesu technologicznego wykonania, rozwiązania konstrukcyjnego oraz parametrów procesu eksploatacji. Proces technologiczny wykonania oprócz nadania żądanych kształtów i wymiarów winien konstituować określoną odporność dostosowaną do warunków pracy. Proces technologiczny wykonania charakteryzuje się z zasady podwyższaniem określonych własności mechanicznych, fizykochemicznych i stereometrycznych. Natomiast proces użytkowania maszyn charakteryzuje stałe i najczęściej powolne pogarszanie się użytkowych własności elementów. Po okresie powolnego niszczenia występuje okres przyspieszonego zużycia.

Analiza przyczyn uszkodzeń elementów maszyn w trakcie eksploatacji wskazuje, że przeważająca ich ilość jest spowodowana niewystarczającymi własnościami warstwy wierzchniej. Dobór optymalnych własności warstwy wierzchniej decyduje o końcowej trwałości.

Problematyka zwiększenia trwałości elementów maszyn a zwłaszcza warstwy wierzchniej nabiera coraz większego znaczenia. Jest to związane z tym, że warstwa wierzchnia, jej struktura, własności stereometryczne i wysoka wytrzymałość decydują o trwałości całego elementu. Wysoką wytrzymałość warstwy wierzchniej uzyskuje się podczas hartowania indukcyjnego.

Hartowanie indukcyjne posiada następujące główne zalety techniczne i technologiczne:

- z uwagi na krótki czas operacji powierzchnia elementu utlenia się nieznacznie,
- występuje stosunkowo małe zużycie energii z uwagi na nagrzewanie małej części masy elementu,
- stale średniowęglowe mogą uzyskać podobną odporność na ścieranie do stali stopowych, dla których stosuje się obróbkę cieplno-chemiczną,
- łatwość w uzyskaniu powtarzalności parametrów obróbki co wpływa na wysoką jakość,

- możliwość stosowania urządzeń do hartowania powierzchniowego w gniazdach obrabiarek wydziałów mechanicznych,
- korzystniejsze warunki pracy personelu w stosunku do występujących w wydziałach przy tradycyjnym hartowaniu.

Proces zmian zachodzących podczas nagrzewania indukcyjnego jest złożony. Indukowane w elemencie prądy wirowe podczas grzania indukcyjnego wytwarzają ciepło w stosunkowo cienkiej warstwie. Wytworzone ciepło w wyniku przewodzenia rozprzestrzenia się do głębszych stref elementu.

Działanie ciepła wytworzonego przez prądy wirowe na strukturę stali jest zmniejszane w wyniku endotermicznej reakcji charakterystycznej dla przemian fazowych oraz przemiany magnetycznej. Przechodzeniu stali ze stanu ferromagnetycznego w stan paramagnetyczny towarzyszy zmniejszanie przenikalności magnetycznej co obniża szybkość nagrzewania indukcyjnego warstwy wierzchniej. Po osiągnięciu zakresu przemiany ustala się po pewnym czasie stan równowagi i powstaje zmniejszenie gradientu temperatury w przekroju. W określonej chwili ilość ciepła odprowadzona z warstwy nagrzanej do wnętrza elementu może być większa od ilości ciepła wytworzonego na powierzchni (w krótkim przedziale czasu). W warunkach przemysłowych stosuje się niekiedy wstępne podgrzewanie elementów metodą tradycyjną w piecu przed grzaniem indukcyjnym celem zintensyfikowania procesu nagrzewania.

Zmiany w strukturze podczas hartowania indukcyjnego

Sposób nagrzewania podczas hartowania indukcyjnego zależy od struktury i własności jakie pragniemy uzyskać w warstwie wierzchniej i od dysponowanych generatorów wysokiej częstotliwości.

Szybkie nagrzewanie z prędkościami około 100° C/s charakterystyczne dla procesu indukcyjnego, określane jako udarowe, wpływa na występowanie w stalach węglowych austenitu o znacznej niejednorodności. Podwyższenie temperatury nagrzewania powoduje zmniejszenie niejednorodności austenitu. Dla stali węglowych nagrzewanie indukcyjne do zakresu zbliżonego do 1000° C wpływa na ujednorodnienie austenitu i utrzymanie wyrównanego stężenia zawartości węgla. Szybkie nagrzewanie jakie zachodzi podczas grzania indukcyjnego, które przebiega w zakresie $50\text{--}100^{\circ}$ C/s, powoduje powstanie ziarn bardziej drobnych niż podczas tradycyjnego nagrzewania.

Indukcyjne nagrzewanie powoduje dodatkowe rozdrobnienie bloków mozaiki w substrukturze, co można tłumaczyć hamującym działaniem szybkiego nagrzewania na proces wzrostu ziarn. W warunkach technicznych hartowanie indukcyjne stali o wyjściowej strukturze sorbitycznej daje pod względem twardości i równomierności nagrzewania lepsze efekty niż podczas hartowania indukcyjnego stali o wyjściowej strukturze perlitycznej lub strukturze powstałej po obróbce plastycznej.

Powstały podczas nagrzewania indukcyjnego niejednorodny austenit wpływa na inny przebieg przemian podczas chłodzenia. Podczas chłodzenia powstaje martenzyt w różnych strefach przekroju w szerszym pasmie temperatur $M_s\text{--}M_f$. Punkty M_s i M_f są

różnie rozmieszczone nawet w sąsiednich strefach. Obszary austenitu o największym stopniu nasycenia węglem ulegają podczas chłodzenia rozpadowi w późniejszym okresie i przy niższej temperaturze w porównaniu do obszarów o małym stopniu nasycenia węglem. Poza tym powstałe płytki martenzytu z austenitu o mniejszym nasyceniu węglem na początku procesu ulegają procesowi odpuszczania w trakcie chłodzenia podczas dalszego powstawania martenzytu z austenitu o większym nasyceniu węglem. W wyniku niejednorodności austenitu powstaje więc proces ciągłego powstawania martenzytu.

W stalach stopowych przemiany podczas nagrzewania i chłodzenia przebiegają różnie w zależności od zawartości dodatków stopowych. W zależności od zawartości pierwiastków stopowych powstają węgliki o różnej budowie i różnym stopniu przechodzenia do roztworu stałego podczas nagrzewania.

14.2. Sposoby nagrzewania przy hartowaniu powierzchniowym

Podczas ustalania optymalnych warunków hartowania indukcyjnego należy brać pod uwagę: kształt elementu, wymiary przekroju poprzecznego, gatunek materiału, żadaną strukturę i własności w warunkach eksploatacji oraz wymaganą grubość warstwy zahartowanej. W warunkach technicznych do hartowania indukcyjnego szczególnie winny być typowane przedmioty symetryczne takie jak: wały, osie, koła jezdne, powierzchnie cylindrów, koła zębate, wielowypusty, sworznie, rolki, tip. Celowe jest stosowanie metody hartowania indukcyjnego do hartowania powierzchniowego prowadnic obrabierek, czopów wałów, powierzchni dźwigiemek zaworów i powierzchni pracujących na ścieranie. Głębokość warstwy wnikania prądu indukowanego w elemencie określa się z zależności:

$$g = k \sqrt{\frac{\rho}{f \mu}}$$

gdzie:

- g – głębokość warstwy w której wydziela się ponad 90% ilości ciepła (jako wynik prądów wirowych),
- k – współczynnik charakteryzujący materiał,
- f – częstotliwość,
- ρ – opór właściwy,
- μ – przenikalność magnetyczna.

Głębokość warstwy nagrzanej dla stali ferromagnetycznej g_{α} i paramagnetycznej g_{γ} można obliczyć z przybliżonych zależności empirycznych:

$$g_{\alpha} = \frac{1,7}{\sqrt{f}} \quad [\text{cm}] \quad \text{oraz} \quad g_{\gamma} = \frac{60}{\sqrt{f}} \quad [\text{cm}]$$

W czasie grzania po przekroczeniu A_{c3} można zmieniać częstotliwość dla uzyskania żądanej grubości warstwy. (Częstotliwość przek. wynosi najczęściej $f = 1-200$ kHz).

Po ustaleniu głębokości hartowania oraz wielkości oszaru hartowanego należy zaprojektować wzbudnik. Kształt wzbudnika dostosowuje się do wymiarów i kształtu strefy hartowanej. Do hartowania krótkich wałków stosuje się wzbudniki pierścieniowe obejmujące cały obwód. Przy hartowaniu średnich wałków stosuje się wzbudniki wielozwojowe obejmujące cały element a przy długich stosuje się wzbudniki wielozwojowe wykonujące względne ruchy w stosunku do przedmiotu. Przedmiot może także wykonywać ruch względem wzbudnika. Chłodzenie po nagrzewaniu może być przez zanurzenie lub przez sekcję natryskową umieszczoną pod wzbudnikiem. Natrysk chłodzący może pochodzić bezpośrednio ze wzbudnika.

Przykłady różnych metod hartowania indukcyjnego podano na rys. 14.1. Różny stan warstwy zahartowanej podano na rys. 14.2.

Podczas hartowania płaskich powierzchni elementów maszyn stosuje się hartowanie posuwowe. Wzbudnik lub przedmiot wykonują wówczas ruch posuwowy w kształcie wydłużonej pętli. Warunki nagrzewania można zmieniać przez:

- zmniejszenie szczeliny pomiędzy wzbudnikiem a powierzchnią,
- zmianę grubości przewodów zwłaszcza w kierunku prostopadłym do powierzchni,
- regulację odległości pomiędzy uzwojeniami wzbudnika.

Odległość wzbudnika od powierzchni przedmiotu nagrzewanego przyjmuje się zwykle 1–2 mm. Do hartowania części o małych przekrojach stosuje się generatory o najwyższych częstotliwościach i w miarę zwiększania przekroju obniża się częstotliwość generatorów.

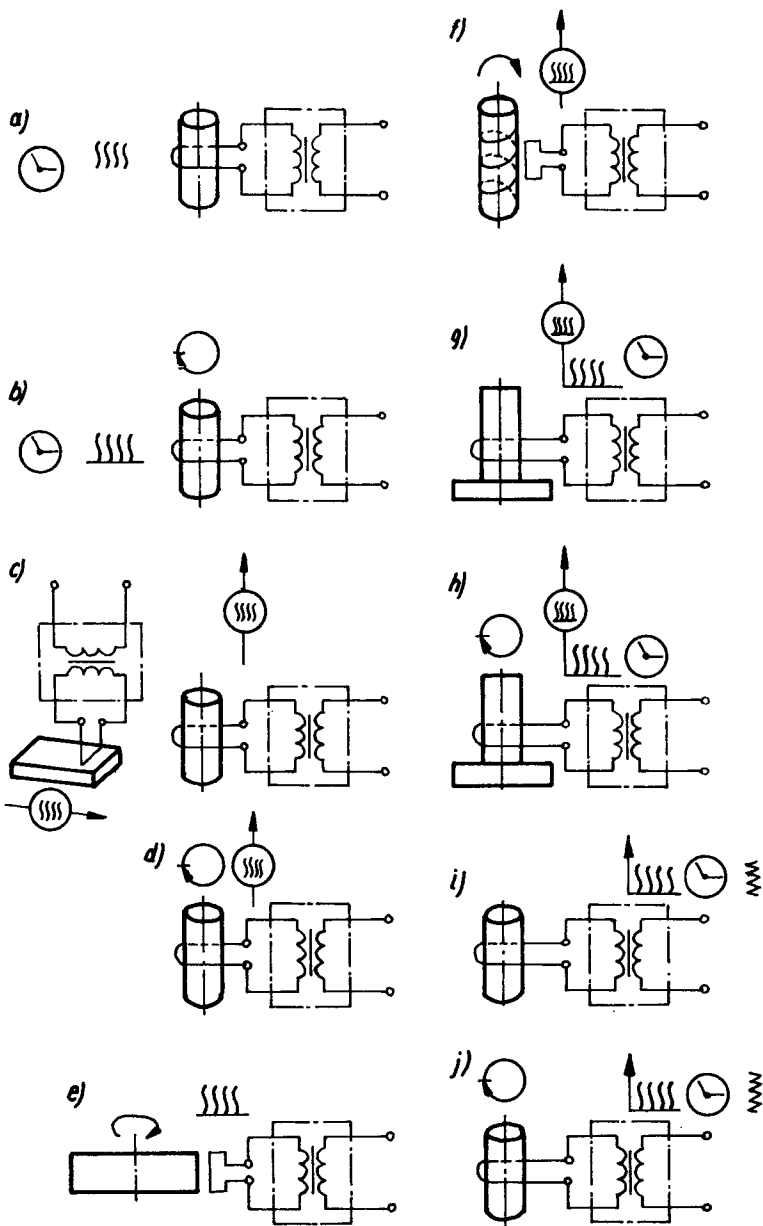
14.3. Stale do hartowania indukcyjnego

Do hartowania indukcyjnego stosowane są stale węglowe i stopowe zawierające zwykle więcej niż 0,30% C. Zaleca się aby półwyroby przeznaczone na elementy hartowane powierzchniowo były wcześniej normalizowane. Hartowanie indukcyjne jest stosowane do elementów odlewanych stalowych lub żeliwnych wykonanych z żeliwa szarego, ciągliwego lub sferoidalnego. Twardość po hartowaniu warstwy wierzchniej elementów z żeliwa szarego wynosi 45HRC, a modyfikowanego 50HRC. Do nagrzewania elementów żeliwnych stosuje się wzbudniki dwustrefowe, których celem jest uzyskanie łagodnego przejścia od strefy zahartowanej do rdzenia.

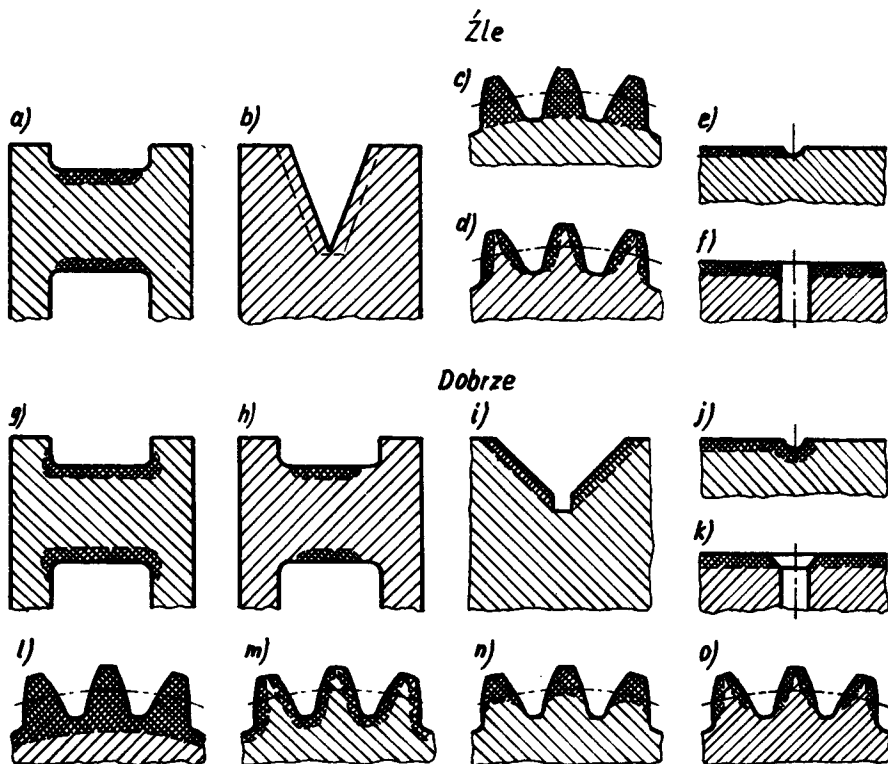
Skład chemiczny stali konstrukcyjnych najczęściej stosowanych na elementy hartowane indukcyjnie podano w tablicy 14.1.

W trakcie wyboru stali węglowych do hartowania powierzchniowego trzeba zwracać uwagę na to, że stal węglowa hartuje się na małą głębokość co może spowodować w trakcie procesu technologicznego usunięcie częściowe a nawet całkowite warstwy zahartowanej.

Wprowadzenie do stali chromu pozwala chłodzić nagrzane elementy podczas hartowania w oleju, co zapobiega powstawaniu pęknięć hartowniczych i znacznie zmniejsza odkształcenie w porównaniu z oziębianiem w wodzie.



Rys. 14.1. Metody hartowania indukcyjnego: a/ jednoczesna, b/ jednoczesno-obrotowa, c / posuwowa, d/ posuwowo-obrotowa, e/ posuwowo-obwodowa, f/ posuwowo-obwodowa po spirali, g/ posuwowa z wstępnym podgrzewaniem, h/ posuwowo-obrotowa z wstępnym podgrzewaniem, i/ jednoczesno-skokowa, j/ jednoczesno-obrotowo-skokowa



Rys. 14.2. Przykłady prawidłowych i nieprawidłowych rozkładów warstwy zahartowanej i kształtów przedmiotów hartowanych

Tablica 14.1.

Stale stosowane do hartowania indukcyjnego

Gatunek	Skład chemiczny głównych składników %				
	C	Si	Mn	Cr	Mo
35	0,35	0,25	0,65	–	–
45	0,45	0,25	0,65	–	–
55	0,55	0,25	0,65	–	–
N5	0,55	0,15	0,5	–	–
N6	0,65	0,15	0,4	–	–
35H	0,35	0,25	0,65	1,0	–
40H	0,40	0,25	0,65	1,0	–
40HM	0,40	0,25	0,60	1,0	0,20

14.4. Budowa i zasada działania generatora wysokiej częstotliwości GIS50

Generator indukcyjny GIS50, przeznaczony jest głównie do powierzchniowego hartowania stali chociaż może również służyć do lutowania, wyżarzania a nawet topnienia stopów. Częstotliwość generatora wynosi 400 kHz, napięcie wzbudnika symetryczne 110 V a natężenie max 1800 A. Całe urządzenie składa się z trzech głównych zespołów:

- generatora,
- transformatora,
- szafy rozdzielczej.

Szczegółowy opis techniczny, dane techniczne oraz instalowanie, uruchamianie i konserwacja podane są w "Instrukcji eksploatacji".

Generator może pracować w 3 wariantach:

- grzanie impulsowe, przy zwieraniu styków przyciskiem 2S7,
- grzanie ciągłe, w czasie pozostawienia wyłącznika 2S8 w pozycji – załączony,
- grzanie powtarzalne i czas grzania odmierzany jest przełącznikiem czasowym.

Obudowa generatora posiada specjalne osłony i otwory wentylacyjne. Celem osłony jest ograniczenie zakłóceń radioelektrycznych. Przewody elektryczne doprowadzone są przez filtry przeciwzakłóceń. Szafa podzielona jest na 2 komory: komorę zasilania i komorę oscylatora. Głównymi elementami komory zasilania są: prostownik wysokiego napięcia, stabilizator, transformatory oraz filtr. Na czołowej ścianie komory oscylatora umocowane są zaciski wyjściowe do mocowania wzbudnika. Głównymi elementami komory oscylatora są: lampy generacyjne, obwód rezonansowy, transformator sprzężenia zwrotnego, dławik, opór oraz kondensatory ceramiczne. Oscylator generatora GIS50, pracuje w układzie transformatorowego sprzężenia zwrotnego. Lampy generacyjne mają uziemienie anody. W celu automatycznego wysterowania lamp dla pełnego zakresu obciążenia od zera do maksimum zastosowano opór siatkowy o charakterystyce nieliniowej. Płynną regulację mocy uzyskuje się za pomocą zmiany napięcia anodowego. Na katodach lamp generacyjnych i opornika występuje wysokie napięcie. Obwód rezonansowy składa się z transformatora wyjściowego i kondensatorów ceramicznych. Początek i koniec uzwojenia wtórnego stanowią zaciski wyjściowe, do których mocuje się wzbudnik. Lampy generacyjne, transformator wyjściowy, kondensatory obwodu rezonansowego i wzbudnik są chłodzone wodą. Lampy generacyjne generatora GIS50 są zabezpieczone przed włączeniem napięcia żarzenia o ile woda nie przepływa przez system chłodzący. Dla kontroli wygrzania lamp prostowniczych przed załączeniem wysokiego napięcia służy przełącznik czasowy, który zamyka obwód cewki stycznika po upływie 10 min. W ten sposób jest uniemożliwione załączenie wysokiego napięcia w czasie 10 min. od momentu załączenia napięcia żarzenia. Niezależnie od tego obwód cewki stycznika załączającego wysokie napięcia zamyka się przez kontakty blokad w osłonach drzwiowych.

Po załączeniu stycznika 7E1, generator jeszcze nie oscyluje i nie grzeje, bowiem ujemne napięcie na siatkach tyratronów blokuje przepływ prądu przez prostownik. Dopiero po naciśnięciu przycisku 2S7 – "grzanie" i jednoczesnym obrocie gałką potencjometru 2R2 – "regulacja mocy" reguluje się stopniowo napięcie.

Kolejność czynności przy uruchamianiu generatora GIS50

Przed uruchomieniem generatora GIS50 należy zapoznać się z opisem czynności, instrukcją bhp oraz oznakowaniem umieszczonym na szafie i tablicy. Przestrzeczyć niżej

podanych czynności:

- 1– Otworzyć zawory wodne i sprawdzić, czy woda wypływa z przewodu wylotowego generatora.
- 2– Włączyć napięcie sieci włącznikiem 7S1 "Generator". Winna zapalić się lampka 7N1. Sprawdzić napięcie faz za pomocą włącznika 4S1 i woltomierza 4N3 – "Napięcie sieci".
- 3– Włączyć napięcie żarzenia przyciskiem 2S1 "żarzenie". Po włączeniu zapala się lampka 2N1. Obserwować wskaźnik 4M4 – "napięcie żarzenia". Na wskaźniku tym wskazówka winna być na położeniu 5 V.
- 4– Po czasie 10 min. od załączenia napięcia żarzenia włączyć stycznik 7E1 przy pomocy przycisku 2S3 – "wysokie napięcie". Winna zapalić się lampka kontrolna 2N2. Po tym wyłączyć stycznik 7E1 przy pomocy przycisku 2S4. Celem tych czynności jest sprawdzenie działania przekaźnika czasowego 1E4 oraz możliwości załączenia stycznika 7E1.
- 5– Włączyć w szafie rozdzielczej napięcie włącznikiem 7S2.
- 6– Wprowadzić próbkę do wzbudnika lub umieścić na zewnątrz w zależności od kształtu elementu hartowanego. Po wprowadzeniu próbki, przyciskiem 2S3 załączyć napięcie anodowe i zwiększać potencjometrem 2R2 "regulacja mocy" w zakresie od zera do maksimum. Zwracać uwagę na to, aby regulacja była płynna. Generator jest przygotowany do pracy. Włączenie mocy generatora bez obciążeń wadym jest zakazane.
- 7– Obserwować skutki nagrzewania. Zwracać uwagę na to, aby powierzchnia była równomiernie nagrzewana. Po nagraniu włączyć napięcie zasilania. Włączyć układ chłodzenia natryskowego lub zanurzyć element w cieczy hartowniczej. W wypadku nierównomiernego grzania razem z prowadzącym ustalić przyczyny i dokonać ich usunięcia.
- 8– Po zakończeniu pracy dopływ wody chłodzącej winien być kontynuowany przez minimum 10 min.

Główne zalecenia bhp dla obsługi generatora GIS50 i studentów

1. Obsługę i konserwację generatora GIS50 mogą prowadzić pracownicy, znający budowę i działanie generatora oraz posiadający uprawnienia do pracy.
2. Przed rozpoczęciem czynności obsługa musi zapoznać się z kolejnością obowiązujących czynności oraz instrukcją bhp.
3. Studenci uczestniczący w ćwiczeniu winni mieć sprawdzone wiadomości przez prowadzącego z zakresu tematu oraz znajomości instrukcji bhp. Do ćwiczenia może być dopuszczony student, któremu po sprawdzeniu wiadomości prowadzący zaliczy znajomość wiedzy związanej z tematem oraz instrukcją bhp.
4. Uruchomienie generatora z wadliwą instalacją uziemiającą jest zabronione.
5. Zabronione jest zdejmowanie osłon drzwiowych przed wyłączeniem napięcia.
6. Zabrania się otwierania blokad elektrycznych.
7. Zabrania się użytkować generator z uszkodzonymi podzespołami lub zespołami.

8. W czasie pracy generatora zabrania się dotykać wzbudnika.
8. Wszelkie naprawy i konserwacje mogą być wykonywane przez upoważnionych pracowników wyłącznie po odłączeniu generatora od sieci i uziemieniu obwodów wysokiego napięcia oraz filtrów przeciwzakłóceńowych przy pomocy specjalnego drążka.

14.5. Przebieg ćwiczenia

A. Cel ćwiczenia

Zapoznanie studenta z istotą przemian strukturalnych podczas nagrzewania i chłodzenia w czasie hartowania powierzchniowego, stosowanymi sposobami grzania oraz praktyczną realizacją hartowania indukcyjnego.

B. Materiały i urządzenia do badań

Przedmiotem badań są próbki stalowe $\phi = 50\text{--}120$ mm wykonane ze stali: 35, 45, 55, N5, N6, 35H, 40H, 40HM lub 20H2M. Próbki są wykonane na drodze obróbki mechanicznej. Posiadają kształt walca lub pierścienia o wymiarach $\phi_w = 120$ mm, $\phi_z = 180$ mm oraz $h \approx 30$ mm. Prowadzący może ustalić również inne wymiary próbek. Próbki mocowane są na stole i po nagrzaniu indukcyjnym zanurzone w płynie hartowniczym lub oziębiane natryskiem wodnym. Nagrzewanie przeprowadza się w urządzeniu GIS50 według podanej instrukcji. Kontrolę temperatury powierzchni przeprowadza się przy zastosowaniu pirometru optycznego. Badanie twardości warstwy zahartowanej i jej zaleganie określa się przez pomiar twardościomierzem w różnych odległościach od powierzchni.

Przygotowanie próbek:

Próbki do badań wręcza prowadzący ćwiczenia. Należy sprawdzić stan powierzchni, usunąć występujące nierówności oraz ślady korozji. Przed założeniem do agregatu dokonać pomiaru twardości w kilku miejscach.

C. Przebieg badań

Przed rozpoczęciem badań należy przygotować się do ćwiczenia przez zapoznanie z wprowadzeniem i dostępną literaturą oraz kolejnością czynności przy uruchomieniu agregatu GIS50 a także zaleceniami bhp dla obsługi. Po sprawdzeniu przez prowadzącego opanowania materiału teoretycznego i dopuszczeniu do wykonywania ćwiczeń należy wykonać zakresy czynności:

1. sprawdzić stan powierzchni próbki,
2. przygotować powierzchnię próbki do badań,
3. pomierzyć twardość próbki w różnych punktach,
4. sprawdzić zachowanie równomiernej odległości pomiędzy wzbudnikiem a powierzchnią próbki na całym obwodzie,

5. uruchomić agregat według podanej kolejności czynności,
6. ustalić z prowadzącym zakres temperatury grzania,
7. ogrzewać do uzyskania wymaganej temperatury powierzchni,
8. sprawdzić temperaturę przy pomocy pirometru optycznego,
9. po wygrzaniu wyłączyć agregat i chłodzić próbkę przez zanurzenie lub natryskiem wodnym.
10. dokonać pomiarów twardości wzdłuż dwóch wzajemnie prostopadłych kierunkach od powierzchni do środka. Wyniki pomiarów zestawić w tablicy.
11. Wykonać wykresy rozłożenia twardości w funkcji odległości od środka do powierzchni.

D. Opracowanie wyników i sprawozdania

Opracowane przez studenta sprawozdanie z ćwiczenia winno zawierać:

1. Temat i cel ćwiczenia.
2. Schemat stanowiska badawczego.
3. Przygotowanie próbek i uzasadnienie metody badawczej.
4. Opis przebiegu ćwiczenia.
5. Analizę wyników badań i wnioski.
6. Problematykę hartowności stali węglowych i stopowych.

Pytania kontrolne

1. Przemiana martenzytyczna.
2. Hartowanie stali.
3. Odpuszczanie stali węglowych i stopowych.
4. Budowa warstwy wierzchniej.
5. Wpływ warstwy wierzchniej na trwałość elementów.
6. Wpływ hartowania powierzchniowego na zwiększenie trwałości elementów maszyn.
7. Sposoby hartowania powierzchniowego.
8. Stale do hartowania powierzchniowego.
9. Zmiany struktury i własności w trakcie hartowania indukcyjnego.
10. Własności mechaniczne różnych struktur stali.
11. Zależności pomiędzy strukturą a właściwościami po hartowaniu stali węglowych i stopowych.

Literatura

1. K. Przybyłowicz – Metaloznawstwo teoretyczne, AGH Kraków, 1978
2. Praca zbiorowa – Metaloznawstwo, Gliwice 1965
3. K. Wesołowski – Metaloznawstwo, PWT, Warszawa 1957
4. A. Weroński – Teoretyczne podstawy hartowania natryskowego, Lublin 1979
5. M. Biernsztajn, A. Rachsztabta – Mietałłowiedzenie i Tiermiczeskaja Obrabotka stali, Moskwa 1961

6. A. Weroński — Hartowanie natryskowe części płaskich. Przegląd Mechaniczny Nr 15, 1973
7. Praca zbiorowa — Obróbka cieplna stopów żelaza, WNT, Warszawa 1977

15. BADANIE HARTOWNOŚCI STALI

15.1. Hartowność stali

Współczesny przemysł stwarza konieczność szerszego stosowania stali ulepszonych cieplnie. Wymaga to coraz częściej możliwości świadomego sterowania procesem wytwórczym tak, aby uzyskać określoną strukturę i własności.

Pojęcie hartowności na przestrzeni lat przeszło określoną ewolucję. W minionym okresie z pojęciem hartowności łączono szereg odrębnych cech metali i stopów takich jak: głębokość hartowania, maksymalna twardość na powierzchni, wielkość ziarna w warstwie zahartowanej i skłonność do tworzenia odkształceń, rys i pęknięć.

Aktualnie przez pojęcie hartowność stali rozumie się zdolność materiału do tworzenia struktury martenzytycznej przy oziębianiu od temperatury austenitzowania. Wyniki hartowności określa się liczbowo lub graficznie.

Celem ujednoczenia przebiegu badań hartowności oraz umożliwienia dokonywania porównań wprowadzono pojęcie pomocnicze takie jak: średnica krytyczna, idealna średnica krytyczna i przekrój miarodajny.

Średnica krytyczna stanowi największą średnicę pręta hartującego się na wskroś w procesie hartowania. Jako kryterium odniesienia przyjęto strukturę składającą się z 50% martenzytu i 50% struktur niemartenzytycznych. Stosowanie tego kryterium jest korzystne z punktu widzenia praktycznego ponieważ może być określona struktura w stalach stopowych przy pomocy obserwacji mikroskopowych trawionych przekrojów poprzecznych albo przy pomocy badania twardości w różnych odległościach od powierzchni.

Idealna średnica krytyczna stanowi największą średnicę przekroju hartującego się na wskroś w idealnej kąpeli hartowniczej to znaczy takiej, która miałaby zdolność przejmowania ciepła z nieskończonej szybkością. Wprowadzenie pojęcia idealnej średnicy krytycznej ma charakter teoretyczny, to jest często używane w nomogramach w zestawieniu ze średnicą krytyczną.

Przekrój miarodajny, stanowi największy przekrój danego elementu, gdzie w myśl założeń konstrukcyjnych własności winny być jednakowe lub winny mieścić się w określonych granicach tolerancji.

15.2. Czynniki wpływające na hartowność

Hartowność stali należy do podstawowych właściwości, które decydują o zastosowaniu. Hartowność zależy od kilku czynników. Do podstawowych czynników decydujących o hartowności należy zawartość węgla i pierwiastków stopowych. Zwiększenie zawartości węgla podwyższa hartowność stali. Wzrost zawartości pierwiastków stopowych najczęściej stosowanych również podwyższa hartowność. Dużą rolę odgrywa skład austenitu przed procesem chłodzenia. Nagrzewanie tej samej stali do zakresu wyższych temperatur austenitizowania powoduje zwiększenie hartowności.

Dla stali węglowej krytyczna szybkość hartowania zmniejsza się ze zwiększeniem zawartości węgla. Podwyższenie zawartości węgla od 0,4% C do 0,8% C powoduje obniżenie szybkości krytycznej od ok. 520° C/s do ok. 160° C/s. Wpływ pierwiastków stopowych na krytyczną szybkość hartowania przedstawiono na rysunku 15.1.

Wpływ pierwiastków stopowych w stalach niskostopowych na współczynnik hartowności przedstawiono graficznie na rys. 15.2. Według danych opracowanych przez Grossmanna na podstawie zawartości pierwiastków stopowych w najczęściej stosowanych stalach konstrukcyjnych, można obliczyć idealną średnicę krytyczną stali w której występuje kilka pierwiastków stopowych.

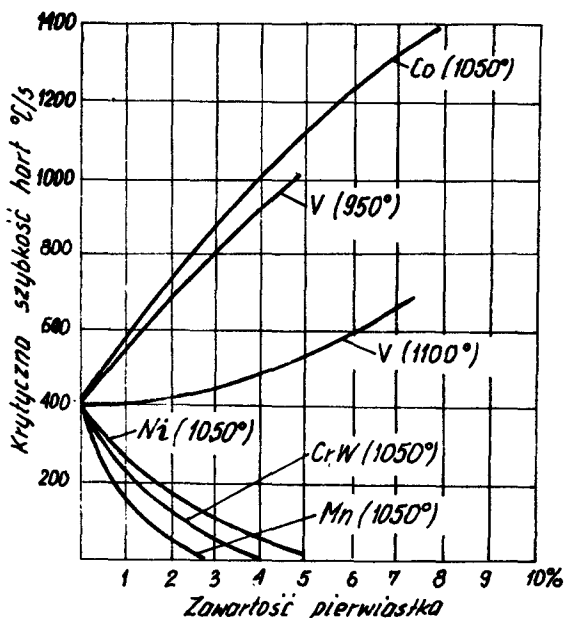
$$D_i = D_{iw} K_1 K_2 K_3 K_4$$

gdzie:

D_i – idealna średnica krytyczna stali stopowej

D_{iw} – idealna średnica krytyczna stali węglowej przy określonej zawartości węgla

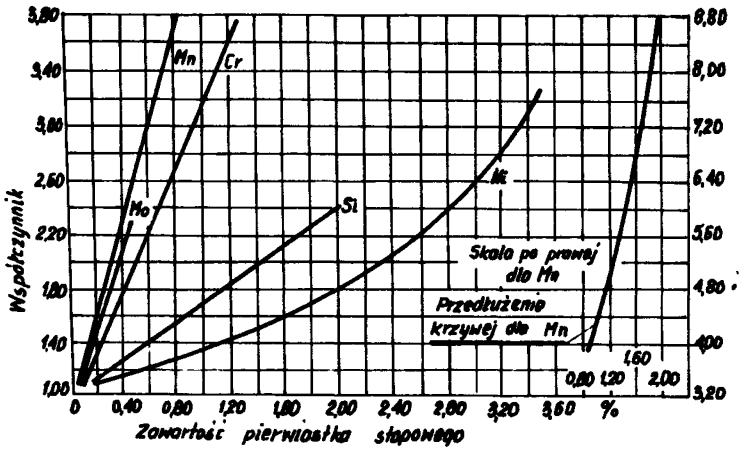
K_1, K_2, K_3, K_4 – współczynniki dla odpowiedniego pierwiastka stopowego



Rys. 15.1. Wpływ pierwiastków stopowych na krytyczną szybkość hartowania

Dla pierwiastków nie tworzących węglików oraz manganu współczynniki hartowności określają ich wpływ stosunkowo dokładnie. Natomiast pierwiastki tworzące stabilne węgliki mogą wykazywać odchylenia spowodowane niezupełnym rozpuszczaniem węglików podczas austenitizowania.

Na obniżenie hartowności wpływa siarka. Siarka przy najczęściej stosowanych



Rys. 15.2. Współczynniki do obliczenia hartowności dla głównych składników stopowych

temperaturach hartowania nie jest rozpuszczona w austenicie i znajduje się we wtrąceniach, które są siarczkami głównie manganu. Stąd widać, że część zawartości manganu nie jest rozpuszczona w austenicie. Stale odtlenione aluminium są drobnoziarniste co zmniejsza hartowność. Węgliki molibdenu w stalach niskostopowych rozpuszczają się łatwo podczas austenitowania przy założeniu, że zawartość molibdenu jest mała i nie przekracza 0,25%. Jednakże, gdy stal oprócz molibdenu zawiera chrom to występuje utrudnione rozpuszczenie węglików podczas austenitowania. Dodatek do stali boru już w zakresie tysięcznych części procenta bardzo znacznie poprawia hartowność. Najskuteczniej na hartowność wpływają dodatki w zakresie 0,002–0,005% B. Trzeba jednak pamiętać, że bor łatwo łączy się z azotem oraz tlenem i dlatego przed wprowadzeniem boru w procesie metalurgicznym stal winna być skutecznie odtleniona a azot winien być związany dodatkiem tytanu lub cyrkonu. Podwyższenie temperatury i czasu austenitowania powoduje rozpuszczenie większej ilości węgla i składników stopowych w austenicie a także wzrost wielkości ziarna austenitu i jego jednorodności co w konsekwencji powiększa hartowność. Trzeba mieć na uwadze, że powiększenie parametrów austenitowania powoduje wzrost naprężeń hartowniczych co może być przyczyną odkształceń oraz pęknięć hartowniczych.

Stale skłonne do powiększania wymiarów ziarna powyżej temperatury A_{c3} posiadają większą hartowność w porównaniu do stali drobnoziarnistych. Na hartowność wpływają również wymiary węglików, ich kształt oraz stopień dyspersji. Węgliki o dużych wymiarach zwłaszcza w kształcie sferoidalnym znacznie wolniej rozpuszczają się w austenicie co powoduje, że hartowność takich stali będzie mniejsza w porównaniu do tych stali, gdzie występują w postaci płytkowej lub igiełkowej.

15.3. Metody określania hartowności stali

M e t o d a J o m i n y e g o. Spośród różnych metod badania hartowności najszersze zastosowanie znalazła metoda Jominy'ego. W warunkach przemysłowych naszego kraju próba hartowania od czoła według tej metody jest określana Polską Normą PN–79/H–04402. Norma jest stosowana do prób hartowności stali w zakresie badań odbiorczych, kontrolnych i rozjemczych. Nie zaleca się tej metody dla badania stali o małej i o dużej hartowności.

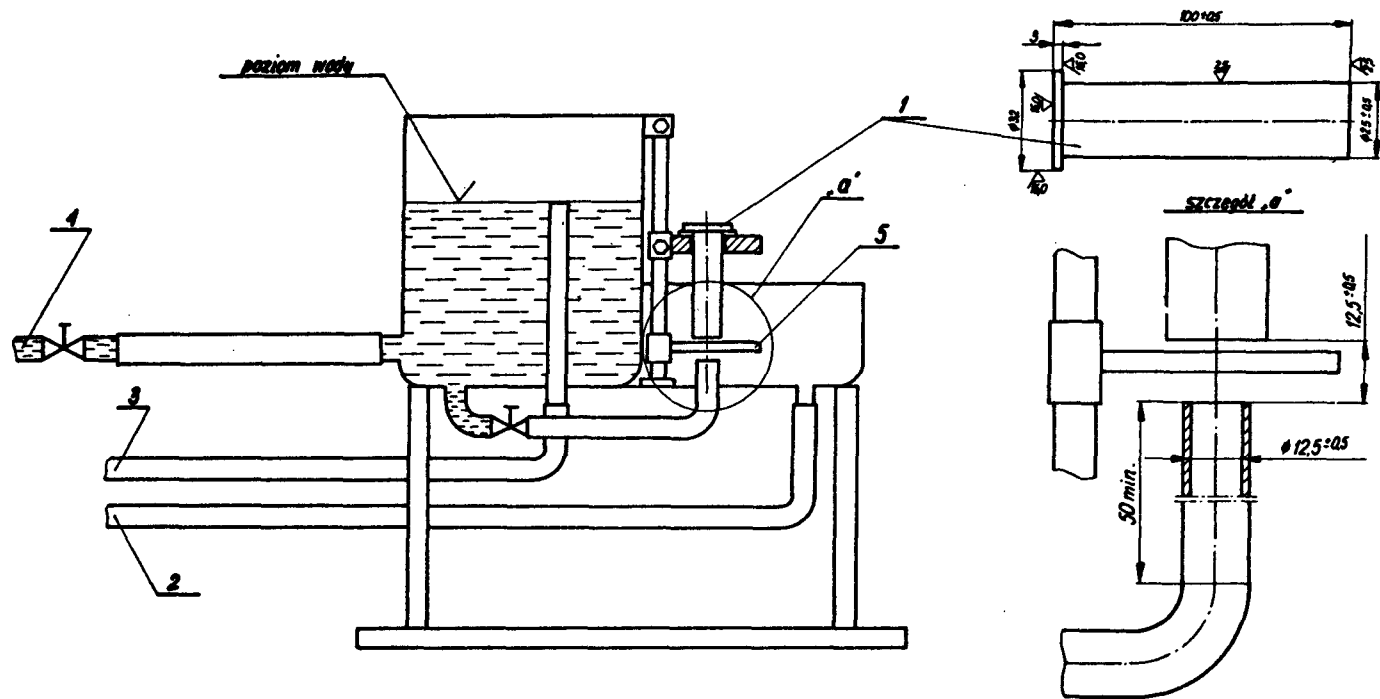
Próbka do badań ma kształt cylindryczny z małym kołnierzem do mocowania. Wymiary próbki wynoszą: średnica $\phi = 25 \pm 0,5$ mm i długość $l = 100 \pm 0,5$ mm. Urządzenie do hartowania winno zapewniać współosiowe ustawienie próbki do dyszy natryskowej oraz zapewnić stałą odległość od czoła próbki do wylotu dyszy, wynoszącą $12,5 \pm 0,5$ mm. Przed umieszczeniem próbki w uchwycie urządzenia hartowniczego należy uregulować dopływ wody tak, aby wysokość strumienia wynosiła 65 ± 10 mm.

Próbkę do badania hartowności nagrzewa się w piecu w atmosferze ochronnej albo w osłonie zabezpieczającej przed odwęgleniem lub utlenieniem. Temperatura nagrzewania wynosi $Ac_3 + (30 \div 50)^\circ C$, czas wygrzewania 30 ± 5 min. Po wygrzaniu próbkę wyjmuje się z pieca i szybko umieszcza w uchwycie przyrządu hartowniczego. Schemat urządzenia do hartowania od czoła pokazano na rysunku 15.3. Na wygrzaną próbkę umieszczoną w urządzeniu hartowniczym kieruje się natrysk wody przez odsunięcie przesłony dyszy (czas chłodzenia 10 minut). Zahartowaną i ochłodzoną do temperatury otoczenia próbkę należy przeszlifować z dwu stron na głębokość od 0,4 do 0,5 mm. Przez krótkotrwałe zanurzenie (2–3 s), w roztworze wodnym kwasu solnego sprawdzić można jakość szlifowanej powierzchni, na której nie powinny występować ciemne plamy. Na powierzchniach szlifowanych wykonuje się pomiar twardości w odległości co 1,5 mm dla dwóch pierwszych pomiarów oraz co 2 mm dla kolejnych 6 pomiarów i dalej co 5 mm.

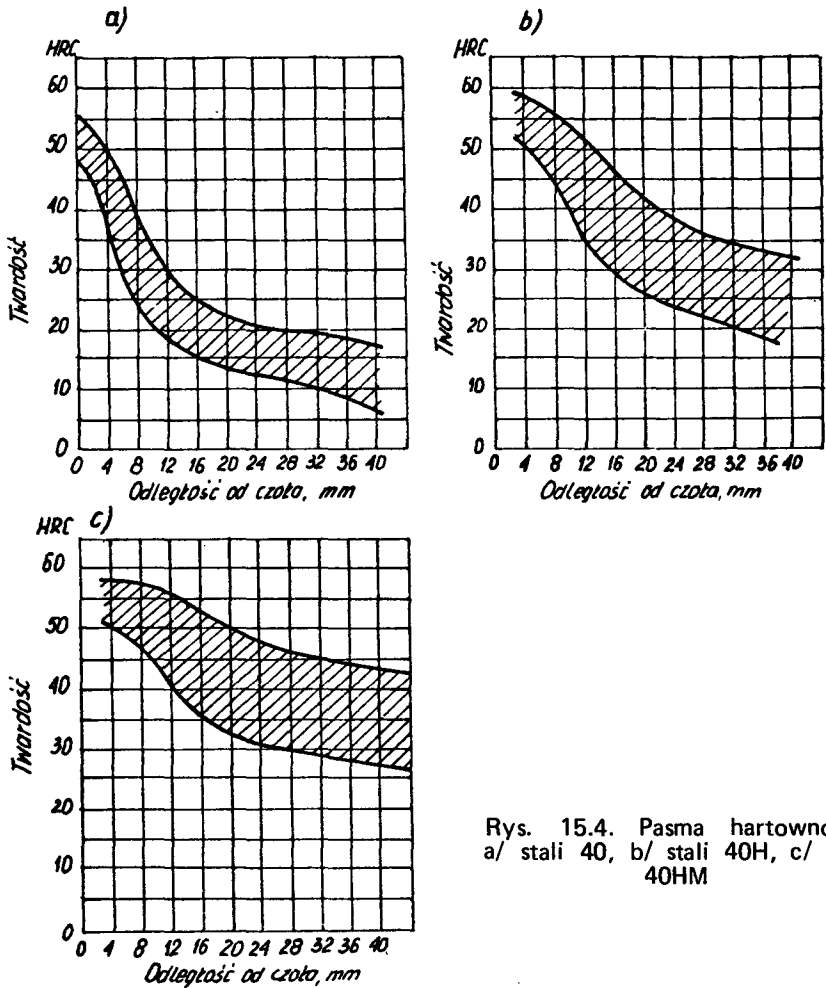
Otrzymane wyniki pomiarów twardości (średnie arytmetyczne) nanosi się na wykres zależności: twardość, odległość od czoła. Łącząc poszczególne punkty wyznacza się krzywą stanowiącą charakterystykę hartowności stali.

Wyniki badań różnych próbek z tego samego wytopu wskazują pewne różnice w przebiegu hartowności na które mają wpływ: segregacja składu chemicznego, wielkość ziarna, miejsce pobrania próbek a także zmiany w przebiegu samej próby. Celem określenia hartowności gatunku stali lub danego wytopu wykonuje się wówczas określoną partię badań i naniesione wyniki tworzą obszar powierzchni określany pasmem hartowności. W granicach pasma winna mieścić się w zasadzie każda próba hartowności danego gatunku. Przykłady pasm hartowności stali: 40, 40H i 40HM podano na rysunkach 15.4. a, b, c.

M e t o d a P–F. Do określenia hartowności tą metodą wykonuje się kilka próbek okrągłych z naciętym karbem i hartuje z różnych temperatur. Otrzymany przełom porównuje się z kompletem wzorców. Chłodzenie przeprowadza się w 10% roztworze



Rys. 15.3. Schemat urządzenia do hartowania od czoła: 1 – próbka, 2 – odpływ, 3 – przepływ – przelew, 4 – dopływ, 5 – przystona obrotowa



Rys. 15.4. Pasma hartowności:
a/ stali 40, b/ stali 40H, c/ stali 40HM

wodnym chlorku sodu. Cechą ujemną tej metody jest konieczność wykonywania kilku próbek i ograniczone zastosowanie do stali narzędziowych węglowych.

M e t o d a P-V. Jest jedną z nowszych metod badania hartowności głównie wysoko węglowych stali narzędziowych. Próbką w tej metodzie posiada kształt pryzmatyczny o kącie dwusiecznym równym 90° . Długość próbki wynosi ok. 30 mm. Po wygrzaniu w temperaturze austenitzowania, próbkę przenosi się do urządzenia, gdzie przeprowadza się oziębiecie natryskiem dwu powierzchni przyległych do kąta prostego. Po zahartowaniu próbkę przecina się, szlifuje i trawi celem określenia głębokości zalegania struktury martenzytycznej oraz dokonuje się pomiaru twardości strefy zahartowanej. Hartowność określa się przez oznaczenie odległości od wierzchołka kąta prostego zalegania struktury zawierającej martenzyt w ilości co najmniej 50%.

M e t o d a SAC. Stosowana w niektórych krajach pod nazwą Rockwell-Inch. Głównie ma zastosowanie do stali płytke hartujących się oraz stali węglowych zawierających $C = 0,3\text{--}0,6\%$. Badaniu poddaje się próbki okrągłe $\phi = 25,4$ mm, chłodzone w bieżącej wodzie. Zahartowane próbki przecina się, poleruje i trawi dla ujawnienia głębokości strefy zahartowanej. Wykonuje się pomiar twardości na powierzchni oraz serię pomiarów na przekroju pomiędzy powierzchnią a środkiem. Drugą serię pomiarów prowadzi się pod kątem 90° do pierwszej serii. Połowę wielkości twardości na powierzchni i w środku dodaje się do średnich wartości i sumę dzieli się przez osiem. Jest to średnia twardość struktury próbki o średnicy 25,4 mm.

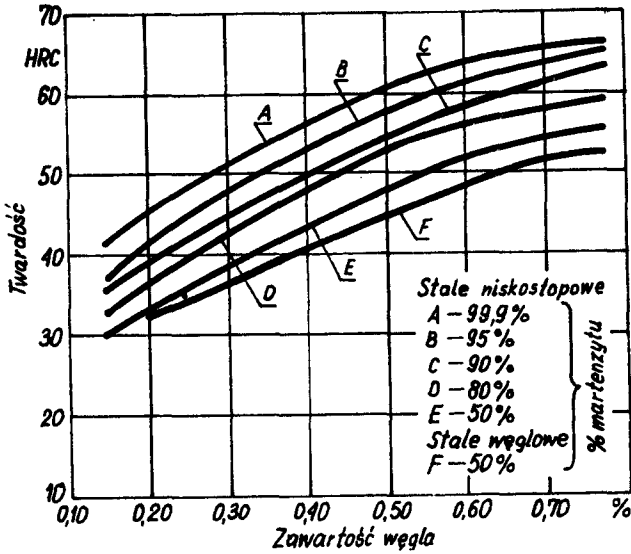
M e t o d a Sachina. W tej metodzie hartowność ocenia się na podstawie przełomu próbek udarnościovych. Pakiet próbek do badania udarności łączy się obejmą i po wygrzaniu przy temperaturze austenitowania chłodzi w cieczy. Na podstawie przełomów próbek można określić głębokość zalegania struktury martenzytycznej. Łatwo zauważyć, że jest to metoda szacunkowa obarczona błędem z uwagi na różną szybkość chłodzenia próbek znajdujących się w narożach pakietu w stosunku do próbek umieszczonych w środku.

15.4. Wykorzystanie krzywej hartowności do racjonalnego doboru stali na części maszyn

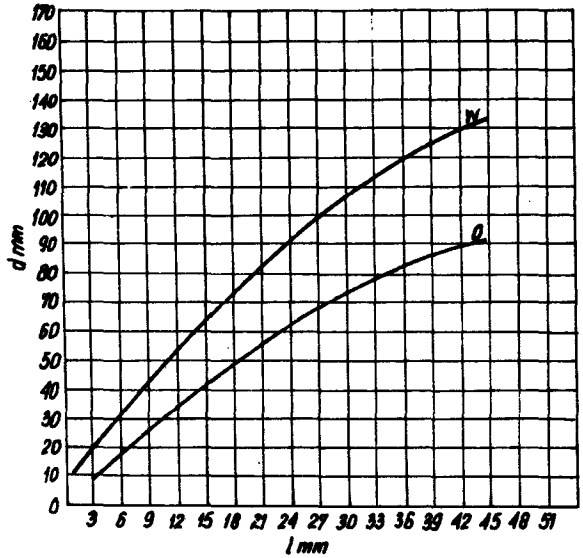
Dla konstruktorów maszyn i urządzeń oraz pracowników służby eksploatacyjnej w danych elementach przenoszących złożony stan naprężeń ważnym staje się jaki jest przekrój miarodajny, to znaczy największy przekrój kołowy, gdzie w myśl założeń oczekuje się stabilizacji struktury i własności. Zwykle określa się rodzaj struktury, jej twardość, wytrzymałość na rozciąganie oraz własności plastyczne. Inne są własności martenzytu odpuszczonego, bainitu górnego, bainitu dolnego, perlitu i ferrytu w stali węglowej, stali niskostopowej i średniostopowej. Coraz częściej poza badaniami konwencjonalnymi konstruktorzy i technolodzy określają inne dodatkowe próby, których głównym celem jest podanie informacji jak dane elementy będą zachowywać się w określonych złożonych warunkach? Do tych badań zalicza się takie próby jak: określenie wytrzymałości na zmęczenie przy określonym rodzaju obciążenia, próba pełzania oraz badanie odporności na zmęczenie cieplne.

W większości zastosowań inżynierskich ważna jest problematyka doboru takiej stali i ustalenia takich warunków obróbki cieplnej aby uzyskać określoną twardość struktury.

Próbę hartowania od czoła, można zastosować do przybliżonego określenia hartowności prętów okrągłych. Dla uzyskania danych w tym zakresie należy w pierwszej kolejności określić oczekiwaną twardość stali w zależności od zawartości węgla oraz udziału martenzytu na podstawie zależności graficznej (rys. 15.5.). W dalszej kolejności z krzywej hartowności dla danej stali dokonuje się odczytania odległości od czoła w jakiej ta twardość występuje. Po tym z następnego wykresu (rys. 15.6.) można określić średnicę krytyczną badanej stali przy hartowaniu w wodzie lub oleju. W dalszej kolejności



Rys. 15.5. Orientacyjna twardość stali zahartowanej w zależności od zawartości węgla oraz udziału martenzytu w strukturze



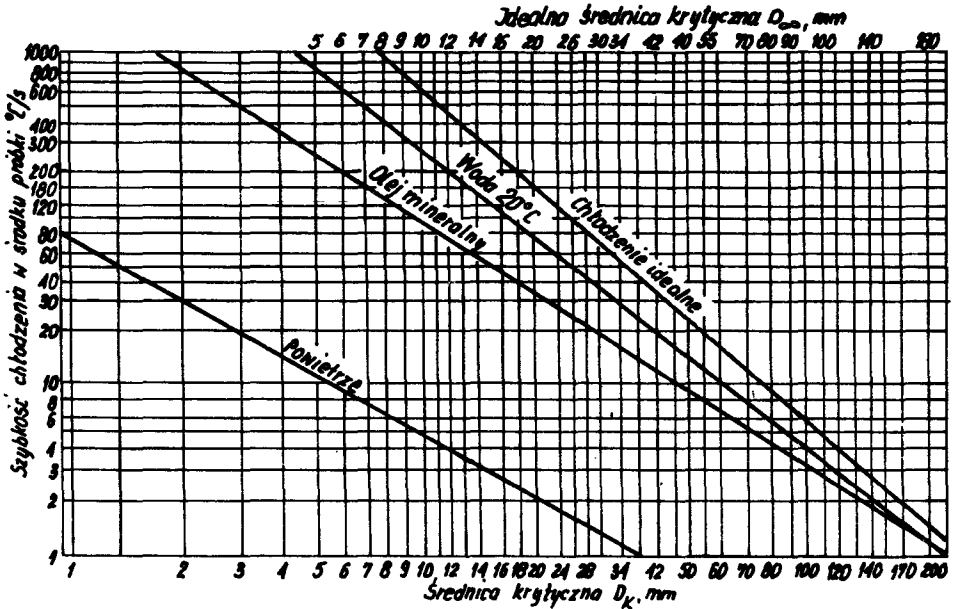
Rys. 15.6. Orientacyjna zależność między średnicą krytyczną stali chłodzonej w wodzie (krzywa "w") lub w oleju (krzywa "o") a odległością od czoła l, przy której uzyskano wymaganą twardość strefy zahartowanej

można określić rzeczywiste średnice krytyczne przy chłodzeniu w różnych ośrodkach oraz ustalić przybliżoną szybkość chłodzenia w środku badanych próbek (rys. 15.7.).

15.5. Przebieg ćwiczenia

A. Cel ćwiczenia

Zapoznanie studenta z głównymi czynnikami wpływającymi na hartowność stali oraz wyrobienie ogólnych umiejętności w doborze stali hartowanej na elementy maszyn i oprzyrządowania na podstawie wyników próby hartowania od czoła.



Rys. 15.7. Nomogram do określania rzeczywistych średnic krytycznych oraz idealnej średnicy krytycznej

B. Materiały i urządzenia do badań

Przedmiotem badań są próbki stalowe o wymiarach ϕ 25 x 100 mm wykonane ze stali 35, 45, 55, 40H, 40HNM, 20H2M lub inne według wskazań prowadzącego. Próbki nagrzewane są do hartowania w specjalnej osłonie z wkładką grafitową. Chłodzenie wykonywane jest w przyrządzie do hartowania od czoła.

Przygotowanie próbek.

Próbki do badań wręcza prowadzący ćwiczenie. Student winien sprawdzić stan powierzchni i w przypadku stwierdzenia śladów korozji lub zanieczyszczeń należy je usunąć przy użyciu papieru ściernego. Przed rozpoczęciem ćwiczenia należy sprawdzić umiejscowienie próbki w przyrządzie i współosiowość próbki z dyszą.

C. Przebieg badań

Przed rozpoczęciem ćwiczenia student winien przygotować się do ćwiczenia przez zapoznanie z wprowadzeniem i dostępną literaturą. Po sprawdzeniu przez prowadzącego opanowania materiału teoretycznego oraz wymagań instrukcji bhp i dopuszczeniu do wykonania ćwiczeń, należy wykonać niżej podane czynności:

1. Sprawdzić stan powierzchni próbek.
2. sprawdzić wymiary próbki,
3. sprawdzić ustawienie i funkcjonowanie urządzenia hartowniczego,

4. sprawdzić i uregulować odległość czoła próbki od wylotu dyszy (12,5 mm),
5. po umieszczeniu próbki w uchwycie sprawdzić zachowanie współosiowości w stosunku do osi dyszy natryskowej,
6. włożyć próbkę do osłony i nagrzewać do zakresu optymalnych temperatur,
7. ustalić w przyrządzie optymalny przepływ wody,
8. zamknąć przesłonę przepływu wody,
9. po wygrzaniu w temperaturze austenitowania w czasie $30^{\pm 5}$ min., wyjąć próbkę możliwie sprawnie przy zachowaniu środków ostrożności i umieścić w przyrządzie hartowniczym,
10. po ustaleniu położenia próbki w przyrządzie, odsunąć przesłonę celem rozpoczęcia hartowania,
11. chłodzić w czasie 10 min.,
12. ustawić próbkę w uchwycie pryzmowym,
13. dokonać pomiaru twardości wzdłuż tworzącej poczynając od czoła; pierwsze dwa pomiary wykonać w odległości 1,5 mm, następne 6 pomiarów w odległości co 2 mm i dalsze co 5 mm,
14. wyniki pomiarów zestawić w tablicy i obliczyć wartości średnie,
15. na podstawie wyników pomiarów twardości wykonać wykres zmiany twardości w funkcji odległości od czoła,
16. po wykonaniu wykresu przeprowadzić analizę wyników i wyznaczyć dla badanego materiału średnicę krytyczną D_K .

D. Opracowanie wyników i sprawozdania

Opracowane sprawozdanie z ćwiczenia winno zawierać następujące ważniejsze dane:

1. Temat i cel ćwiczenia.
2. Uzasadnienie doboru metody badawczej.
3. Przygotowanie próbek.
4. Szkice przyrządu hartowniczego.
5. Przebieg ćwiczenia.
6. Analizę wyników badań i wnioski.

Pytania kontrolne

1. Istota przemiany martenzytycznej.
2. Rodzaje hartowania stali.
3. Wpływ węgla na własności i hartowanie stali.
4. Wpływ dodatków stopowych na hartowność.
5. Metody badania hartowności stali.
6. Metoda Jominy'ego.
7. Wykorzystanie krzywej hartowności do racjonalnego doboru stali na elementy maszyn.
8. Pasma hartowności.

9. Średnica krytyczna, prędkość krytyczna i idealna średnica krytyczna.

Literatura

1. Crafts M., Lamont J. L. — Hartowność i dobór stali, PWT Warszawa 1958
2. Weroński A. — Teoretyczne podstawy hartowania natryskowego, Lublin 1979
3. Fiedorow W. J., Kabesko N. T. — Issledowanije tiepłowych prociesow pro zakałkie stali. Miałtłowiedienie i Tiern. Obr. Miałtłow 1970
4. Praca zbiorowa, autor działu T. Pełczyński — Obróbka cieplna stopów żelaza, WNT, Warszawa 1977
5. Biernsztajn M. Ł., Rachsztabta A. G. — Miałtłowiedienie i Tiern. Obrabotka Stali, Moskwa 1961
6. Nekano T., Tekada B. i in. — Study on the Fog. Quenching Method, I. Iron and Steel Inst., t. 50, Japan 1963
7. Weroński A. — Z technologii hartowania płyt, Wiadomości Hutnicze, Nr 1, 1979
8. Weroński A. — Hartowanie natryskowe części płaskich. Przegląd Mechaniczny Nr 15, 1973
9. Wyatt O., Dew-Hughes D. — Wprowadzenie do inżynierii materiałowej, WNT Warszawa 1978
10. Nutting J. — Metaloznawstwo stali stopowych. Hutnik nr 12, 1969
11. Guy A. G. — Wprowadzenie do nauki o materiałach. PWN, Warszawa 1977

16. KLASYFIKACJA I ZNAKOWANIE METALI I STOPÓW WEDŁUG PN

16.1. Stale

16.1.1. Kryteria klasyfikacji

Klasyfikacja gatunków stali na grupy opiera się według PN–57/H–01000 na następujących kryteriach:

- a/ składzie chemicznym. Wyróżnia się dwie grupy stali:
 - węglowe, zawierające domieszki w ilościach nie przekraczających ustalonych umownie wartości;
 - stopowe, zawierające składniki stopowe w ilości określonej normami dla poszczególnych gatunków;
- b/ podstawowym zastosowaniu. Wyróżnia się trzy grupy: stale konstrukcyjne, narzędziowe i o szczególnych własnościach;
- c/ stopniu czystości. Wyróżnia się trzy grupy jakości ze względu na zawartość zanieczyszczeń P i S: stale zwykłej jakości, wyższej jakości i najwyższej jakości;
- d/ szczególnym przeznaczeniu. W ramach grup, ze względu na zastosowanie podstawowe, mogą być wydzielone grupy dodatkowe.

Podział na grupy pod względem zastosowania szczegółowego przedstawia tablica 16.1. Ponadto, w każdej grupie, zależnie od składu chemicznego, wyróżnia się gatunki stali.

16.1.2. Znakowanie stali

Znakowanie stali nie jest jednolite. Ogólnie znak stali, określający jej gatunek, składa się najczęściej z symboli literowych i liczbowych, wskazujących na skład chemiczny stali i ewentualnie jej przeznaczenie. Symbole literowe dotyczą składników stopowych, przeznaczenia, szczególnych wymagań. Symbole liczbowe dotyczą zawartości procentowej pierwiastków lub odróżniają gatunki jako cyfry porządkowe. W tablicy 16.2. zestawione są symbole składników stopowych stosowane do znakowania stali w poszczególnych grupach. Szczegółowy sposób znakowania omówiony zostanie w rozbiciu na grupy.

Symbole literowe składników stopowych stosowane do znakowania stali

Pierwiastek	Symbol literowy			
	stale konstrukcyjne stopowe	stale narzędziowe stopowe		
		do pracy na zimno	do pracy na gorąco	szybkotnące
Cr	H	C	C	–
Mn	G	M	M	–
Nb	Nb	–	–	–
W	W	W	W	W
V	F	V	V	V
Ni	N	–	N	–
Mo	M	L	L	M
Ti	T	–	–	–
Cu	Cu	–	–	–
Al	J	–	–	–
B	B	–	B	–
Si	S	S	S	–
Co	K	–	–	K
C	–	–	–	C
Si+Cr+W+V	–	Z	–	–
Cr+Ni+V	–	P	–	–

Stale konstrukcyjne węglowe

Znak stali konstrukcyjnych węglowych zwykłej jakości (PN–72/H–84020) składa się z symbolu St i liczby porządkowej 0, 2, 3, 4, 5, 6, 7 dla odróżnienia gatunków o różnej zawartości węgla i własnościach mechanicznych. Znak taki uzupełnia się dodatkowymi symbolami literowymi, umieszczanymi na końcu, oznaczającymi szczególne wymagania lub zastosowanie.

Stale konstrukcyjne węglowe wyższej jakości znakuje się (PN–75/H–84019) liczbą dwucyfrową, określającą średnią zawartość węgla w setnych częściach procentu. Na końcu znaku umieszcza się literowe oznaczenie szczególnych wymagań, a z przodu ewentualnie szczególnego przeznaczenia (np. P – dla kolejnictwa). Częściej stosowane oznaczenia literowe szczególnych wymagań są następujące:

X – nieuspokojona,

Y – półuspokojona,

G – o podwyższonej zawartości Mn,

A – o zawężonym zakresie składników,

U, UT, M, D, J – do określania wymagań udarności np. zwykłej jakości: St0S, St3S, St4S, St5, wyższej jakości: 10, 15, 35, 15G, 08X, P55G.

Stale konstrukcyjne stopowe

Znak stali konstrukcyjnych stopowych składa się (PN–72/H–84030) z liczb i liter. Dwie pierwsze cyfry określają średnią zawartość węgla w setnych częściach %, litery – pierwiastki stopowe zgodnie z tablicą 16.2., liczby za literami – zawartość średnią, zaokrągloną do całkowitych procentów tych pierwiastków, jeśli ich zawartość przekracza 1,5%. Ponadto na końcu może być umieszczony symbol literowy, dotyczący szczególnych wymagań lub technologii np. A – przy wyższych wymaganiach składu, Ż, Żs, Pr – jeśli określamy sposób wytopu (elektrożuźlowo, rafinowanie żużłem syntetycznym, próżniowo) np. do nawęglania 20H, 15HN, do ulepszania 35HGS, 60HGSA, 20H2N4A. Pewien wyjątek stanowią stale na łożyska toczne, których znak zgodnie z PN–74/H–84041 składa się z symboli literowych: Ł – wskazującego na przeznaczenie, następnie liter oznaczających podstawowe pierwiastki stopowe; po symbolu chromu (H) podana jest jego średnia zawartość w dziesiątych częściach % np. ŁH15, ŁH15SG.

Stale narzędziowe węglowe

Znak stali narzędziowych węglowych składa się (PN–78/H–85020) z litery N i liczby określającej średnią zawartość procentową węgla w dziesiątych częściach %. Dla stali płytkohartującej się na końcu umieszcza się dodatkowo literę E, np.: N7, N7E (~ 0,7%C), N13 (~ 1,3% C), N11E, N11.

Stale narzędziowe stopowe

W tej grupie stali pierwsza litera oznacza zastosowanie:

- N – do pracy na zimno
- W – do pracy na gorąco
- S – szybko tnąca

Dalsze litery podają, w przypadku stali do pracy na zimno (PN–77/H–85023) i do pracy na gorąco (PN–77/H–85021) składniki stopowe oznaczone wg tablicy 16.2. Gatunki o tych samych składnikach stopowych odróżnia się cyframi na końcu znaku np. NW1, NC6, NC11, WWS1, WCL, WNL. Dla stali szybko tnących (PN–77/H–85022) po literze głównej S umieszcza się literę symbolizującą charakterystyczny składnik (patrz tablica 16.2.) i liczbę określającą zawartość tego pierwiastka w %, a następnie ewentualnie literę dla następnego charakterystycznego pierwiastka np. SW18, SK5V, SW7M, SKC.

Stale o szczególnych własnościach

Ze stali o szczególnych własnościach najszersze zastosowanie mają stale odporne na korozję – nierdzewne i kwasoodporne oraz stale żaroodporne i żarowytrzymałe. Znak tych stali składa się z liter i liczb (PN–71/H–86020 i PN–71/H–86022). Oznaczenia literowe charakterystycznych pierwiastków stosuje się takie, jak dla stali konstrukcyjnych stopowych (tablica 16.2.). Liczby po literach określają zawartość danego składnika stopowego w procentach (zaokrągloną do liczb całkowitych). Gdy gatunki różnią się tylko zawartością węgla, przed znakiem umieszcza się dodatkowe liczby odróżniające np. odporne na korozję: H17, OH18N9 (max 0,07% C), 1H18N9 (max 0,12% C), 1H13,

3H13, żaroodporne: H26N4, H20N12S2, H18JS, zaworowe: H9S2, 50H21G9N4.

16.2. Żeliwa

16.2.1. Klasyfikacja żeliw

Żeliwa, zgodnie z PN–80/H–01552, dzieli się w zależności od postaci węgla oraz w zależności od struktury osnowy. Podział w zależności od postaci węgla jest następujący:

Zb – żeliwo białe – węgiel związany

Zl – żeliwo szare – grafit płatkowy lub gwiazdkowy

Zw – wermikularne – grafit w postaci krętkowej

Zs – sferoidalne – grafit kulkowy

Zc – ciągliwe – grafit postrzępiony lub zwarty po obróbce cieplnej

Zcb – ciągliwe białe – z warstwą odwęgloną

Zcc – ciągliwe czarne – grafit w osnowie ferrytu po obróbce cieplnej

Zcp – ciągliwe perlityczne – grafit w osnowie perlitu po obróbce cieplnej.

W zależności od struktury osnowy wyróżnia się odmiany:

- niestopowe
- stopowe (nisko, średnio lub wysokostopowe).

16.2.2. Znakowanie żeliw

Gatunki żeliw określone są w zależności od własności mechanicznych lub składu chemicznego. Sposób znakowania gatunków jest uzależniony od tego, czy jest to żeliwo zwykłe czy stopowe.

Żeliwa niestopowe

Dla żeliw niestopowych znak składa się z liter określających rodzaj żeliwa ze względu na postać węgla (zgodnie z symbolami podanymi w rozdz. 16.2.1. np. Zl, Zs) oraz cyfr, z których trzy pierwsze oznaczają minimalną wytrzymałość na rozciąganie w MPa i dwie następne minimalne wydłużenie w % (PN–76/H–83125, PN–78/H–83221) z wyjątkiem znaku dla żeliwa szarego (PN–76/H–83101), dla którego nie podaje się wydłużenia, np. Zs40012, Zcc35010, Zl250.

Żeliwa stopowe

Dla żeliw stopowych po literach określających postać węgla (rozdz. 16.2.1.) umieszcza się symbol chemiczny głównego pierwiastka stopowego (np. Si, Cr, Mn) a następnie liczbę określającą średnią zawartość tego pierwiastka %, przy czym dla żeliw niskostopo-

owych zawartość podaje się z dokładnością do 0,1% a dla średnio i wysokostopowych z dokładnością do 1%. Dalej umieszcza się ewentualnie symbole dalszych składników stopowych (np. PN od PN–79/H-83111 do PN–79/H–83115, PN–71/H–83125, PN–78/H–83139 i in.) np. ZISi5Cr, ZICr0,4V, ZsNi22.

16.3. Stopy metali nieżelaznych

16.3.1. Klasyfikacja metali i stopów metali nieżelaznych

Stopy metali nieżelaznych dzieli się na rodzaje według głównego dodatku stopowego; określenia rodzajów są pochodne od nazwy tego dodatku (PN–71/H–01016). Wyjątek stanowią stopy miedzi, dla których dopuszcza się określenia: mosiądze, brązy, miedzionikle i mosiądze wysokonikłowe.

Rodzaje stopów dzieli się na grupy gatunków, według dodatków stopowych. Określenie grupy gatunków jest pochodne od nazwy głównego dodatku stopowego dla stopów dwuskładnikowych a od nazwy dodatków stopowych głównego i drugiego dla stopów wieloskładnikowych np. brązy cynowe, stopy cynkowo-aluminiowo-miedziowe itp. Bardziej szczegółowa klasyfikacja dla stopów miedzi podana została w tablicy 16.3.

Tablica 16.3.
Klasyfikacja szczegółowa stopów miedzi

Rodzaj stopu	Grupa gatunków	Gatunek
Mosiądze	dwuskładnikowe alumińowe cynowe krzemowe manganowe :	CuZn ... CuZn ... Al ... CuZn ... Sn ... CuZn ... Si ... CuZn ... Mn CuZn ... - ...
Miedzionikle	dwuskładnikowe alumińowe krzemowe :	CuNi ... CuNi ... Al ... CuNi ... Si ... CuNi ... - ...
Mosiądze wysoko- nikłowe	wieloskładnikowe	CuZn ... Ni ...
Brązy	alumińowe dwuskładnikowe alumińowo-żelazowe : berylowo-nikłowe cynowo-fosforowe :	CuAl ... CuAl ... Fe ... CuBe ... Ni ... CuSn ... P ... :

Klasyfikację szczegółową na gatunki tworzy się według składu chemicznego, jak podane zostało wyżej, ale w przypadkach uzasadnionych tworzy się również klasyfikację szczegółową według zastosowania i własności np. podział na stopy odlewnicze i do przeróbki plastycznej.

16.3.2. Oznaczanie gatunków metali i stopów nieżelaznych

Do oznaczania w klasyfikacji szczegółowej stosuje się znaki i cechy.

Znaki, będące oznaczeniami literowymi lub literowo-liczbowymi, wyrażają skrótowo czystość metalu lub skład chemiczny stopu.

Cechy są umownymi skrótowymi oznaczeniami literowymi, literowo-liczbowymi lub barwnymi. Znaki dla wszystkich metali i stopów metali nieżelaznych tworzy się według jednolitych zasad (PN-77/H-01705).

Znakowanie metali

Metale oznacza się symbolem chemicznym metalu i liczbą wyrażającą jego minimalną procentową zawartość. Na końcu liczby, po przecinku nie podaje się cyfry 0 ani znaku %. Jeśli metale są tej samej czystości, lecz o różnych zanieczyszczeniach lub przeznaczeniu, na końcu dodaje się dodatkową literę np. Zn99,95,Cu 99,7G (miedź rafinowana ogniowo).

Znakowanie stopów

Znak stopu składa się kolejno z symbolu chemicznego metalu podstawowego (np. Cu, Al), symbolu chemicznego najważniejszego dodatku stopowego i jego zawartości procentowej (np. CuZn43) i dalszych pierwiastków stopowych z ich zawartością procentową, jeśli przekracza 1%. W przypadku jednakowej zawartości dwóch lub więcej dodatków stopowych, o ich kolejności decyduje porządek alfabetyczny symbolu chemicznego np.: CuZn43Mn4Pb3Fe., AlCu7Si5.

Zasady tworzenia cech

Cechy metali i stopów regulują normy klasyfikacyjne, w których cecha powinna być podana obok znaku. Jednolite zasady cechowania nie zostały dotąd opracowane. Dla poszczególnych rodzajów stopów lub grup gatunków obowiązują pewne zasady cechowania, ale nie są one objęte Polskimi Normami (w PN podane są gotowe cechy). Dlatego podane tu zostaną przykładowo sposoby cechowania niektórych stopów, ale w praktyce istnieje konieczność sprawdzania każdorazowo zgodności cechy ze znakiem w odpowiednich normach klasyfikacyjnych.

Przykłady cechowania

Dla mosiądzów pierwsza litera cechy określa rodzaj stopu (M – mosiądz), druga

litera oznacza dodatek stopowy w największej ilości (po składniku głównym, którego cecha nie podaje). Liczba określa w procentach sumę zawartości miedzi i tego dodatku stopowego, którego symbol umieszczony jest w cesze, np. dla stopu CuZn50Mn3Fe cechą będzie MM55 (patrz np. PN–79/H–87026, PN–77/H–87025 i in.). Dla brązów pierwszą literą cechy jest B. Następnie, dla brązów o głównym składniku Sn lub Pb następują liczby. określające kolejno % Sn, % Zn i % Pb, a dla brązów. aluminiowych i krzemowych litery A (aluminium) lub K (krzem) i dopiero liczby określające procentową zawartość kolejnych składników stopowych np. B 525 dla CuSn5Pb25 , BA 1032 dla CuAl10Fe3Mn2 (wg PN–79/H–87026, PN–77/H–87050 i in.).

Dla stopów aluminium cecha odróżnia stopy odlewnicze (pierwsza litera A) i stopy do przeróbki plastycznej (PA). W stopach odlewniczych następną literą jest symbolem głównego składnika stopowego (K-Si, G-Mg, M-Cu). Po literach następują liczby określające % głównego składnika, gdy stop jest dwuskładnikowy lub zawartość tego składnika jest znaczna, oraz % składnika głównego i % składnika następnego, gdy zawartość głównego nie przekracza 9%. W stopach do przeróbki plastycznej liczby odróżniają tylko stopy (są umowne) np. AM75, dla AlCu7Si5 , PA 1 dla AlMn1 , PA 31 dla AlCu2SiMn , (patrz PN–79/H–88026, PN–77/H–88027). W stopach magnezu pierwszą literą cechy jest G, następną – litera oznaczająca główny składnik stopowy (A – Al, Z – Zn, M – Mn, RE – metale ziem rzadkich); cyfra na końcu oznacza zawartość głównego składnika stopowego w procentach. Nie ma różnicy w cechowaniu stopów Mg do przeróbki plastycznej i odlewniczych. Przykłady cechowania: GA 3 dla MgAl3ZnMn , GA 8 dla MgAl8ZnMn , GZ 3 dla MgZn3Zr , GME dla MgMn2Ce (PN–75/H–88050, PN–64/H–88051). Dla stopów cynku cecha składa się z oznaczenia Z i liczb podających zawartość Al i Cu w procentach, np.: Zn40 dla ZnAl4 , Zn43 dla ZnAl4Cu3 , Zn 105 dla ZnAl10Cu5 , (wg PN–80/H–87101 i PN–80/H–87102).

Dla stopów cyny i ołowiu cecha wyróżnia zastosowanie stopów, np. cecha stopów niskotopliwych zaczyna się literą T, drukarskich D, łożyskowych Ł (PN–71/H–87203, PN–78/H–87202, PN–71/H–87111).

Podana klasyfikacja, znakowanie i cechowanie nie dotyczą stopów tytanu, które nie są w Polsce produkowane, a więc nie są objęte Polskimi Normami. Gatunki stosowane w kraju znakowane są według odpowiednich norm zagranicznych, np.: BT3, BT5, BTG wg GOST (ZSRR), A–110AT, C–110M, T–155A wg ASTM (USA), Ti–314 wg BS (Wielka Brytania). Należy jeszcze dodać, że cechy, zgodnie z PN–77/H–01705, dopuszczone są do stosowania w dokumentacji zewnętrznej, ale tylko łącznie z numerem normy klasyfikacyjnej lub przedmiotowej.

17. OBRÓBKA CIEPLNA STOPÓW METALI NIEŻELAZNYCH

17.1. Wprowadzenie

Obróbka cieplna metali lub stopów jest możliwa w trzech przypadkach:

- jeżeli metal podlega przemianom alotropowym,
- jeżeli tworzy stałe roztwory graniczne o rozpuszczalności zmiennej wraz z temperaturą,
- jeżeli po obróbce plastycznej na zimno rekrytalizuje w temperaturach wyższych od temperatury otoczenia.

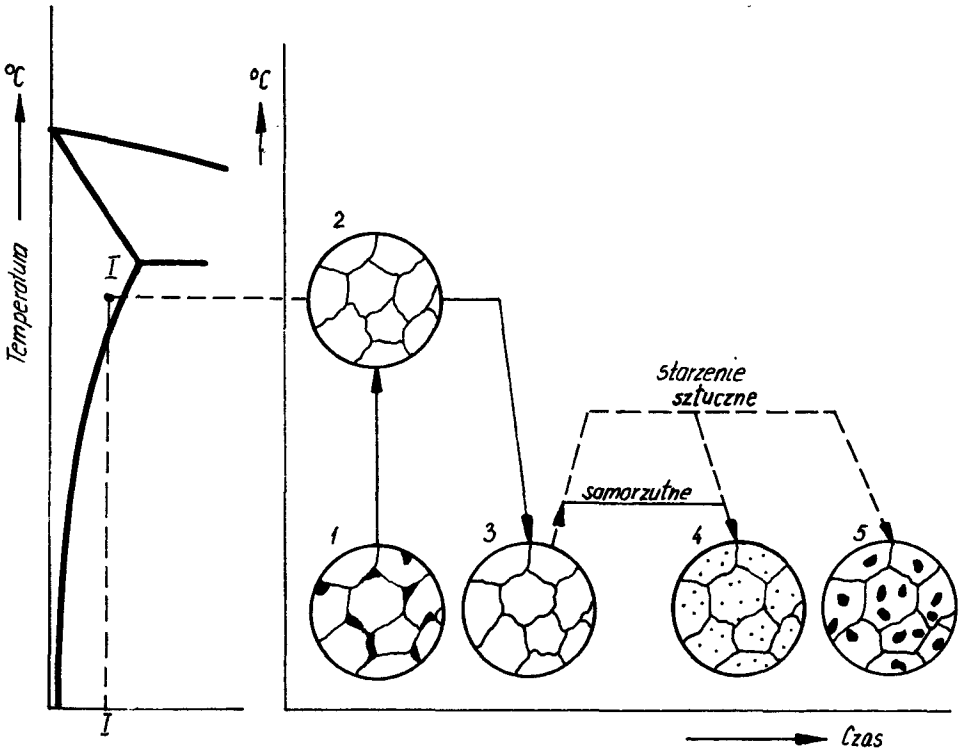
Metale nieżelazne i ich stopy, najczęściej stosowane w praktyce, nie posiadają odmian alotropowych, posiadają natomiast zmienną rozpuszczalność w stanie stałym dodatków stopowych lub ich związków, która jest zależna od temperatury. Ta zmienna rozpuszczalność w stanie stałym umożliwia stosowanie do szeregu ważnych technicznie stopów metali nieżelaznych obróbki cieplnej polegającej na przesycaaniu i starzeniu czyli tzw. utwardzaniu wydzieleniowemu. Zabiegiem wyjątkowym, stosowanym do niektórych brązów aluminiowych, jest ulepszanie cieplne tych stopów (hartowanie i wysokie odpuszczanie).

Poza tym metale i stopy nieżelazne podlegają ogólnym prawom krystalizacji i rekrytalizacji po zgnieciu, w związku z czym mogą one być poddawane różnym rodzajom wyżarzania.

17.2. Utwardzanie wydzieleniowe

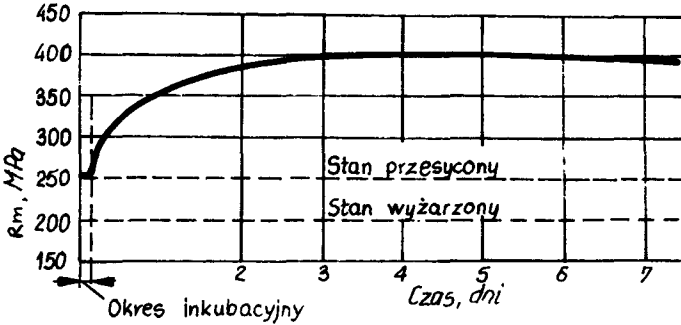
Utwardzanie wydzieleniowe, zwane również utwardzaniem dyspersyjnym może być stosowane jedynie do takich stopów metali, które w temperaturach pracy tworzą mieszaninę faz, a przy podgrzewaniu przechodzą w roztwór stały graniczny, o rozpuszczalności rosnącej ze wzrostem temperatury. Drugi warunek dla przeprowadzenia utwardzania wydzieleniowego postuluje, że średnica atomu składnika rozpuszczającego się nie może być większa od średnicy atomu metalu rozpuszczalnika. Warunek ten jest szczególnie ważny wówczas, gdy oba pierwiastki, rozpuszczalnik i rozpuszczający się, charakteryzują się tą samą budową krystalograficzną.

Utwardzanie wydzieleniowe składa się z dwóch zabiegów – przesycaenia i starzenia. Przesycaenie polega na nagraniu stopu do temperatury w której wydzielony składnik przechodzi bez przemiany alotropowej do roztworu stałego, wygrzaniu w tej temperaturze, a następnie chłodzeniu w celu zatrzymania rozpuszczonego składnika w roztworze przesyconym. Starzenie polega na nagraniu uprzednio przesyconego stopu do temperatury, w której następuje szybkie wydzielanie się uprzednio rozpuszczonego składnika, a następnie dowolnym chłodzeniu. Jeżeli proces ten przebiega w temperaturze otoczenia, to określa się go jako starzenie naturalne. Utwardzanie wydzieleniowe (dyspersyjne) stosuje się przeważnie do stopów aluminium (rys. 17.1.).

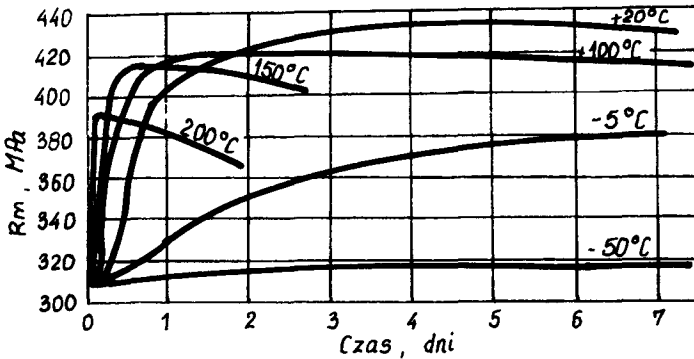


Rys. 17.1. Schemat przemiany struktury w stopie przy przesycaeniu i starzeniu

Obróbka taka zastosowana do stopu $AlCu_4$, który w stanie wyżarzonym ma $R_m =$ = ok. 200 MPa, może spowodować po starzeniu naturalnym dwukrotny wzrost jego wartości R_m . Potrzeba jednak na to 4–5 dni. Na rys. 17.2. przedstawiono wykres ilustrujący zależność wytrzymałości na rozciąganie od czasu starzenia. Inny charakter mają krzywe umocnienia otrzymane przy starzeniu sztucznym (rys. 17.3.), gdzie pojawia się wyraźne maksimum, które obniża się i przesuwa ku krótszym czasom w miarę wzrostu tempera-

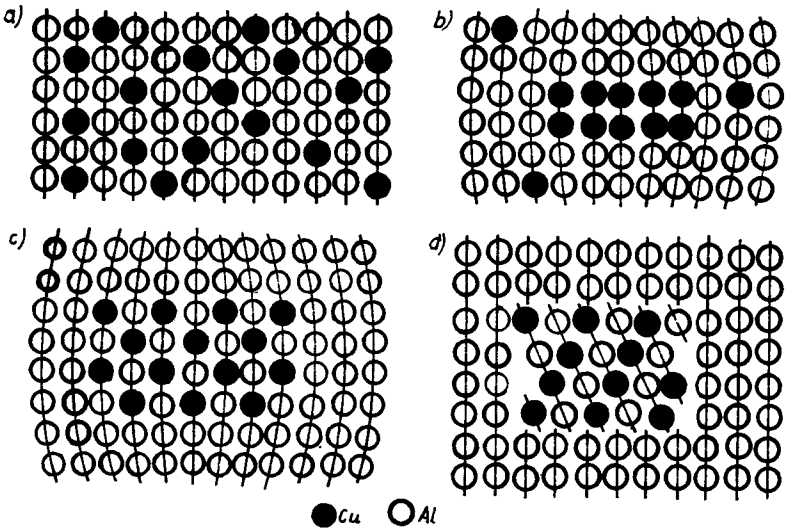


Rys. 17.2. Zależność wytrzymałości stopu Al-Cu od czasu starzenia w temperaturze pokojowej (wg K. Przybyłowicza)



Rys. 17.3. Krzywe umocnienia duralu starzonego przy różnych temperaturach (wg A. P. Gulajewa)

ture starzenia. Na temat procesu starzenia istnieje wiele hipotez. Obecnie proces starzenia tłumaczy się tworzeniem w materiale przesyconym tzw. stref Guinier-Prestona (rys. 17.4.). Atomy składnika przesycającego zajmujące w roztworze przesyconym dowolne miejsca, na skutek wpływu temperatury tworzą w płaszczyznach $\{100\}$ skupiska atomów miedzi zwanych strefami Guinier-Prestona (G-P). Są to cienkie płytki o grubości i średnicy kilkudziesięciu Å. Sieć krystaliczna tych segregacji nie ulega zmianie. Powodują one duże naprężenia w sieci i wzrost twardości. Starzenie naturalne kończy się na powstaniu dyspersyjnych stref G-P. Wymiar tych stref wzrasta w miarę podwyższania temperatury starzenia, co tłumaczy spadek twardości stopu. Starzenie przy podwyższonych temperaturach powoduje, że koncentracja Cu w strefach G-P osiąga wartość odpowiadającą stechiometrycznie związkowi CuAl_2 , co stwarza możliwość zmiany sieci krystalicznej. Początkowo powstaje faza przejściowa θ'' o sieci tetragonalnej, koherentna z osnową, która następnie ulega przemianom w fazę o sieci regularnej θ' częściowo ko-



Rys. 17.4. Stadia starzenia stopu Al-Cu: a/ faza początkowa, b/ faza θ'' , c/ faza θ' , d/ faza θ (wg S. Prowansa)

herentną z roztworem ω . Koherentne wydzielenia silnie umacniają stop, powodując wzrost twardości. Ze wzrostem czasu starzenia następuje czwarte stadium, polegające na przemianie fazy θ' w równowagową fazę θ – CuAl_2 , czemu towarzyszy zerwanie koherencji i zmniejszenie naprężeń. Powoduje to spadek twardości, co nazywamy efektem przestarzenia. W czwartym stadium można już obserwować płytkowe cząstki wydzieleni pod mikroskopem optycznym.

Opisany mechanizm starzenia tłumaczy tzw. zjawisko nawrotu. Jeżeli stop starzony naturalnie nagrzejemy do temperatury np. 200°C , wówczas twardość stopu szybko maleje. Jest to spowodowane rozproszeniem nietrwałych stref G–P w roztworze stałym, co stwarza po ochłodzeniu możliwość ponownego starzenia.

17.3. Zgniot i rekrytalizacja

Odształcenie plastyczne wywołuje w metalach zaburzenia struktury krystalicznej na skutek powstawania różnych defektów sieci takich jak wakanse, dyslokacje, atomy w położeniach międzywęzłowych oraz bliźniaki odształcenia.

Poszczególne typy defektów nie wpływają jednakowo na różne własności metalu, np. wakanse i atomy międzywęzłowe wpływają decydująco na własności elektryczne. Wzrost ich koncentracji wywołuje zwiększenie oporności elektrycznej. Wzrost gęstości dyslokacji, a także pojawienie się bliźniaków powoduje umocnienie mechaniczne, które objawia się podwyższeniem twardości, granicy plastyczności i wytrzymałości na rozciąganie oraz obniżeniem wydłużenia, przewężenia i udarności.

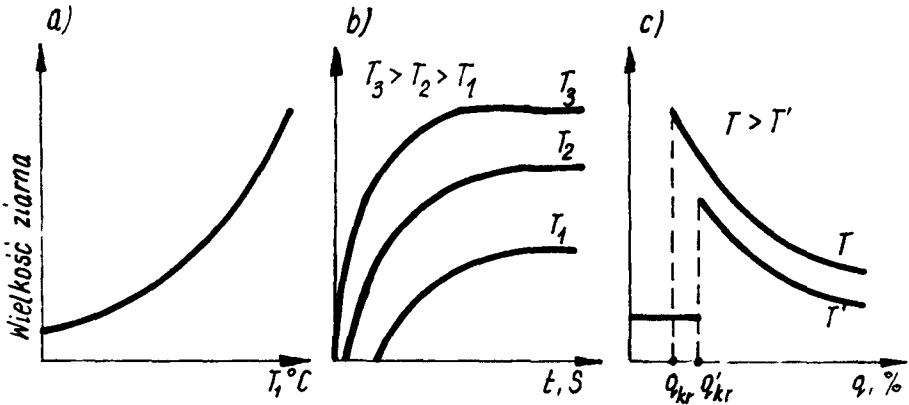
Całość zmian własności fizycznych i mechanicznych metali i stopów wywołanych odkształceniem plastycznym na zimno tj. poniżej pewnej granicy temperatury zwanej temperaturą rekrytalizacji, nazywamy zgniotem. Miarą zgniotu Z , może być zmiana przekroju poprzecznego np. po walcowaniu lub ciągnienu, względnie zmiana głównego wymiaru przedmiotu, np. wydłużenia podczas rozciągania lub zmiana wysokości przy ściskaniu.

Obliczone zgnioty na podstawie różnych wymiarów charakterystycznych przedmiotu nie mogą być jednak ze sobą porównywalne. Przez odkształcenie na zimno materiał umacnia się. Istotną przyczyną umocnienia jest powstanie wielu defektów sieci, co hamuje zdolność przemieszczania się dyslokacji. Hamowanie i blokowanie dyslokacji następuje na skutek ich spiętrzeń oraz poruszania się w różnych systemach poślizgu, co powoduje, że coraz większe naprężenie jest konieczne do dalszego odkształcenia. Efektem odkształcenia plastycznego jest również stopniowe wydłużanie się ziarn w kierunku przeróbki plastycznej. Wynikiem tego jest powstawanie struktury włóknistej nazywanej teksturą zgniotu i związanej z nią anizotropii własności. Materiał po zgniocie stanowi układ termodynamicznie nietrwały z powodu dużego zasobu swobodnej energii powierzchniowej. Ten zasób energii jest częścią odkształcenia, która została zużytkowana na zniekształcenie wewnętrznej budowy materiału. W celu usunięcia skutków zgniotu stosuje się podgrzewanie. Operację taką nazywa się wyżarzaniem rekrytalizującym. Kolejno zachodzą wówczas:

- zdrowienie (nawrót),
- rekrytalizacja (rekrytalizacja pierwotna),
- rozrost ziarn (rekrytalizacja wtórna).

Zdrowienie polega na częściowym zanikaniu naprężeń wewnętrznych i zniekształceń sieci przestrzennej. Własności mechaniczne jak wytrzymałość na rozciąganie oraz twardość ulegają nieznacznemu zmniejszeniu, zmiany w strukturze jeszcze się nie pojawiają. W etapie tym powstają zarodki krytalizacji, które są zaczątkiem powstawania nowych ziarn. Rekrytalizacja pierwotna zachodzi po przekroczeniu tzw. temperatury rekrytalizacji. Teoretycznie wynosi ona dla metali ok. 40%, a dla roztworów stałych ok. 60% bezwzględnej temperatury topnienia. Zarodki ziarn rozrastają się kosztem ziarn odkształconych. Struktura zgnieciona przekształca się tworząc zupełnie nowe ziarna. Pociąga to za sobą zmiany własności materiału – wytrzymałość i twardość maleją, własności plastyczne rosną. Dalsze nagrzewanie wywołuje początkowo powolny rozrost ziarn, a następnie coraz szybszy – nazywa się to rekrytalizacją wtórną.

Wielkość ziarn zrekrystalizowanych zależy głównie od wielkości zgniotu. Dla niewielkiego zgniotu tzw. zgniotu krytycznego, następuje w wyniku wyżarzania bardzo znaczny rozrost ziarn, którego należy unikać. Przedłużanie czasu wyżarzania wpływa również na rozrost ziarn (rys. 17.5.). Duże ziarna są niekorzystne z punktu widzenia użytkownika, gdyż obniżają udarność materiału, oraz posiada on nierównomierne własności mechaniczne.



Rys. 17.5. Wpływ temperatury (a), czasu (b) i stopnia odkształcenia (c) na wielkość ziarna po rekrytalizacji

17.4. Obróbka cieplna mosiądzów

Obróbka cieplna mosiądzów tak zwykłych jak i specjalnych ogranicza się do wyżarzania ujednorodniającego, rekrytalizującego i odprężającego.

Wyżarzanie ujednorodniające stosuje się zarówno do stopów odlewniczych jak i stopów przerabianych plastycznie. Przeprowadza się je przy temperaturach $800\text{--}850^\circ\text{C}$, celem wyrównania składu chemicznego.

Zasadniczą zmianę struktury osiąga się po przeróbce plastycznej i rekrytalizacji. Mosiądze mogą zawierać fazę α przy zawartości cynku do 35%, powyżej tej zawartości mają budowę dwufazową (ciemne ziarna to faza α , jasne to faza β). Ze wzrostem zawartości cynku ilość fazy β zwiększa się. W pewnym stopniu na strukturę mosiądzu można wpływać drogą obróbki cieplnej przesycań. Przez szybkie chłodzenia można utrwalić strukturę mosiądzu istniejącą przy wysokiej temperaturze, np. przesycańie mosiądzu CuZn37 od temperatury 850°C daje fazę β od ok. 450°C – fazę α , a w zakresie temperatur $450\text{--}850^\circ\text{C}$ fazę ($\alpha + \beta$).

Wyżarzanie mosiądzu i powolne studzenie prowadzi do powstania struktur równowagowych, zgodnie z układem Cu-Zn. W obróbce cieplnej mosiądzów stosuje się także starzenie naprężeniowe. Polega ono na wygrzewaniu stopu w określonej temperaturze, zazwyczaj $200\text{--}225^\circ\text{C}$ przez ok. 4 godz. przy równoczesnym poddawaniu go naprężeniu ok. 40 MPa. W wyniku takiego starzenia naprężeniowego, np. mosiądzu CuZn30 przerobionego plastycznie na zimno z gniosem 50%, wzrasta granica plastyczności przy niewielkim spadku wydłużenia.

17.5. Obróbka cieplna brązów

Brązy cynowe i cynkowo-cynowe.

Obróbka cieplna tych brązów obejmuje wyżarzanie ujednorodniające, rekrytalizujące

i odprężające. Wyżarzanie ujednorodniające i przeróbka plastyczna (możliwa w przypadku brązów niskocynowych), sprzyjają ujednorodnieniu stopu i w efekcie uzyskuje się roztwór stały α z bliźniakami wyżarzania.

Brązy aluminiowe

Brązy przerobione plastycznie na zimno poddaje się wyżarzaniu rekrytalizującemu w temperaturze około 650°C . Podobnie jak dla brązów cynowych, następuje zmiana własności mechanicznych. Typową obróbką brązali zawierających ponad 9,5% Al jest hartowanie i odpuszczanie. Hartowanie polega na nagraniu materiału do temperatury $850\text{--}900^{\circ}\text{C}$, wygrzaniu a następnie szybkim chłodzeniu w wodzie. Zachodzi wówczas przechodzenie fazy β i powstaje struktura iglasta typu martenzytycznego. Po dwugodzinnym odpuszczaniu poniżej 450°C , wydzielają się dyspersyjne cząstki ($\alpha + \gamma'$). Przy wyższych temperaturach odpuszczania następuje koagulacja wydzieli, co prowadzi do obniżenia własności wytrzymałościowych i wzrostu plastyczności.

Ponadto dla brązów aluminiowych stosuje się wyżarzanie odprężające w celu zmniejszenia naprężeń własnych w materiale po zakończonym procesie technologicznym. W temperaturze 100°C wyżarza się materiały wrażliwe na wpływ temperatury (np. BA1032), stopy mniej wrażliwe na wpływ temperatury odpręża się w $150\text{--}200^{\circ}\text{C}$ w czasie kilku godzin.

Bązy krzemowe

Obróbka cieplna brązów krzemowych polega na wyżarzaniu ujednorodniającym i odprężającym. Ponadto brązy do przeróbki plastycznej poddaje się wyżarzaniu rekrytalizującemu, a niektóre takie jak Cu-Si-Ni również utwardzaniu wydzieleniowemu.

17.6. Obróbka cieplna stopów aluminium

Najczęściej stosowaną obróbką cieplną stopów aluminium jest utwardzanie wydzieleniowe. Dotyczy to takich stopów jak Al-Cu, Al-Mg, Al-Mn oraz stopów wieloskładnikowych, w których oprócz Mg i Mn znajduje się dodatek Cu, Si, Zn, Cr. Mechanizm i zasady tej obróbki cieplnej opisano w rozdz. 17.2.

Stopy do przeróbki plastycznej umacnia się przez zgmiot. Często poddawane są kombinowanej obróbce cieplno-plastycznej. Np. stop PA38 najpierw jest przesycany w temperaturze 550°C , następnie odkształcany przez zgmiot i wreszcie starzony samorzutnie lub sztucznie w temperaturze ok. 100°C przez 10 godz. W takim stanie osiąga on dwukrotnie wyższą wytrzymałość niż aluminium. Ponadto w zależności od potrzeb stosuje się różne rodzaje wyżarzania.

17.7. Przebieg ćwiczenia

17.7.1. Utwardzanie wydzieleniowe

A. Cel badań – zastosowanie utwardzania wydzieleniowego do podwyższenia własności

mechanicznych stopów Al.

B. Urządzenia i materiały do badań – twardościomierz Brinella, piece do obróbki cieplnej, próbki stopu PA6 lub PA9, 6 sztuk.

C. Przebieg badań – pomierzyć twardość próbek przed obróbką cieplną metodą Brinella; umieścić wszystkie próbki (6 szt.) w piecu nagrzanym do temperatury 470^o C dla stopu PA9, 520^o C dla stopu PA6; wygrzać je przez 30–45 min (2 min na 1 mm grubości) i przesycać w wodzie; pomierzyć twardość metodą Brinella po przesycaaniu, przesycone próbki poddać starzeniu w temperaturach 100 i 200^o C, umieszczając po 3 próbki w piecu; po 5, 15 i 30 minutach starzenia wyjmować kolejno próbki i chłodzić je w wodzie; przeprowadzić pomiary twardości.

D. Opracowanie wyników i sprawozdania

Sprawozdanie z badań powinno zawierać następujące punkty:

- cel badań, przedmiot badań, spis literatury pomocniczej
- opis przebiegu ćwiczenia
- wyniki pomiarów twardości
- wykres twardości w funkcji parametrów starzenia
- analiza wyników badań i wnioski.

17.7.2. Struktura stopów po obróbce cieplnej

A. Cel badań – zapoznanie się z podstawowymi strukturami durali mosiądzów i brązów po obróbce cieplnej.

B. Urządzenia i materiały do badań – zestaw próbek przygotowanych do obserwacji mikroskopowych, mikroskop metalograficzny, atlas mikrostruktur.

C. Przebieg badań – obserwowane mikrostruktury zidentyfikować z atlasem mikrostruktur, narysować je i opisać, ustalić rodzaj obróbki obserwowanych próbek.

D. Opracowanie wyników i sprawozdania

Sprawozdanie z badań powinno zawierać następujące punkty:

- cel badań, przedmiot badań, spis literatury pomocniczej
- charakterystykę badanych stopów
- rysunki obserwowanych struktur i ich opis
- sposób trawienia próbek i stosowane powiększenia mikroskopu
- analizę wyników badań i wnioski.

Pytania kontrolne

1. Na czym polega przesycanie?
2. Proces starzenia.
3. Charakterystyka stref Guinier-Prestona.
4. Mechanizm starzenia stopów Al-Cu.
5. Zgniot i miara zgniotu.
6. Wyżarzanie rekrytalizujące.
7. Struktura mosiądzów po przesycaniu.
8. Obróbka cieplna brązów.
9. Struktura brązu aluminiowego po ulepszaniu cieplnym.
10. Obróbka cieplno-plastyczna. Przykłady.

Literatura

1. Prowans S. – Materiałoznawstwo, PWN Warszawa 1980
2. Przybyłowicz K. – Metaloznawstwo teoretyczne. Skrypt AGH, Kraków 1978
3. Schuman H. – Metallographie, VEB Leipzig 1975
4. Praca zbiorowa – Materiały do ćwiczeń laboratoryjnych z materiałoznawstwa, Pol. Gdańska 1978
5. Ciszewski A. i in. – Ćwiczenia laboratoryjne z materiałoznawstwa. Wyd. Politechniki Warszawskiej 1979

18. ZMĘCZENIE CIEPLNE METALI

18.1. Zmęczenie mechaniczne

Wytrzymałością zmęczeniową dla określonego cyklu obciążeń nazywa się największe napężenie σ_{max} , przy stosowaniu którego konstrukcja nie ulegnie zniszczeniu po osiągnięciu określonej granicznej liczby cykli N_G . Dla stali konstrukcyjnych i stopów żelaza $-N_G = 10 \cdot 10^6$. Dla metali nieżelaznych $-N_G = 100 \cdot 10^6$ cykli.

W zależności od położenia przebiegu widma w stosunku do osi odciętych na wykresach $\sigma = f(t)$ elementy konstrukcyjne mogą być obciążone jednostronnie dodatnio, odzerowo tętniąco dodatnio, dwustronnie, wahadłowo (symetrycznie), odzerowo tętniąco ujemnie i jednostronnie ujemnie.

Jako kryterium zniszczenia przyjmuje się złom próbki badanej albo powstanie pęknięć warstwy wierzchniej. Przy mniejszej liczbie cykli obciążeń, wówczas gdy powstaje pęknięcie, główną rolę odgrywają odkształcenia plastyczne a mechanizm pęknięcia jest podobny do uzyskiwanego podczas obciążeń statycznych.

Wyniki badań zmęczenia przy małej liczbie cykli prowadzone dla różnych metali wykazują analogiczny rozkład wzajemnie przesunięty na wykresie (18.1.). Liczbę cykli do wystąpienia pęknięć można obliczyć z zależności:

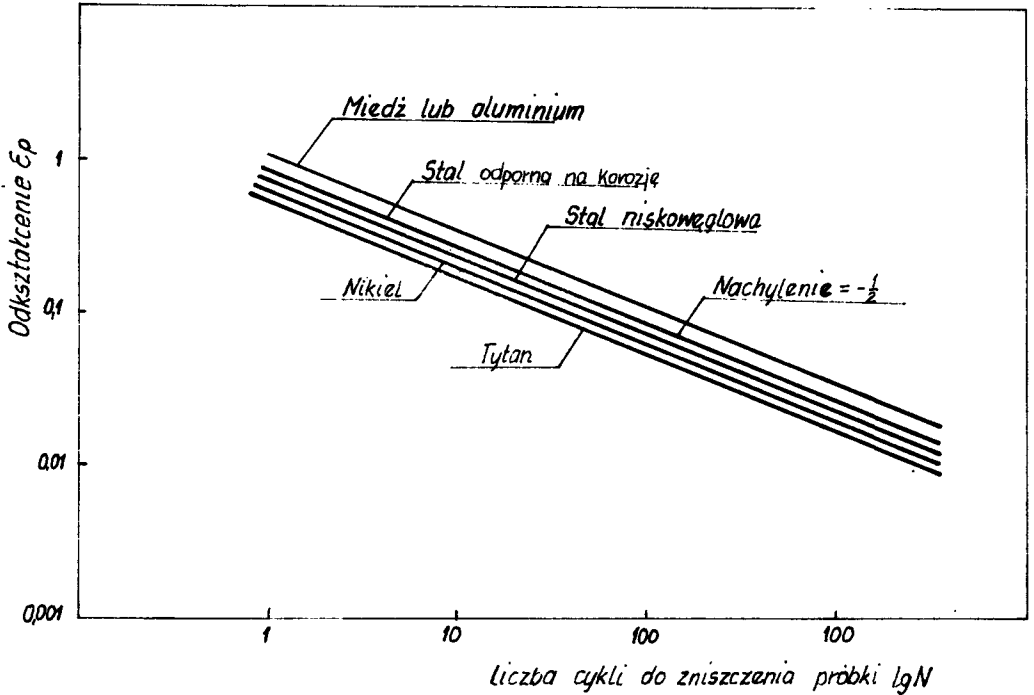
$$N = C \cdot \epsilon_p^{-n}$$

gdzie:

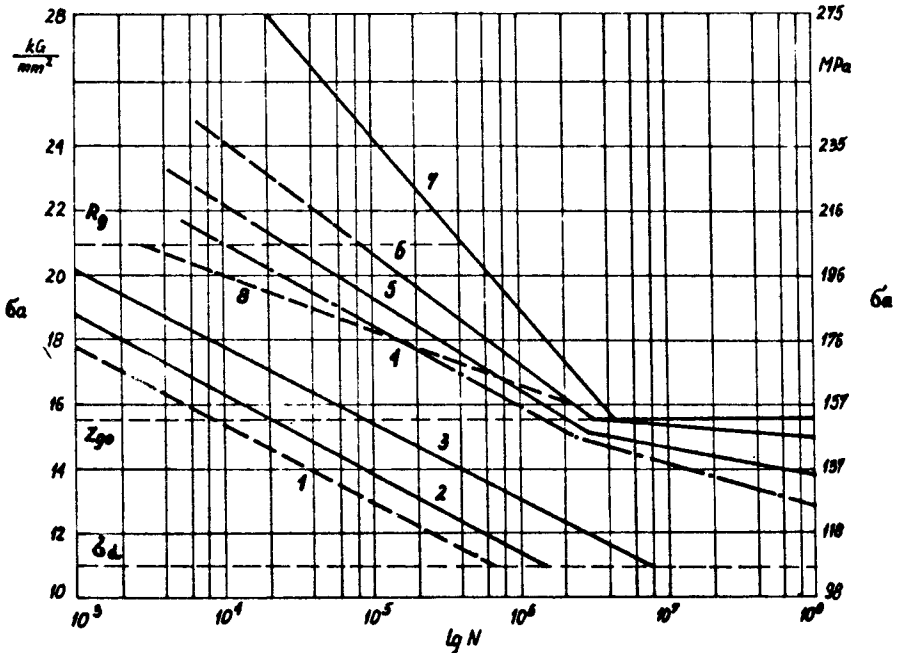
- ϵ_p – amplituda odkształceń plastycznych podczas obciążeń zmiennych,
- C – stała charakteryzująca materiał,
- n – wykładnik potęgowy.

W metalach plastycznych podczas obciążeń zmiennych można wyodrębnić trzy etapy: zarodkowanie pęknięcia, jego rozwój oraz dekohezja materiału gdy pęknięcia osiągną wymiary krytyczne. Zarodkowanie pęknięć tworzy się już w wyniku niepełnej odwracalności odkształceń plastycznych podczas obciążenia, co wywołuje w pasmach poślizgu powstawanie mikrokarbów i na ich wgłębieniach pęknięcia.

Badania prowadzone dla żelaza Armco wykazały, że po płaskim zginaniu wahadłowym można wyróżnić kilka charakterystycznych zakresów oznaczonych na rys. 18.2.



Rys. 18.1. Wpływ liczby cykli do zniszczenia różnych metali na wielkość odkształcenia



Rys. 18.2. Wykres zmęczeniowy dla próbek z żelaza Armco

- 1–2 – wyraźne poślizgi i ich blokada na granicy bloków,
- 2–3 – wstępny rozwój poślizgów oraz zjawisko blokady na granicach ziarn,
- 3–4 – pełny rozwój i łączenie linii w pasma poślizgów w dużej liczbie ziarn,
- 4–5 – intensyfikacja rozwoju pasm z możliwością nukleacji mikropęknięć,
- 5–6 – rozwój pasm i mikropęknięć,
- 6–7 – łączenie się mikropęknięć aż do powstania złomu.

Z podanego opisu wynika, że obciążone próbki pracują mimo występujących mikropęknięć.

Powstały złom zmęczeniowy zawiera najczęściej dwie główne strefy możliwe do obserwacji makroskopowej. Pierwszy obszar stanowi powierzchnia rozprzestrzeniania się pęknięcia zmęczeniowego, która cechuje się widocznym źródłem pęknięcia oraz obszarem rozprzestrzeniania się pęknięcia w postaci układów konturów zbliżonych do koncentrycznych w stosunku do źródła, wyznaczających kolejne położenie frontu pęknięcia. Powierzchnia tej strefy jest gładka co jest wynikiem dużych nacisków powierzchniowych podczas migracji pęknięcia oraz wzajemnym przemieszczaniem się przy zmianie znaku naprężenia. Druga strefa o wielkości prawie 2/3 powierzchni złomu jest wynikiem zniszczenia i w zależności od własności materiału i warunków eksploatacji może przebiegać według mechanizmu określonego jako plastyczny lub kruchy. Powstające kontury koncentryczne na przekroju określa się liniami spoczynkowymi. Wynikają one ze zmiany warunków obciążenia. W części spoczynkowej pęknięcie rozwija się powoli i zanieczyszczenia lub miejscowe utlenienie ujawnia miejsce zapoczątkowania pęknięcia.

Pomimo niewątpliwego postępu wiedzy w zakresie zmęczenia metali nie rozwiązano dotąd w pełni istoty problemu całokształtu zjawisk zachodzących w strukturze różnych metali i stopów. Spośród wielu hipotez i modeli zjawisk, które próbują wyjaśnić zmęczenie można wymienić ważniejsze: mechanizm Cottrella-Halla, model N. Thompsona, mechanizm N. F. Motta, hipotezy umocnienia, hipotezy dyslokacyjne, model A. N. Stroha, hipoteza F. E. Fuijty, hipoteza N. Afanasjewa, hipotezy statystyczne i hipotezy energetyczne.

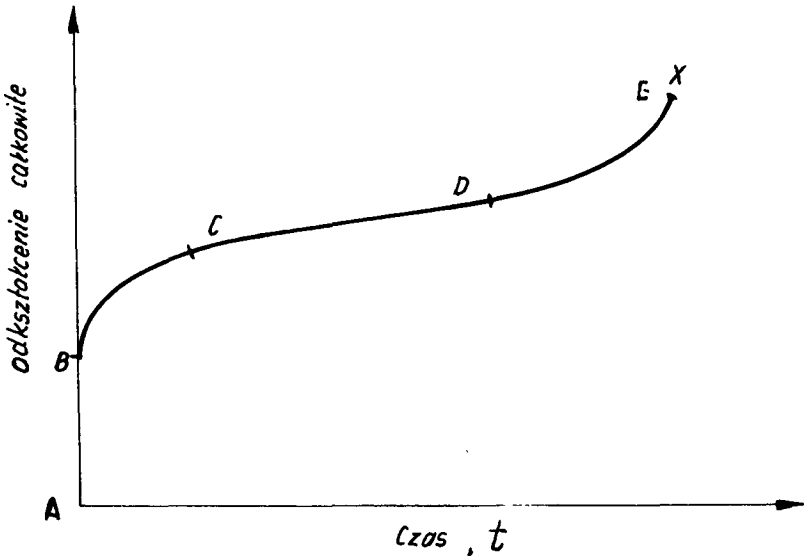
W fazie projektowania elementów przenoszących obciążenia zmienne należy uwzględnić takie czynniki jak wpływ wielkości elementu, wrażliwość materiału na miejscowe spiętrzenie naprężeń, wpływ otaczającego środowiska i jego działanie agresywne oraz duży rozrzut uzyskanych wyników.

18.2. Pełzanie

Przez żarowytrzymałość określa się zdolność materiału do przenoszenia obciążeń w warunkach podwyższonych temperatur. Obciążenia stałe lub zmienne przy temperaturach podwyższonych prowadzą do odkształcania elementów i ich pęknięcia.

Pod pojęciem pełzania rozumie się długotrwały proces odkształcania elementów zachodzący zwykle przy temperaturze podwyższonej w stosunku do pokojowej.

Przebieg zjawisk zachodzących podczas procesu pełzania przedstawiono na rys. 18.3.



Rys. 18.3. Charakterystyka przebiegu procesu pełzania

W początkowym okresie obciążenia występuje zwiększone odkształcenie oznaczone na rysunku odcinkiem AB. W miarę wzrostu temperatury maleje skuteczność przeszkód podczas ruchu dyslokacji i mogą one przemieszczać się w ziarnach już przy mniejszym obciążeniu zewnętrznym. Po okresie tym występuje stadium pełzania początkowego, które oznaczono BC. W miarę upływu czasu prędkość pełzania zmniejsza się i na wykresie uwidacznia się to w postaci linii prostej nachylonej pod małym kątem do osi odciętych. Kąt nachylenia linii do osi zależy od wielu czynników, z których najważniejsze to własności materiału, temperatura, przyłożone pole siłowe oraz stabilność struktury. W zakresie CD przebiega pełzanie określone jako ustalone lub quasilepkie, podczas którego prędkość pełzania jest constans. Zwykle przebieg ten jest najdłuższy. Po tym okresie można wyróżnić zakres DE, określane jako pełzanie przyspieszone aż do zerwania próbki w punkcie E.

Przy analizie pełzania określa się temperaturę homologiczną, to znaczy stosunek temperatury pracy do temperatury topnienia. Różne metale zachowują podobne własności przy tej samej temperaturze homologicznej. Wskazuje to na podobieństwo własności w określonych przedziałach temperatur dla różnych metali. Dodatki stopowe zmieniają się w różny sposób przebiegu pełzania przy określonych temperaturach homologicznych.

W zastosowaniach technicznych żaroodporność stopów zależy głównie od zawartości dodatków stopowych. Natomiast własności żarowytrzymałe, zależą głównie od czyn-

ników strukturalnych, które determinują mechanizmy umocnienia w temperaturach podwyższonych co zależy zarówno do składu chemicznego jak i od technologii wykonania.

Podczas podwyższania temperatury zmniejsza się znacznie umocnienie metalu wywołane różnymi procesami technologicznymi takimi jak dogniatanie lub kulowanie. W procesach tych utwardzanie jest wynikiem odkształcenia co powoduje wzrost gęstości dyslokacji. Podwyższanie temperatury zmienia gęstość dyslokacji, powoduje rekombinacje i wspinanie. Poza tym w wyniku rekrytalizacji tworzą się nowe ziarna, zmniejsza się powierzchnia granic ziarn i występuje anihilacja dyslokacji przy granicach. Przy temperaturze niższej od $0,3 T_H$ dla metali pełzanie można określić z równania:

$$\epsilon = a \ln t + C_1$$

gdzie:

a i C_1 – wielkości stałe zależne od naprężenia i temperatury.

Dla metali i stopów technicznych można z dostateczną dokładnością określić odkształcenie podczas pełzania. Dla wyższego zakresu temperatur to znaczy $\geq 0,3 T_H$ odkształcenie można określić z równania:

$$\epsilon = \beta t^m + C_2$$

gdzie:

β , m , C_2 – współczynniki zależne od temperatury i wielkości naprężenia.

Po zakończeniu okresu pełzania początkowego prędkość pełzania zmniejsza się i odkształcenie wynosi:

$$\epsilon = k \cdot t$$

gdzie:

k – współczynnik stały zależny od temperatury i naprężenia.

W fazie projektowania konstrukcji zakłada się trwałość niektórych elementów na 10 lat lub więcej. Trudno w warunkach laboratoryjnych prowadzić badania pełzania w tak długim czasie. Dlatego podejmuje się wykonanie próby pełzania w krótkim czasie, ale przy nieco podwyższonej temperaturze w stosunku do temperatury pracy albo zakłada się większe naprężenie. Uzyskane wartości nanosi się na wykres w układzie współrzędnych tak, aby otrzymać linię prostą, którą można ekstrapolować do dłuższych czasów zjawiska.

Ważną rzeczą jest umocnienie wydzieleniowe w stalach i stopach. Charakter oddziaływania dyslokacji z wydzieleniami jest zróżnicowany. Przemieszczające się dyslokacje mogą omijać wydzielenie albo też przecinać je na swojej drodze. Zależy to od wielkości wydzielań i ich stopnia dyspersji. Istotnym jest również stabilność wydzielonych faz i ich odporność na rozrost ziarn pod wpływem działania pola naprężeń i temperatury.

W zastosowaniach przemysłowych przyjmuje się, że do zakresu temperatur pracy 770–830 K, stosowane są stale węglowe i niskostopowe, ale trzeba pamiętać, że już

przy 670 K istotnym staje się proces pełzania. Zastosowanie turbin gazowych spowodowało zwiększenie zakresu pracy do 1070 K, co wymaga stosowania innych materiałów w tym stali austenitycznych odpornych na korozję oraz stopów o dużej zawartości niklu i chromu. Zastosowanie tytanu i aluminium powoduje wydzielenie składników strukturalnych zwiększających wytrzymałość na pełzanie. W silnikach odrzutowych stosowane są najczęściej stopy na osnowie kobaltu. Przy wysokich temperaturach pracy ok. 1270 K i powyżej stosowane są stopy na osnowie żarowytrzymałych metali takich jak: molibden, niob, tantal i wolfram. Przy jeszcze wyższych temperaturach stosuje się materiały ceramiczne oraz grafit. Przy wysokich temperaturach występuje oprócz intensywnego pełzania przyspieszony proces utleniania, który niszcząco wpływa na warstwę wierzchnią.

18.3. Zmęczenie cieplne

Proces zmęczenia cieplnego zachodzi w elementach konstrukcyjnych pracujących w warunkach cyklicznych zmian temperatury takich jak na przykład: wirniki turbin, łopatki turbin, wymienniki ciepłe, części reaktorów jądrowych, głowice, zawory i tłoki silników spalinowych. W procesie wytwarzania zmęczeniu cieplnemu podlega oprzyrządowanie i sprzęt przemysłowy, matryce, kowadła do kucia swobodnego, wykrojniki do wykrawania na gorąco, przebijaki, tłoczniki, walce do walcowania na gorąco, wlewnice metalowe, formy odlewnicze i kokile do odśrodkowego odlewania rur żeliwnych. W warunkach zmęczenia cieplnego pracują urządzenia w przemyśle chemicznym a także w technice raketowej i kosmicznej.

Śledzenie procesu zmęczenia cieplnego w elementach konstrukcji jest niezwykle złożone, co wynika głównie z wzajemnego oddziaływania wielu czynników na przebieg tego procesu a także z faktu, że wizualna ocena jest możliwa dopiero w końcowej fazie, gdy wyniki obciążeń powodują dekohezję przypowierzchniową.

Proces zmęczenia cieplnego elementów maszyn rozumiany jako zespół zjawisk zachodzących w materiale jest w początkowej fazie poznawania. Dotyczy to zarówno przebiegów i gradientów temperatur, ich charakterystyk, wywołanych nimi naprężeń oraz wpływu na zmiany struktury szczególnie w warstwie wierzchniej.

W miarę poznawania roli poszczególnych zjawisk i ich wpływu na złożony proces dekohezji okazuje się, że dotychczasowy tradycyjny sposób określania wytrzymałości części maszyn i urządzeń jest niewystarczający.

Przyjmuje się obecnie, że proces zmęczenia cieplnego zachodzi pod wpływem zmian temperatury bez dodatkowego obciążenia siłami zewnętrznymi. Często jednak zachodzi konieczność analizować stan naprężeń taki, gdzie razem z naprężeniami od obciążenia cieplnego należy uwzględnić również naprężenie pochodzące od masy konstrukcji, masy medium czy przyłożonego zewnętrznego pola siłowego. Mówi się wówczas o zmęczeniu cieplno-mechanicznym.

Jednorazowa lub kilkakrotnie powtórzona zmiana temperatury nie powinna w większości przypadków wpływać niekorzystnie na trwałość elementów konstrukcyjnych o ile

kształt geometryczny nie przyczynia się do lokalnej koncentracji naprężeń strefowych. Nieznaczne zmiany występujące w strukturze materiału podczas pojedynczego cyklu mogą w miarę powtarzania cyklu kumulować się i prowadzić do powstawania a następnie powiększania mikropęknięć. Zasadniczym czynnikiem wpływającym na proces powstawania dekohezji w materiałach sprężysto-plastycznych są odkształcenia wywołane gradientem temperatury. W przypadku ogólnym wytrzymałość na zmęczenie cieplne można określić:

$$N = f(A_m, B_w, C_p)$$

gdzie:

A_m – zbiór wielkości charakteryzujących własności materiału,

B_w – zbiór czynników charakteryzujących warunki procesu,

C_p – zbiór współczynników podobieństwa próby do elementu rzeczywistego,

Wpływ poszczególnych czynników zbiorów na wynik odporności na zmęczenie cieplne jest różny. Skład chemiczny materiału ma zasadniczy wpływ na przebieg procesu zmęczenia cieplnego. Badania w tym zakresie prowadzone są w dwu grupach materiałów: dla stali austenitycznych wysokostopowych i niskostopowych.

Zwiększenie zawartości węgla zmniejsza wytrzymałość na zmęczenie cieplne. Zwłaszcza przy zawartości węgla powyżej 0,5% C w stalach węglowych występuje znaczne obniżenie trwałości. Zwiększenie zawartości wolframu w stalach obniża odporność na zmęczenie cieplne i górna granica tego pierwiastka nie powinna przekraczać 3%. Takie pierwiastki jak: chrom, molibden, wanad i niob poprawiają odporność na zmęczenie cieplne.

Powiększenie się współczynnika rozszerzalności cieplnej zwłaszcza przy znacznej różnicy współczynników rozszerzalności poszczególnych faz powoduje niekorzystne warunki z uwagi na nierównomierne ich wydłużenie co prowadzi do nukleacji pęknięć w mikroobszarach.

W większości wypadków zmęczenie cieplne prowadzi do pęknięć rozpoczynających się w warstwie wierzchniej. Duże znaczenie ma tutaj zarówno chropowatość powierzchni jak również proces technologiczny kształtujący ostateczną postać elementu. Warstwa wierzchnia narażona jest również na występujące procesy adsorpcji, chemisorpcji i korozji. Nasilenie tych procesów wzrasta przy podwyższeniu temperatury lub pod wpływem działania czynników chłodzących na przykład sprężonego powietrza o określonej wilgotności lub wody. Występuje wówczas nakładanie się zjawisk zachodzących podczas zmęczenia cieplnego z procesami korozji.

Do oceny odporności na zmęczenie cieplne są stosowane różne kryteria takie jak:

- liczba cyklicznych zmian temperatury próbki do pojawienia się na powierzchni pierwszego pęknięcia zauważalnego okiem nieuzbrojonym,
- liczba cyklicznych zmian temperatury próbki do całkowitego pęknięcia przekroju próbki,
- średnia głębokość pęknięć,
- liczba pęknięć na jednostkę długości próbki lub przypadająca na jednostkę powierzchni.

Można stosować również inne kryteria takie jak na przykład maksymalna głębokość pęknięć.

18.4. Metody badania zmęczenia cieplnego

Stosowane rzeczywiste obciążenie cieplne elementów konstrukcji i maszyn nie zawsze są możliwe do dokładnego odtworzenia w warunkach laboratoryjnych. Charakterystyczne cykle badawcze przedstawiono na rys. 18.4. Niektóre przebiegi wymagają dwóch oddzielnych oraz zsynchronizowanych ze sobą programów: jednego dla temperatury i drugiego dla odkształcenia lub obciążenia.

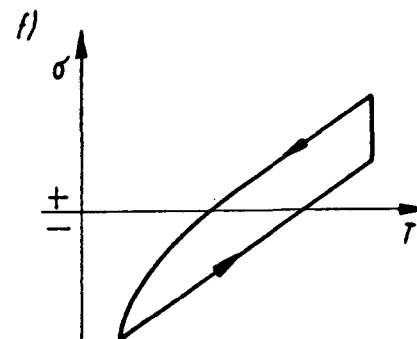
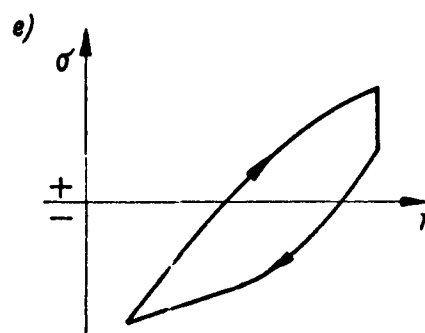
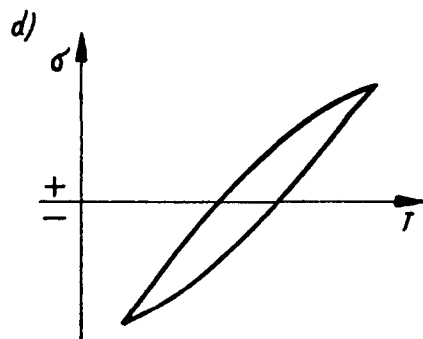
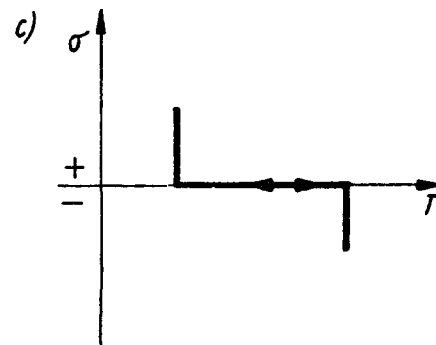
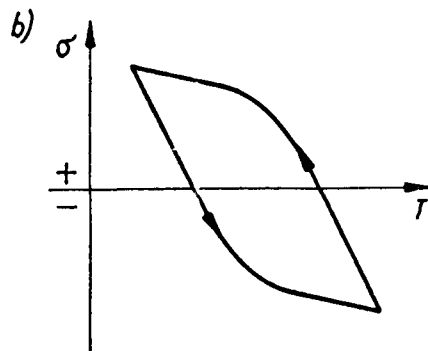
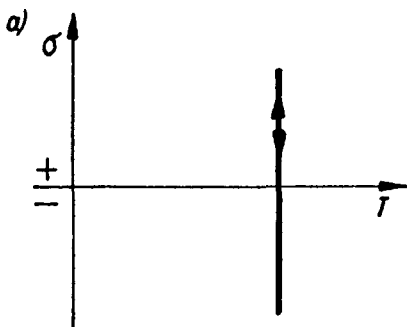
Spośród różnych metod rozpowszechniła się metoda Coffina z dużymi modyfikacjami w kierunku uproszczenia procedury badawczej.

L. F. Coffin do badań procesu zmęczenia cieplnego zastosował cienkościennie cylindryczne próbki o grubości ścianki 0,5 do 3 mm. Cienka ścianka sprzyja uzyskaniu małego gradientu temperatury w przekroju, ale powtarzalność wyników jest gorsza. Próbka jest mocowana w czasie badań w sztywnym uchwycie co pokazano na rys. 18.5. Ogrzewanie rozwiązano na drodze przepływu prądu elektrycznego o dużym natężeniu. Całkowite wydłużenie próbek i uchwytów może być mierzone czujnikiem. Do chłodzenia próbki po jej nagraniu zastosowano sprężone powietrze, które chłodzi wewnętrzną powierzchnię próbki. Na wyposażonym w komplet aparatury stanowisku można programować i rejestrować obciążenie, temperaturę oraz odkształcenia. Obciążenie trwa zwykle do momentu pojawienia się pierwszego pęknięcia o długości obejmującej połowę obwodu.

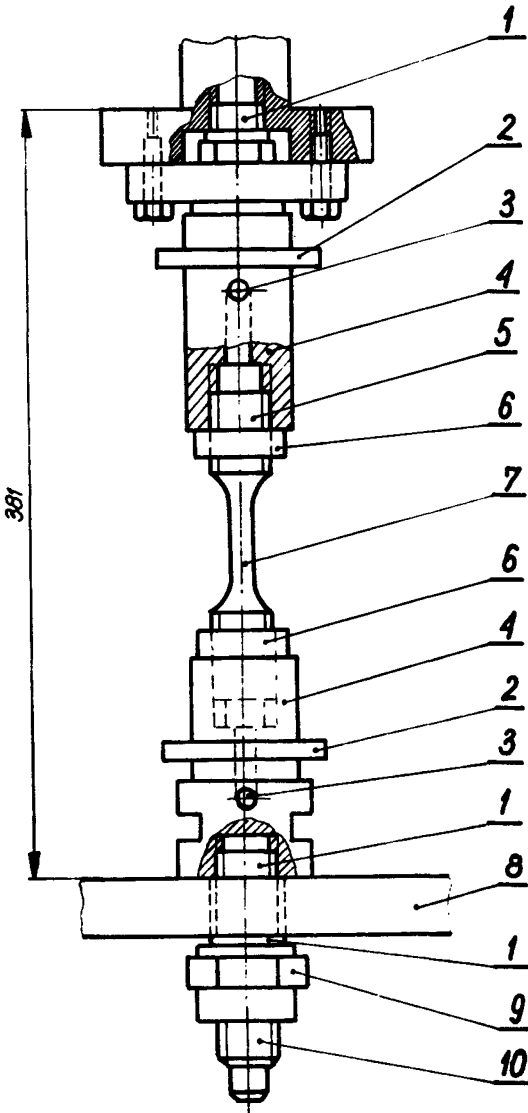
Metoda wirującego krążka. W tej metodzie próbka jest krążkiem o średnicy zewnętrznej $\phi = 60$ mm i grubości 10 mm. Krążek osadzony na osi wykonuje ruch obrotowy z określoną prędkością najczęściej 30 obr/min. Schemat stanowiska do badania zmęczenia cieplnego przedstawiono na rys. 18.6.

Próbka nagrzewana jest od góry specjalnie ukształtowanym wzbudnikiem zasilanym z generatora elektrycznego wysokiej częstotliwości. Strefa przypowierzchniowa nagrzewana jest do 900–1000 K i obejmuje powierzchnię ok. 10 x 30 mm. Wielkość powierzchni nagrzewanej można regulować przez zmianę kształtu wzbudnika, prędkość obrotową próbki, odległość wzbudnika od powierzchni i zmianę mocy prądu. W trakcie nagrzewania występuje bardzo szybkie rozszerzenie strefy przypowierzchniowej, która podczas chłodzenia podlega gwałtownemu ściskaniu. Proces wielokrotnego nagrzewania i chłodzenia prowadzi w cienkiej strefie przypowierzchniowej do zarodkowania mikro-pęknięć, które w miarę powtarzania cykli powiększają swoje wymiary do pęknięć makroskopowych.

Metoda pierścieniowa. Opracowana w Politechnice Lubelskiej. Przy opracowaniu tej metody przyjęto założenia zachowania podobieństwa geometrycznego próbek w sto-



Rys. 18.4. Charakterystyczne cykle badawcze: naprężenie—temperatura; a — przebieg izotermiczny, b — Coffina, c — Forrest-Armstronga, d — szybki cykl, e — relaksacyjny, f — pętzenia

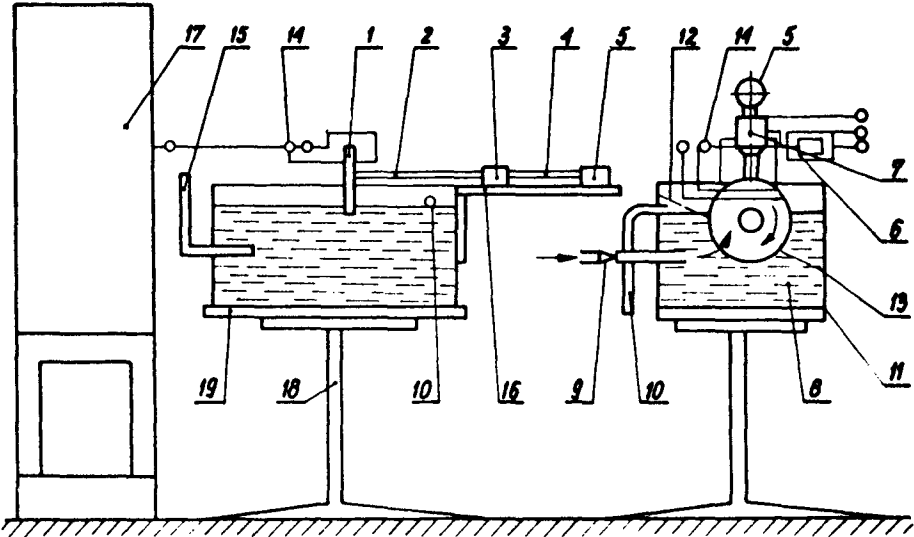


Rys. 18.5. Układ Coffina: 1 – izolacja, 2 – pierścieni, 3 – przewód powietrza, 4 – obejma górna, 5 – wkładka miedziana, 6 – uchwyt, 7 – próbka, 8 – wodzik maszyny, 9 – nakrętka, 10 – uchwyt dolny

niektóre odmiany opisanych wcześniej i różniących się bądź sposobem nagrzewania bądź chłodzenia. W innej próbka ma kształt pryzmatyczny i jedna z krawędzi jest nagrzewana indukcyjnie a otwór w środku służy do chłodzenia wodą. Odporność na

sunku do badanych elementów, podobierstwa przebiegu temperatury w przekroju podczas nagrzewania i chłodzenia. Próbki mają wymiary: średnica wewnętrzna $\phi = 120$ mm, średnica zewnętrzna $\phi 180$ mm i wysokość 30 mm. Do nagrzewania powierzchni wewnętrznej stosowano wzbudnik w kształcie spirali podłączony do agregatu indukcyjnego wysokiej częstotliwości GIS50. Próbkę do badań pokazano na rysunku 18.7. Przed rozpoczęciem badań dokonano sprawdzenia rozkładu temperatury w warunkach rzeczywistych a następnie zaprogramowano obciążenie cieplne tak, aby zachować podobierstwo przebiegów cieplnych. Badania wykonywano do czasu pojawienia się pierwszego pęknięcia dla różnych materiałów po zmiennej obróbce cieplnej. Po różnej liczbie cykli cieplnych badano zmiany w strukturze stref o zmiennej odległości od powierzchni nagrzewanej oraz przebiegi zmian własności mechanicznych w tych strefach.

Inne metody. Do innych metod badania zmęczenia cieplnego można zaliczyć sposób cyklicznego nagrzewania w piecu i oziębianie w chłodnicy, Spośród dalszych metod można wyróżnić



Rys. 18.6. Schemat przyrządu: 1 — próbka, 2 — wałek, 3 — łożysko, 4 — sprężyno, 5 — silnik, 6 — regulator obrotów, 7 — licznik obrotów, 8 — woda, 9 — dopływ wody, 10 — odpływ wody, 11 — wanna, 12 — zgarniacz wody, 13 — zgarniacz pęcherzyków pary, 14 — wzbudnik, 15 — termometr, 16 — wspornik, 17 — generator wysokiej częstotliwości

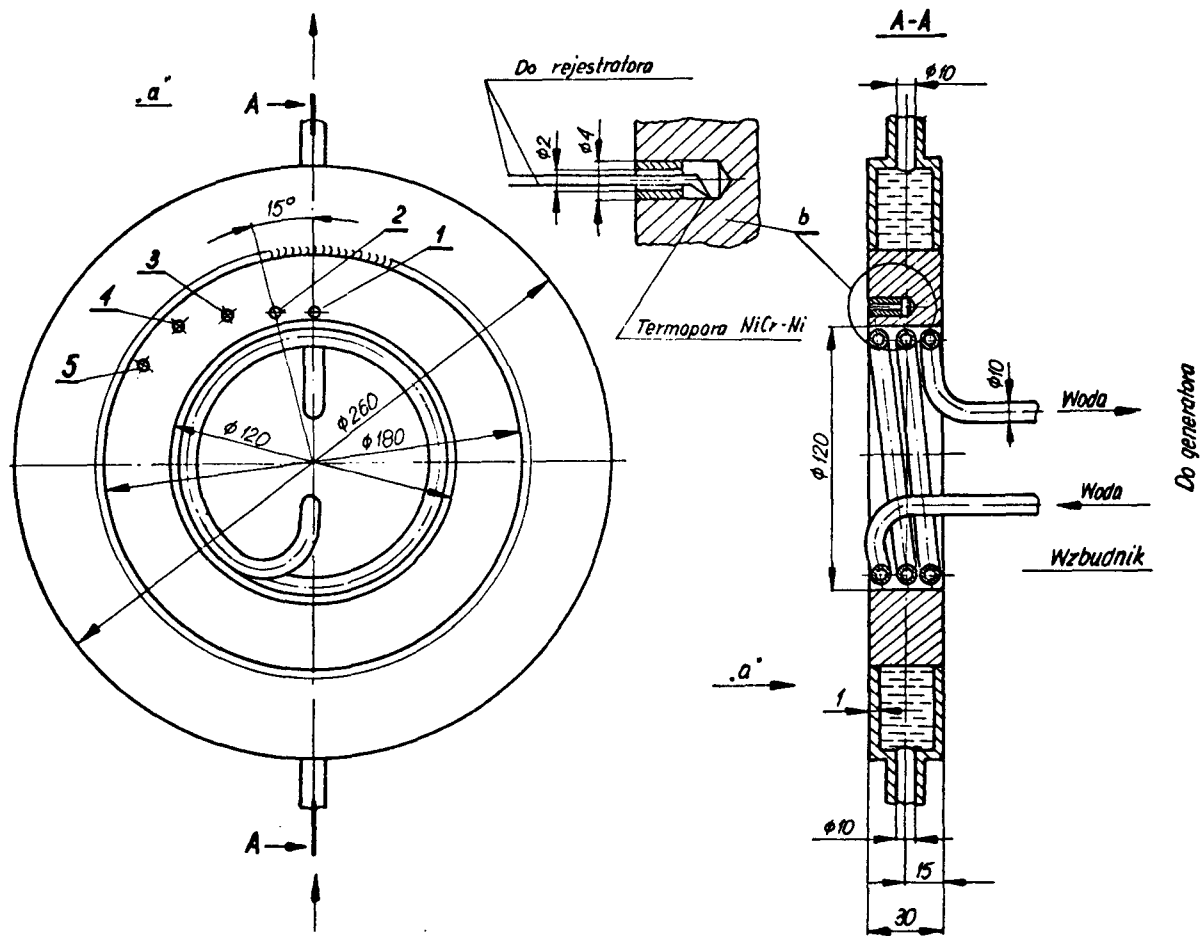
zmęczenie cieplne określa się przez ustalenie liczby cyklicznego grzania, po których pojawia się pierwsze pęknięcie.

18.5. Wpływ czynników technicznych na zmęczenie cieplne

Wpływ wielu czynników technicznych na zmęczenie cieplne nie został dotąd jednoznacznie określony.

Powiększenie wymiarów elementów pracujących w warunkach zmęczenia cieplnego powoduje zwiększenie naprężeń pierwszego rodzaju z uwagi na gradient temperatury w przekroju. Stąd stosowanie próbek o większych wymiarach daje inny przebieg wyników w porównaniu do uzyskanych przy małych przekrojach. Wszelkie gwałtowne zmiany kształtu elementów i próbek przyczyniają się do pogorszenia dokładności wyników badań zmęczenia cieplnego. Zwłaszcza karby na powierzchni nagrzewanej są zjawiskiem niekorzystnym.

Powstawanie pęknięć podczas zmęczenia cieplnego zależy nie tylko od samego karbu, lecz również od kształtu geometrycznego karbu i jego głębokości. Wyniki badań uzyskane metodą wirującego krążka wykazują, że zarówno dla żelaza Armco, stali niskostopowej oraz staliwa złagodzenie kąta rozwarcia karbu od kąta wierzchołkowego 60° do zastosowania promienia $r = 0,8$ mm, zmniejsza głębokość pęknięć blisko dwukrotnie.



Rys. 18.7. Próbką pierścieniowa do badania zmęczenia cieplnego: 1,2,3,4,5 – otwory do kontroli rozkładu temperatur nagrzewania

Chropowatość powierzchni wpływa również na przebieg inicjacji pęknięć w warstwie wierzchniej. Badania wykazały, że wzrost dokładności obróbki powierzchni z klasy czwartej do szóstej wpływa na poprawę trwałości form do odlewania rur o 25%, co można tłumaczyć działaniem mikrokarbów na powierzchni.

Należy zwrócić uwagę na zjawisko marszczenia powierzchni po cyklicznym grzaniu. We wgłębieniach zmarszczeń powstają zarodki pęknięć. Zmarszczenia te stanowią wynik lokalnego spęcznienia materiału.

Istotną rolę odgrywa wpływ chłodzenia powierzchni pracującej oraz rodzaj stosowanego środka chłodzącego. Stosowanie właściwego czynnika chłodzącego może podwyższać trwałość nawet o 50%. Ośrodek chłodzący nie tylko obniża maksymalną temperaturę cyklu roboczego, ale również zmniejsza tarcie i obniża gradient temperatury w przekroju.

Wpływ struktury na odporność na zmęczenie cieplne omówiony został w pracach autora [4, 5, 6, 7] . Wykazano w nich m.in. wpływ martenzytu, bainitu i struktury ferrytyczno-perlitycznej na pękanie.

18.6. Przebieg ćwiczenia

A. Cel ćwiczenia

Zapoznanie studenta z istotą zmian zachodzących w strukturze podczas zmęczenia mechanicznego, pełzania oraz w trakcie zmęczenia cieplnego elementów maszyn.

B. Materiały i urządzenia do badań

Przedmiotem badań są próbki w postaci krążka o wymiarach: $\phi = 60 \times 10$ mm z otworem w osi o średnicy $\phi 10$ mm. Prowadzący może ustalić inne wymiary próbek w postaci krążka lub pierścienia. Przy stosowaniu próbek w postaci pierścienia wymiary wynoszą: $\phi_w = 120$ mm, $\phi_z = 180$ mm i $h = 30$ mm. Próbki są mocowane do badań w przyrządzie, w którym mogą wykonywać ruch obrotowy. Nagrzewanie indukcyjne prądami wysokiej częstotliwości przeprowadza się przy pomocy wzbudnika zamocowanego do generatora GIS50. Do kontroli temperatury stosuje się pirometr optyczny. Badanie rozkładu twardości na powierzchni bocznej przeprowadza się po usunięciu warstwy tlenków i osadu oraz warstwy odwęglonej.

C. Przebieg badań

Przed rozpoczęciem ćwiczenia należy zapoznać się z wprowadzeniem i dostępną literaturą. Zapoznać się z kolejnością czynności jakie wykonuje się przy uruchamianiu generatora GIS50 (ćwiczenie: Hartowanie powierzchniowe). Zapoznać się z głównymi zaleceniami bhp obsługi generatora GIS50. Po sprawdzeniu przez prowadzącego opanowania materiału teoretycznego i dopuszczeniu do wykonywania ćwiczenia należy wykonać następujący zakres czynności:

1. sprawdzić stan powierzchni próbki,
2. sprawdzić twardość próbki w różnych miejscach,
3. założyć próbkę do przyrządu,
4. sprawdzić obracanie próbki w przyrządzie,
5. ustawić próbkę pod wzbudnikiem zachowując odległość 1–2 mm,
6. ustalić zakres temperatury nagrzewania,
7. uregulować przepływ wody chłodzącej,
8. uruchomić agregat według podanej kolejności (w ćwiczeniu: Hartowanie powierzchniowe, agregat uruchamia prowadzący),
9. nagrzewać do uzyskania wymaganej temperatury powierzchni,
10. sprawdzić temperaturę przy pomocy pirometru optycznego,
11. rejestrować czas trwania grzania,
12. obserwować grzanie i chłodzenie do momentu pojawienia się na powierzchni bocznej pęknięcia (krawędzie pęknięcia są widoczne),
13. wyłączyć agregat po upewnieniu się, że wystąpiło pęknięcie,
14. dokonać oczyszczenia powierzchni po badaniu,
15. pomierzyć rozkład twardości według dwóch osi wzajemnie prostopadłych. Pierwsze dwa pomiary wykonać w odległości co 1 mm, dalsze co 2 mm,
16. wyciąć próbkę do badania struktury,
17. szlifować oraz polerować powierzchnię próbki i trawić,
18. obserwować pod mikroskopem zmiany w strukturze od powierzchni grzanej do środka.

D. Opracowanie wyników i sprawozdania

Opracowane sprawozdanie winno zawierać:

1. Temat i cel ćwiczenia.
2. Uzasadnienie doboru metody badawczej.
3. Przygotowanie próbek.
4. Opis działania przyrządu.
5. Opis przebiegu ćwiczenia.
6. Analizę wyników badań i wnioski.

Pytania kontrolne

1. Hartowanie stali.
2. Odpuszczanie stali.
3. Budowa warstwy wierzchniej.
4. Badanie twardości stali.
5. Zmęczenie metali.
6. Zjawisko pełzania.
7. Problem zmęczenia cieplnego metali.
8. Metody badania zmęczenia cieplnego.

9. Wpływ czynników technicznych na zmęczenie cieplne.
10. Struktury stali po różnych zabiegach obróbki cieplnej.
11. Wpływ struktury na własności metali.
12. Problematyka zwiększenia odporności powierzchni na zmęczenie cieplne.

Literatura

1. K. Przybyłowicz – Metaloznawstwo teoretyczne, AGH, Kraków 1974
2. Praca zbiorowa – Metaloznawstwo, Gliwice 1966
3. O. H. Wyatt, D. Dew-Hughes – Wprowadzenie do inżynierii materiałowej, WNT Warszawa 1978
4. A. Weroński – Zmęczenie cieplne stali. Przegląd mechaniczny nr 17/18, s. 570-573.
5. A. Weroński – Zmęczenie cieplne metali. WNT Warszawa 1983
6. A. Weroński – Pękanie stalowych form do odśrodkowego odlewania rur żeliwnych. PAN, Archiwum Hutnictwa, nr 1, s. 133-154, 1977
7. A. Weroński – Zmęczenie cieplne metali. Przegląd mechaniczny nr 3/83, s. 22-25
8. T. Lamber i in. – Modelowanie pól temperatury i naprężeń w kokilach żeliwnych wywołane udarem cieplnym. Zeszyt naukowy P. Śl. nr 19, Hutnictwo, Gliwice 1979
9. R. Żuchowski – Zmęczenie cieplne metali i elementów konstrukcji. Politechnika Wrocławska, Zeszyt 43, Wrocław 1981
10. M. Gierzyńska i in. – Wpływ cyklicznie zmiennych obciążeń cieplnych i mechanicznych na dekohezję stali WNL. Hutnictwo z. 19. Zeszyt Naukowy P. Śl, Gliwice 1979

19. ZGNIOT I REKRYSZTALIZACJA

19.1. Wprowadzenie

Podczas odkształcenia plastycznego metali i stopów na zimno np. spęczania, rozciągania, tłoczenia, walcowania, ciągnięcia, gięcia itp., wywołuje się znaczną zmianę struktury oraz własności fizycznych i mechanicznych. Zmiany te charakteryzują się wzrostem twardości i wytrzymałości przy jednoczesnym obniżeniu własności plastycznych, a także obniżeniu przewodności elektrycznej. Ma to duże znaczenie praktyczne ponieważ stosując odpowiednie procesy technologiczne, można zmieniać własności metalu w zależności od potrzeb. Wielkość odkształcenia plastycznego określa się ilościowo przez stopień zgniotu. Dla walcowania można wyrazić go procentową zmianą przekroju materiału.

$$Z = \frac{S_0 - S_1}{S_0} \cdot 100\%$$

gdzie:

Z – stopień zgniotu,

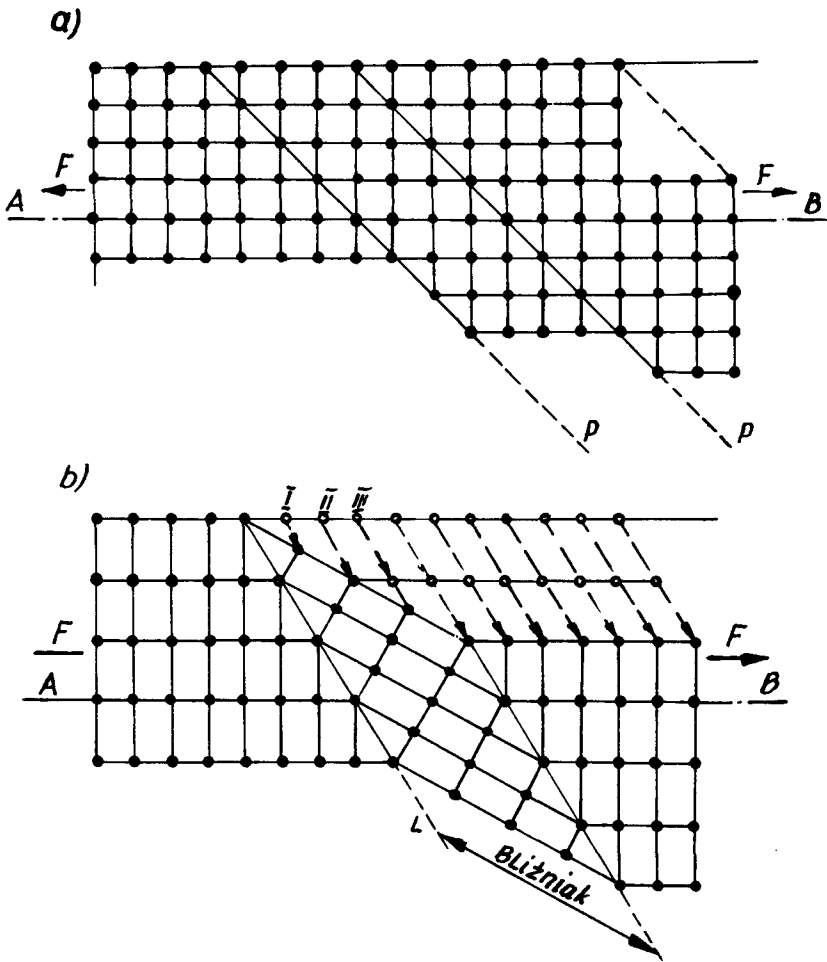
S_0 – przekrój początkowy,

S_1 – przekrój końcowy.

19.2. Mechanizm odkształceń metali

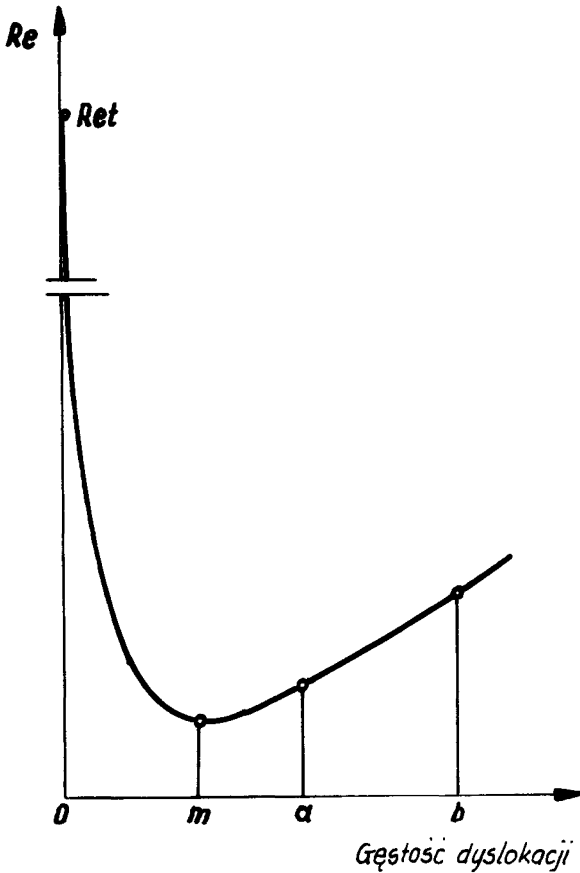
Odształcenie plastyczne na zimno następuje przez poślizg i bliźniakowanie.

Poślizg następuje w wyniku wzajemnego przemieszczania się warstw kryształu w płaszczyznach poślizgu na odległość 20 do 500 średnic atomowych (rys. 19.1.). Dalsze odkształcenie plastyczne w niskich temperaturach sprzyja powstawaniu nowych linii poślizgu, a nie dalszemu poślizgowi wzdłuż linii istniejących. W temperaturach podwyższonych pojedyncze linie poślizgu łączą się w pasma, pomiędzy którymi powstają już tylko nieliczne linie poślizgu. Poślizgi odbywają się zwykle w płaszczyznach najczęściej obsadzonych atomami.



Rys. 19.1. Przesunięcie sieci przestrzennych podczas: a/ poślizgu, b/ bliźniakowania, F – siła rozciągająca, P – płaszczyzna poślizgu, L – płaszczyzna bliźniacza, A–B – płaszczyzna przecięcia, I, II, III – warstwy atomów

Metale o idealnej sieci krystalicznej nie posiadającej defektów są trudno odkształcalne i ulegają deformacji przez poślizg dopiero przy naprężeniach stycznych o trzy rzędy wielkości wyższych niż w metalach rzeczywistych. Sieć krystaliczna metali rzeczywistych posiada różne defekty z których największe znaczenie w odkształceniu plastycznym mają dyslokacje. Początkowo ułatwiają one poślizgi, po przekroczeniu jednak optymalnej gęstości zaczynają utrudniać, co powoduje zwiększenie oporu przeciw odkształceniu (rys. 19.2). Przemieszczanie się dyslokacji w procesie poślizgu następuje w określonych systemach poślizgu $\{hkl\} \langle uvw \rangle$. Wiążą one płaszczyznę poślizgu $\{hkl\}$ z kierunkiem poślizgu $\langle uvw \rangle$. W kryształach o sieci A1 ruch dyslokacji zachodzi tylko w systemach $\{111\} \langle 110 \rangle$. Całkowite odkształcenie takiego kryształu jest akomo-



Rys. 19.2. Schematyczna zależność oporu odkształcenia Re od gęstości dyslokacji: m – ilość dyslokacji dla której Re przyjmuje wartość najmniejszą, a - b – zakres gęstości dyslokacji dla materiałów technicznych, Re_t – wytrzymałość teoretyczna

gdzie:

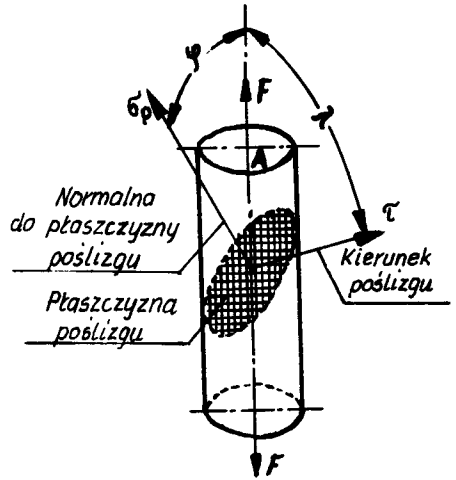
- τ – naprężenie styczne (rys. 19.3.),
- A – przekrój poprzeczny monokryształu,
- F – działająca siła,
- φ – kąt między normalną do płaszczyzny poślizgu a osią rozciągania,
- λ – kąt między kierunkiem poślizgu i osią rozciągania,
- σ – naprężenie normalne $\frac{F}{A}$

Odształcenie przez bliźniakowanie polega na równoczesnym przeskoku w tym samym kierunku o taką samą wartość całych warstw atomów (rys. 19.1.). Płaszczyzna,

dowane przez poślizg w jednej lub kilku z czterech możliwych płaszczyzn $\{111\}$. Ponieważ każda z tych płaszczyzn zawiera trzy kierunki gęstego ułożenia atomów $\langle 1\bar{1}0 \rangle$, stąd więc w sieci A1 istnieje 12 możliwych systemów poślizgu. W kryształach o sieci A2 obserwuje się poślizg linii poślizgu co sugeruje, że poślizg w tych kryształach zachodzi jednocześnie w różnych systemach $\{110\}$ $\langle \bar{1}11 \rangle$, $\{211\}$ $\langle \bar{1}11 \rangle$, $\{321\}$ $\langle \bar{1}11 \rangle$. Najważniejszym systemem jest $\{110\}$ $\langle \bar{1}11 \rangle$. Odształcenie przez poślizg w kryształach jest realizowane pod wpływem naprężenia stycznego τ działającego w płaszczyźnie poślizgu w kierunku poślizgu. Naprężenie to można wyznaczyć dla monokryształu na podstawie wzoru Schmidta-Boasa:

$$\tau = \frac{F \cos \lambda}{A / \cos \varphi} = \sigma \cos \lambda \cos \varphi$$

która rozdziela obydwie części kryształu nazywa się płaszczyzną bliźniakowania. Bliźniakowanie jest także dyslokacyjnym mechanizmem odkształcenia plastycznego. W metalach o sieciach regularnych A1 i A2 dyslokacją bliźniakującą jest jedna z dyslokacji częściowych, utworzona w wyniku dysocjacji dyslokacji całkowitych. W sieci A1 płaszczyzną i kierunkiem bliźniakowania są (111) $[112]$ a w sieci A2 (112) $[111]$. W miarę wzrostu stopnia odkształcenia plastycznego ilość dyslokacji w materiale wzrasta, co hamuje zdolność ich przemieszczania się. Hamowanie i blokowanie dyslokacji następuje przede wszystkim w wyniku obecności innych dyslokacji znajdujących się na przecinających się płaszczyznach poślizgu, półutwierdzone dyslokacje oraz inne przeszkody, jak obce atomy lub granice ziarn. Żelazo w stanie wyżarzonym posiada gęstość dyslokacji wynoszącą $10^6/\text{cm}^2$, a po zgnioście wzrasta do wartości $10^{12}/\text{cm}^2$. Podczas odkształcania poszczególne ziarna wydłużają się a przy dużych stopniach odkształcenia powstaje w materiale charakterystyczna struktura włóknista. Zmiana orientacji poszczególnych ziarn prowadzi do powstania tekstury zgniotu.



Rys. 19.3. Schemat monokryształu walcowego umożliwiający wyznaczenie wypadkowego naprężenia stycznego

Wzrost gęstości dyslokacji zwiększa energię wewnętrzną sieci krystalicznej, gdyż wzrasta stopień zaburzenia regularnego rozmieszczenia atomów. Stan po odkształceniu plastycznym na zimno jest w związku z tym termodynamicznie niestabilny w stosunku do stanu wyżarzonego. W konsekwencji odkształcony plastycznie metal będzie wykazywał tendencję do powrotu do stanu o mniejszej energii swobodnej tj. do stanu bardziej uporządkowanego. Proces ten zachodzi w podwyższonych temperaturach, w których mogą mieć miejsce procesy aktywowane cieplnie, takie jak dyfuzja, poślizg poprzeczny, wspina się dyslokacji. Dlatego aby utwardzony przez zgniot metal zmiękczyć i przywrócić mu inne własności, jakie wykazywał przed zgniotem konieczne jest jego podgrzanie do odpowiedniej temperatury.

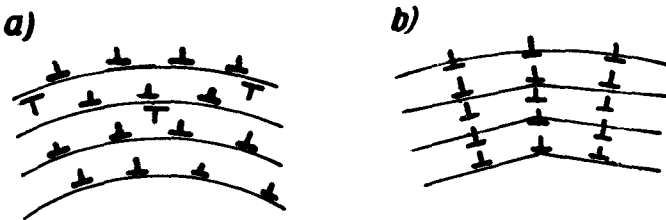
W czasie podgrzewania można wyróżnić trzy procesy, które zachodzą kolejno w odkształconym metalu: zdrowienie, rekrytalizacja i rozrost ziarn.

19.3. Zdrowienie

Nagrzewając odkształcony plastycznie metal do coraz to wyższej temperatury następuje usunięcie zniekształceń sieci krystalicznej. Towarzyszy temu częściowe usunięcie

skutków odkształcenia plastycznego. Następuje pewne podwyższenie przewodności elektrycznej oraz częściowe obniżenie umocnienia. Minimalna temperatura, w której można stwierdzić te zjawiska określana jest jako temperatura zdrowienia.

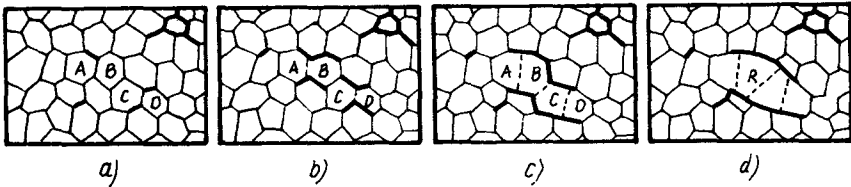
W czasie zdrowienia następuje zmiana rozmieszczenia i gęstości defektów sieci krystalicznej. W odkształconym na zimno metalu istnieje gęsta sieć dyslokacji, która powstaje w wyniku poślizgów i wzajemnego oddziaływania dyslokacji. Podczas zdrowienia następuje przemieszczenie i zmiana uporządkowania dyslokacji w ten sposób, że zmniejsza się energia zmagazynowana w odkształconej sieci. Proces ten jest aktywowany cieplnie. Ze zmianą rozmieszczenia dyslokacji i obniżeniem energii odkształconej sieci związany jest proces zwany poligonizacją. Mechanizm tego procesu przedstawia rys. 19.4. Dyslokacje o tym samym znaku ustawiają się jedna nad drugą tworząc ściany oddzielające od siebie fragmenty kryształu obrócone względem siebie o niewielki kąt. Ściany takie nazywają się nieskokątowymi granicami subziarn. W czasie poligonizacji następuje wspina- nie się dyslokacji krawędziowych, które zmieniają swoje ułożenie i z ugrupowań poziomych przekształcają się w pionowe. Proces ten związany jest z migracją wakansów do albo od krawędzi półpłaszczyzny dyslokacji. Związane to jest ze zmniejszeniem liczby wakansów w sieci. Ma to znaczny wpływ na zmianę oporności elektrycznej. W czasie zdrowienia następują niewielkie zmiany własności mechanicznych co jest związane ze zmianą rozmieszczenia dyslokacji i pewnym zmniejszeniem ich gęstości wskutek częściowej anihilacji (wzajemne znoszenie się).



Rys. 19.4. Rozmieszczenie dyslokacji: a/ przypadkowe w kryształach odkształconych plastycznie, b/ po procesie poligonizacji

19.4. Rekrytalizacja

Jeżeli odkształcony na zimno metal będzie poddawany dalszemu wygrzewaniu, to w temperaturze wyższej od temperatury zdrowienia zaczynają powstawać zarodki nowych nieodkształconych ziarn. Jedną z teorii mówi, że zarodki powstają w najsilniej odkształconych i szczególnie zorientowanych obszarach kryształu w których najwcześniej następuje zdrowienie. Przegrupowanie defektów w objętości zarodka prowadzi do utworzenia szerokokątowych granic a migracja tych granic — do zaniku sąsiadujących z zarodkami obszarów (rys. 19.5.).



Rys. 19.5. Schemat powstawania zarodków rekrytalizacji i ziarn zrekrystalizowanych przez koalescencję subziarn: a/ subziarna przed zarodkowaniem, b/ koalescencja subziarn A i B oraz C i D, c/ dalsza koalescencja subziarn B i C, d/ utworzenie zarodka R o szerokokątowych granicach

W ten sposób zarodki rozrastają się kosztem ziarn odkształconych i po pewnym czasie stare ziarna zostają zastąpione przez nowe. Najniższa temperatura w której zachodzi proces rekrytalizacji nazywa się temperaturą rekrytalizacji. Jest ona charakterystyczna dla metalu lub stopu i zależy głównie od stopnia zgniotu (im wyższy stopień zgniotu tym niższa temperatura rekrytalizacji), czystości metalu i temperatury topnienia (rys. 19.6.).

W przybliżeniu temperaturę rekrytalizacji można określić na podstawie zależności:

$$T_r = 0,4 T_{top}$$

gdzie: T_r – bezwzględna temperatura rekrytalizacji,

T_{top} – bezwzględna temperatura topnienia

W czasie rekrytalizacji następują znaczne zmiany własności mechanicznych odkształconego metalu. W wyniku wyżarzania twardość i wytrzymałość maleją osiągając wartości właściwe dla materiału przed odkształceniem. Powracają także własności plastyczne (rys. 19.7.).

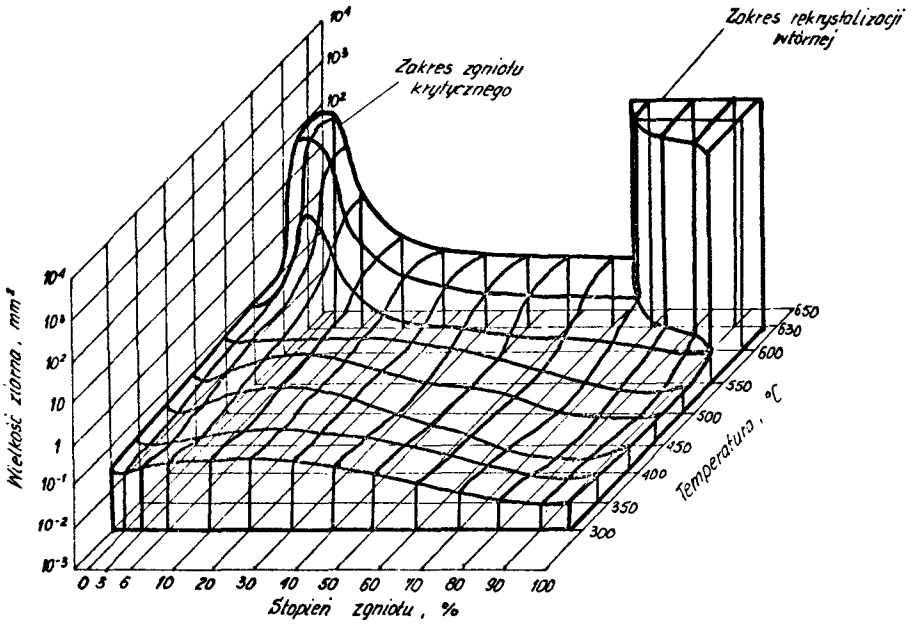
Wielkość ziarna powstałego po rekrytalizacji jest różna i zależy od następujących czynników: stopnia zgniotu, temperatury wyżarzania i czasu wyżarzania.

Dla każdego metalu istnieje w zakresie stosunkowo małych odkształceń plastycznych pewien charakterystyczny stopień zgniotu, zwany zgniotem krytycznym, który powoduje w czasie rekrytalizacji w wysokiej temperaturze wyjątkowo silny rozrost ziarna (rys. 19.8.). Dla większości metali waha się on w granicach do około 10%.

Nagrzewając odkształcony na zimno metal do temperatur znacznie wyższych od temperatury rekrytalizacji następuje także rozrost ziarn nazywany czasami rekrytalizacją wtórną (rys. 19.6.).

19.5. Rozrost ziarna

Po zakończeniu rekrytalizacji pierwotnej gdy noworosnące ziarna objęły całą objętość materiału i nastąpił zanik odkształconego metalu, dalsze obniżenie energii wew-



Rys. 19.6. Przestrzenny wykres rekrytalizacji przedstawiający wielkość ziarna w funkcji stopnia zgniotu i temperatury wyżarzania dla aluminium

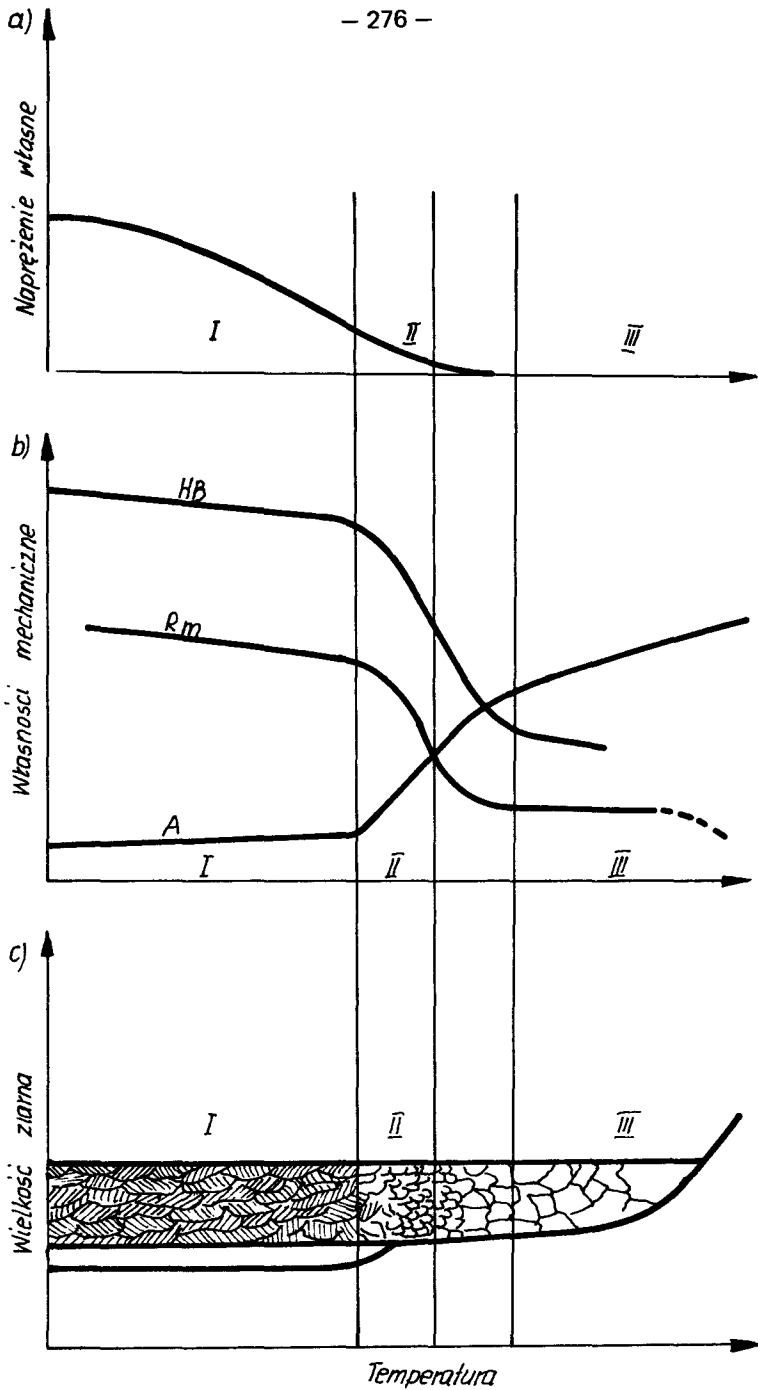
nętrnej materiału jest możliwe jedynie przez zmniejszenie ogólnej powierzchni granic ziarn.

W czasie wyżarzania w wysokich temperaturach obserwuje się prostowanie granic ziarn, kurczenie się małych i rozrost dużych ziarn. Główną przyczyną jest napięcie powierzchniowe występujące na granicach ziarn związane z wyższą energią swobodną atomów znajdujących się na powierzchni ziarn w porównaniu z energią atomów znajdujących się wewnątrz ziarn.

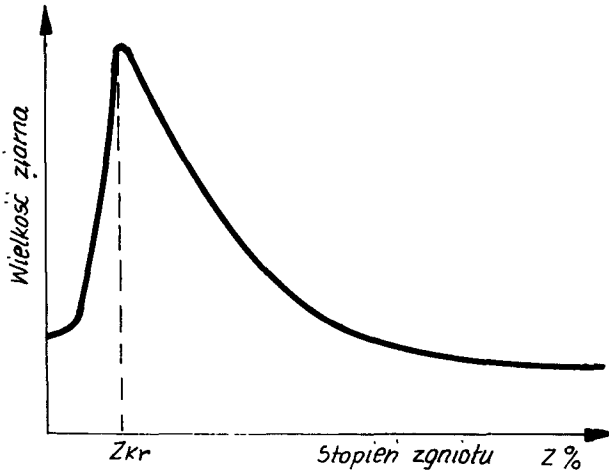
Rozrost ziarn hamują zanieczyszczenia metalu, wydzielania innych faz, obecność obcych cząstek o dużej dyspersji celowo wprowadzonych do metalu w celu umocnienia i nadania określonych własności mechanicznych.

19.6. Zastosowanie rekrytalizacji w technice

Podczas wytwarzania przez odkształcanie na zimno takich półwyrobów jak np. druty, pręty, rury, blachy, kształtowniki itp. następuje umocnienie metalu tak, że w jednej operacji nie można nadać ostatecznych kształtów i wymiarów. Umocniony metal w wyniku dużych stopni zgniotu traci własności plastyczne tak, że przy dalszym odkształca-



Rys. 19.7. Zmiany własności zgniecionego materiału podczas grzewania: a/ naprężenia własne, b/ własności mechaniczne, c/ wielkość ziarna



Rys. 19.8. Schemat zależności wielkości ziarna po rekrytalizacji od stopnia zgniotu

niu pęka. Aby proces odkształcania można było prowadzić dalej, konieczne jest przeprowadzenie wyżarzania rekrytalizującego międzyoperacyjnego, które powoduje zmiękczenie i uplastycznienie metalu.

19.7. Przebieg ćwiczenia

A. Cel ćwiczenia

Zapoznanie się ze zmianami struktury i własności mechanicznych przy obróbce plastycznej na zimno oraz zjawiskiem rekrytalizacji metali i stopów.

B. Urządzenia i materiały do badań

- piec muflowy,
- 6 próbek z blachy aluminiowej o grubości 1 mm i wymiarach 140x15 mm z tym, że jedna próbka bez zgniotu, a pozostałe ze zgniotem $Z = 3, 6, 12, 15\%$,
- suwmiarka,
- 40% roztwór NaOH
- odczynnik o składzie: $1\text{czHNO}_3 + 1\text{czH}_2\text{O} + 3\text{czHCl}$,
- 2 kuwety.

C. Przebieg ćwiczenia

1. Na otrzymanych próbkach zmierzyć stopień zgniotu Z przez pomiar suwmiarką rzeczywistego odkształcenia każdej próbki.
2. Wyżarzyć próbki w piecu muflowym w temperaturze 620°C w ciągu 30 minut i ochłodzić na powietrzu.
3. Wytrawić próbki (łącznie z próbką nie rozciąganą) w 40% wodnym roztworze NaOH, starannie wypłukać w bieżącej wodzie i następnie wytrawić ponownie w od-

czynniku o składzie: $1\text{czHNO}_3 + 1\text{czH}_2\text{O} + 3\text{czHCl}$ aż do ujawnienia wyraźnej struktury. Następnie próbki dobrze wypłukać i wysuszyć.

4. Zmierzyć wielkość ziarna każdej próbki zliczając np. liczbę ziarn na 1 cm^2 i obliczając średnią powierzchnię jednego ziarna a .
5. Sporządzić wykres zależności wielkości ziarna od stopnia zgniotu po rekrytalizacji.
6. Zmierzyć twardość wszystkich próbek aparatem Rockwella w skali B lub Vickersa.
7. Sporządzić wykres zależności twardości od stopnia zgniotu.

D. Opracowanie wyników i sprawozdania

Sprawozdanie z badań powinno zawierać następujące punkty: cel badań, przedmiot badań, spis literatury pomocniczej, przygotowanie próbek, skład odczynników, opis przebiegu badań, wyniki badań w postaci tabel i wykresów, analiza wyników badań i wnioski.

Pytania kontrolne

1. Mechanizm odkształcenia plastycznego metali i stopów.
2. Jak zmieniają się własności mechaniczne i fizyczne metalu podczas odkształcenia na zimno?
3. Poligonizacja.
4. Co nazywamy zgniotem krytycznym?
5. Jakie zmiany zachodzą w odkształconym na zimno metalu podczas zdrowienia, rekrytalizacji i rozrostu ziarna?

Literatura

1. Wendorff Z. – Metaloznawstwo, WNT Warszawa 1976
2. Prowans S. – Materiałoznawstwo, PWN Warszawa -Poznań 1977
3. Staub F. – Metaloznawstwo, Wyd. Śląsk, Katowice 1978
4. Przybyłowicz K. – Metaloznawstwo teoretyczne, AGH Kraków 1978
5. Pełczyński T. W., Pełczyński T. A. – Teoria procesów obróbki plastycznej. PW, Warszawa 1978
6. Weroński W. – Obróbka plastyczna. PL, Lublin 1981

20. NADPLASTYCZNOŚĆ METALI

20.1. Definicja nadplastyczności

Zdolność materiałów do osiągnięcia trwałych odkształceń nazywa się plastycznością. Plastyczne stopy metali podczas próby rozciągania uzyskują wydłużenie ok. 30–50%, a pęknięcie poprzedzone jest utworzeniem przewężenia (szyjki).

Nadplastycznością nazywa się zdolność materiałów do osiągnięcia bardzo dużych odkształceń pod obciążeniem w podwyższonych temperaturach, bez naruszania wewnętrznej spójności pod wpływem bardzo małych naprężeń, silnie uzależnionych od szybkości odkształcenia. Wielkości odkształceń, jakie mogą uzyskać materiały w stanie nadplastycznym, osiągają nawet kilka tysięcy procent. Ciała krystaliczne jakimi są metale i stopy, zachowują się w stanie nadplastycznym podobnie jak ciała lepkie. Najbardziej istotnymi czynnikami wpływającymi na nadplastyczność są: temperatura, szybkość odkształcenia, mikrostruktura (wielkość ziarna). Zjawisko nadplastyczności nie zostało dotychczas wszechstronnie poznane.

20.2. Nadplastyczny stan metali

Wielkość rzeczywistego naprężenia płynięcia plastycznego w metalach zależy od wielu czynników. Przyjmując, że materiał posiada własności lepko-plastyczne, naprężenie plastycznego płynięcia zależne jest zarówno o odkształcenia ϵ , jak i szybkości odkształcenia $\dot{\epsilon}$ (pochodna odkształcenia względem czasu).

Zależność między naprężeniem i odkształceniem przyjmuje postać:

$$\sigma = c \cdot \epsilon^n \cdot \dot{\epsilon}^m \quad (20.1.)$$

gdzie:

c – wartość stała

n – wykładnik umocnienia

m – wykładnik określający podatność materiału do umocnienia przez wzrost szybkości odkształcenia

Parametr n charakteryzuje podatność materiału do umocnienia przez od-

kształcenie. Zjawisko umocnienia jest wyraźnie widoczne w czasie odkształcania metali na zimno, tj. poniżej temperatury rekrytalizacji. Współczynnik n przedstawić można w postaci:

$$n = \frac{d \log \sigma}{d \log \epsilon} \quad (20.2.)$$

W przypadku, gdy umocnienie materiału nie występuje ($n = 0$), tzn. w warunkach odkształcania na gorąco, zależność (20.1.) sprowadza się do postaci:

$$\sigma = c \dot{\epsilon}^m \quad (20.3.)$$

W tym przypadku materiał jest lepki, a współczynnik m można wyrazić zależnością:

$$m = \frac{d \log \sigma}{d \log \dot{\epsilon}} \quad (20.4.)$$

Jest to parametr materiałowy określający czułość naprężenia płynięcia plastycznego na szybkość odkształcania, a więc podatność materiału do umocnienia przez wzrost szybkości odkształcania.

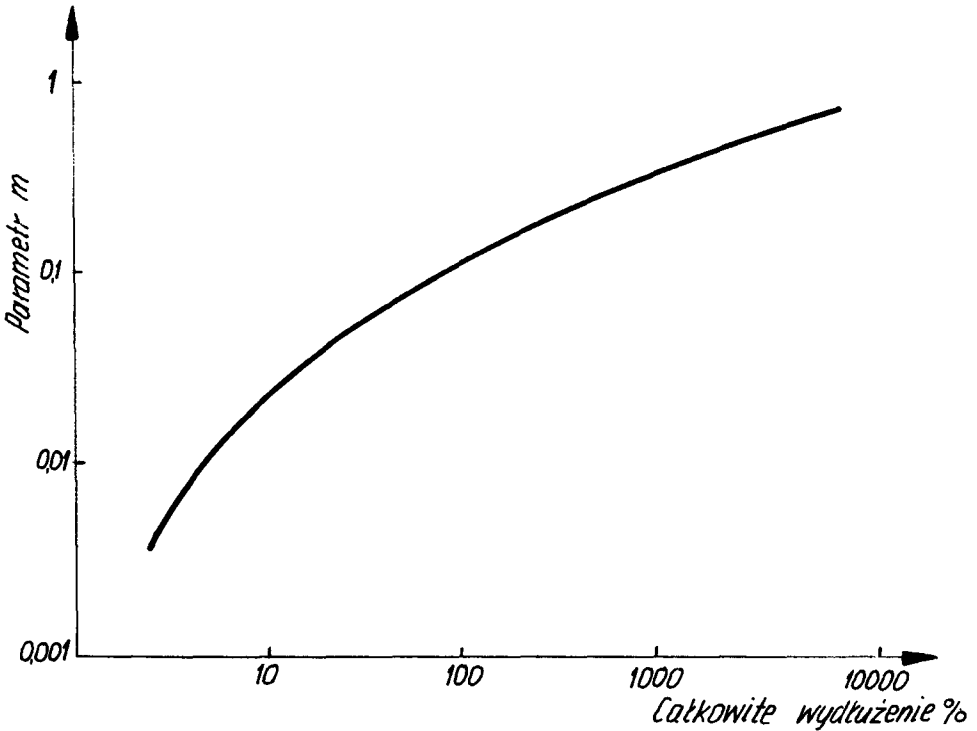
Materiał nadplastyczny zachowuje się, ogólnie biorąc, w myśl zależności (20.3.) posiada więc własności lepkie, a cechą charakterystyczną tego stanu jest odporność na tworzenie się przewężeń i mała wrażliwość na działanie karmu.

Cechą charakterystyczną stopów nadplastycznych jest to, że wykładnik m zawarty jest w granicach $0,3 < m < 0,8$, co zapewnia osiągnięcie bardzo dużych wydłużeń (rys. 20.1.).

Zależność wiążąca maksymalne wydłużenie przy rozciąganiu z wartością parametru m przyjmuje postać

$$\epsilon_r \approx (100^m - 1) 100\% \quad (20.5.)$$

Rozróżnić można dwa rodzaje nadplastycznego zachowania się materiału: nadplastyczność wywołana warunkami zewnętrznymi, np. przez cykliczną zmianę temperatur oraz nadplastyczność strukturalną, związaną z budową strukturalną. Istotne znaczenie posiada nadplastyczność strukturalna, występująca w wielu metalach i stopach posiadających bardzo drobne ziarno rzędu $1 \mu\text{m}$, czyli 100 razy mniejsze niż w stopach konwencjonalnych. Efekt nadplastyczności obserwowany jest w ograniczonym zakresie przy małych szybkościach odkształcania w temperaturach powyżej $0,4 T_{\text{top}}$. Jest to zjawisko pokrewne pełzaniu z tym, że w zakresie nadplastyczności osiąga się znacznie większe odkształcenie przy jednocześnie wyższych wartościach parametru m .



Rys. 20.1. Zależność wydłużenia od parametru m dla materiałów nie wykazujących umocnienia przez zgniot

Charakterystyczną cechą stopów nadplastycznych jest bardzo silny wpływ szybkości odkształcenia na napężenie (rys. 20.2.).

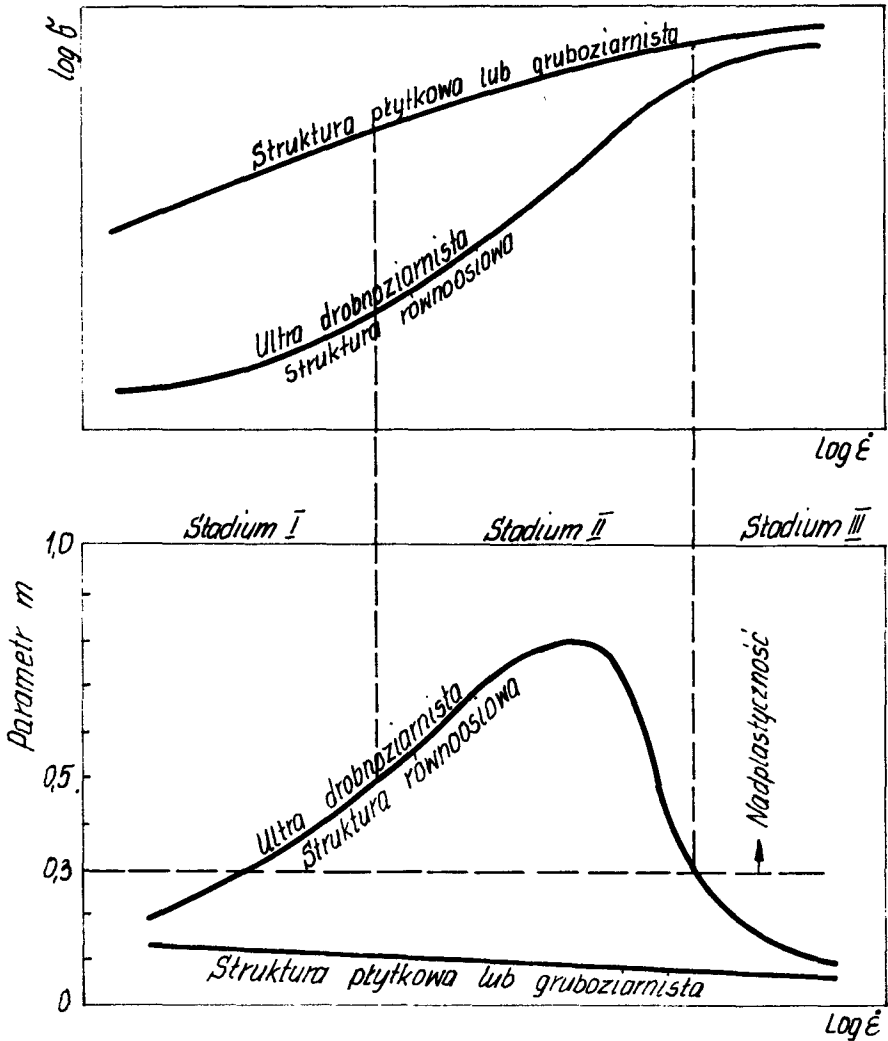
Pierwsze stadium występuje przy małych szybkościach odkształcenia, kiedy parametr m jest równy lub mniejszy od 0.5. Wielkość ta maleje wraz ze zmniejszeniem się szybkości odkształcenia, prowadząc do zaniku własności nadplastycznych.

Stadium drugie jest zakresem nadplastyczności. Przy szybkościach odkształcenia $\frac{\epsilon}{\text{sek}} = (10^{-4} \div 10^{-2})$ parametr m osiąga wartości najwyższe.

Trzecie stadium pojawia się przy dużych szybkościach odkształcenia ($10^{-2} \div 10^{-1}$) s^{-1} , gdzie parametr m jest niższy od 0,3 i maleje wraz ze wzrostem szybkości odkształcenia.

20.2.1. Wpływ temperatury na płynięcie nadplastyczne

Wzrost temperatury wywiera bardzo istotny wpływ na kształt krzywych nadplastyczności we współrzędnych napężenie – szybkości odkształcenia, przesuując je

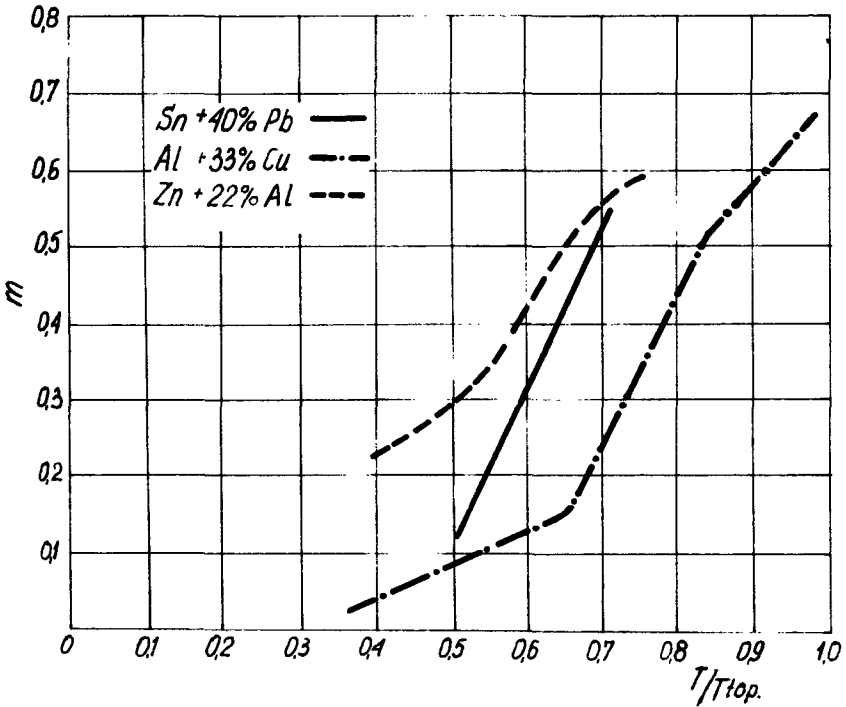


Rys. 20.2. Schemat zależności naprężenia i parametru m od szybkości odkształcenia

w kierunku większych szybkości odkształcania i mniejszych naprężeń. Parametr m dla metali i stopów w warunkach pełzania i obróbki plastycznej na gorąco zwiększa się od 0,02 do ok. 0,2, co pozwala osiągnąć wydłużenie rzędu 200–400%. Zjawisko to nazywa się nadmierną plastycznością.

Większe wartości parametru m (do 0,8) w podwyższonej temperaturze wykazują stopy o bardzo małym ziarnie (poniżej $10 \mu m$). Jest to związane z pojawieniem się efektu nadplastyczności. Liczne badania wykazały wyraźną zależność parametru m od temperatury homologicznej (T/T_{top}) w większości stopów nadplastycznych. Wynika stąd, że zjawisko nadplastyczności występuje w wysokich temperaturach homologicz-

nych. Niektóre stopy nadplastyczne wykazują jednak zmniejszanie się wpływu temperatury homologicznej na parametr m w wysokich temperaturach (rys. 20.3.).



Rys. 20.3. Zależność parametru m od temperatury homologicznej dla stopów odkształconych nadplastycznie

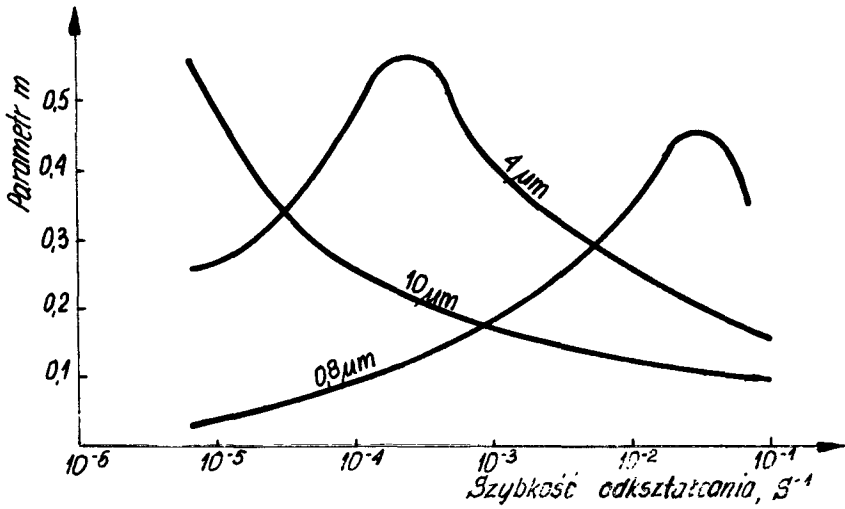
20.2.2. Zależność płynięcia nadplastycznego od wielkości ziarna

Wielkość ziarna jest jednym z najistotniejszych czynników wpływających na nadplastyczność metali i stopów. Badania wykazały, że zmniejszanie wielkości ziarn powoduje przesuwanie się zakresu wysokich wartości parametru m w kierunku większych szybkości odkształcenia (rys. 20.4.). Materiał posiadający ziarna większe od $10 \mu m$ praktycznie nie wykazuje nadplastyczności w stosowanym zakresie szybkości odkształcania (powyżej $10^{-5} s^{-1}$), na co wskazuje mała wartość parametru m (rys. 20.5.).

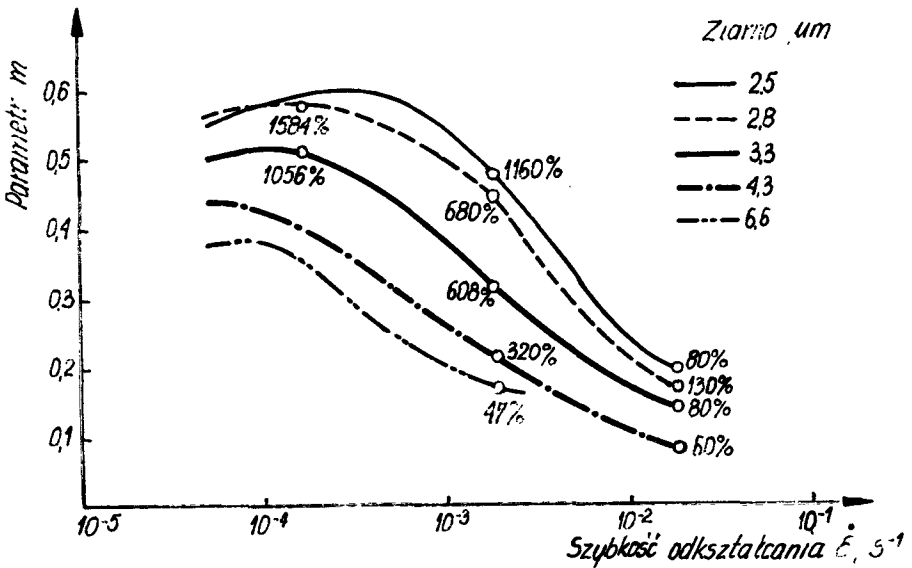
Wielkość naprężenia płynięcia nadplastycznego jest w dużym stopniu zależna od wielkości ziarna i od szybkości odkształcania (rys. 20.6.). Na podstawie wyników badań różnych stopów stwierdzono, że zależność między wielkością ziarna (d) i naprężeniem płynięcia odpowiada relacji:

$$\sigma \propto d^a \quad (20.6.)$$

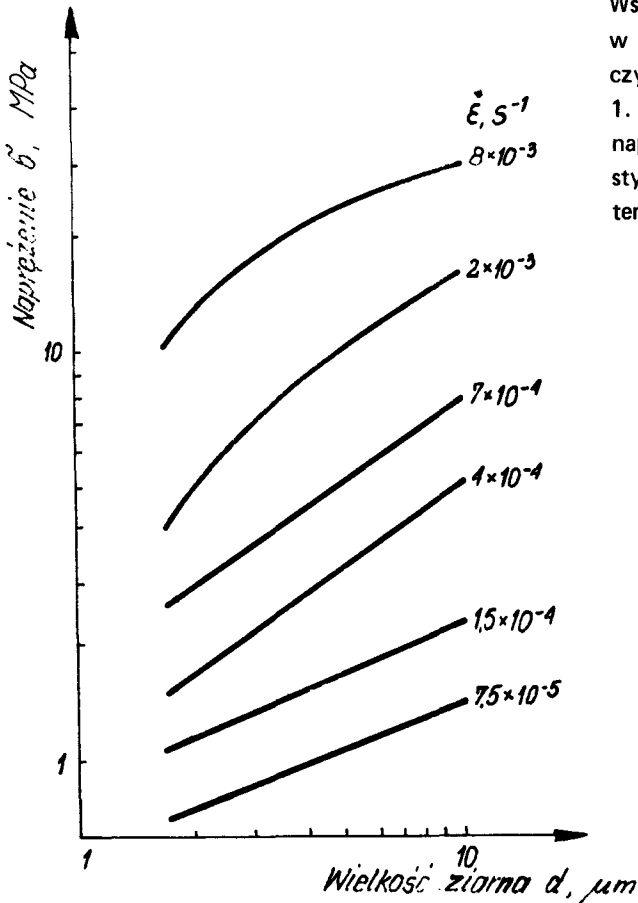
gdzie: symbol \propto określa zależność proporcjonalną



Rys. 20.4. Zależność parametru m od wielkości ziarna dla stopu $\text{MgZn}_6\text{Zr}_{0.5}$



Rys. 20.5. Zależność parametru m od szybkości odkształcania dla różnych wielkości ziarna w stopie eutektycznym Pb-Sn . W procentach podano całkowite wydłużenie



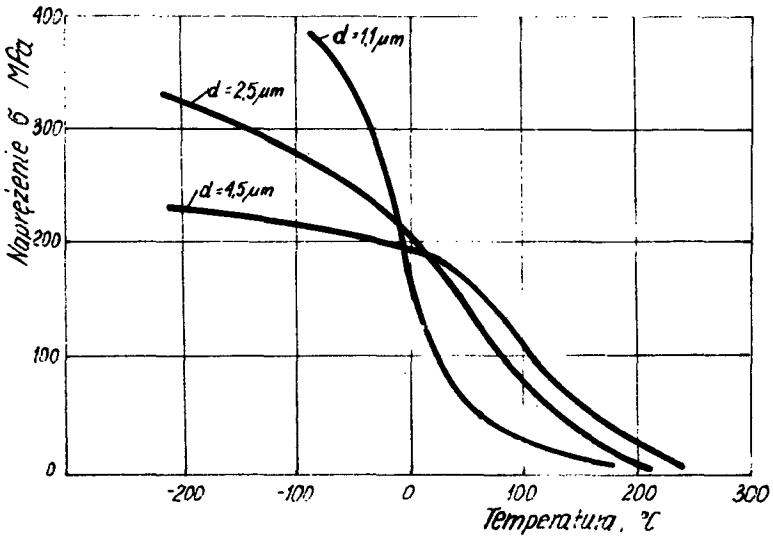
Współczynnik a jest zawarty w granicach od 0,7 do 2, przy czym najczęściej jest on równy 1. Wpływ wielkości ziarna na naprężenie płynięcia nadplastycznego zależy również od temperatury (rys. 20.7.).

Rys. 20.6. Wpływ wielkości ziarna na naprężenie płynięcia nadplastycznego dla różnych szybkości odkształcenia w stopie AlCu33

20.3. Metody otrzymywania struktury ultradrobnoziarnistej

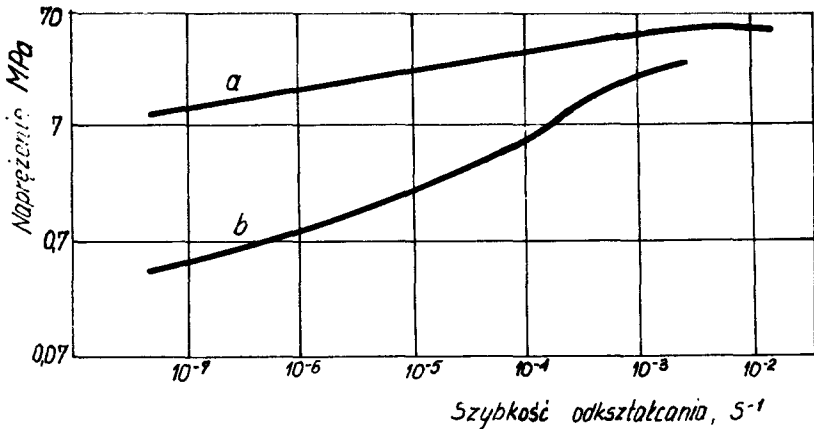
Otrzymywanie struktury o bardzo drobnym i równoosiowym ziarnie jest głównym zadaniem na drodze do osiągnięcia nadplastycznych własności stopów. Jest to zadanie trudne, gdyż w wysokich temperaturach homologicznych występuje tendencja do wzrostu ziarn.

Drobnoziarnistą budowę uzyskuje się w odlewanych stopach eutektycznych i eutektoidalnych. Stwierdzono jednak, że w stopach odlewanych nawet o bardzo drobnej strukturze zjawisko nadplastyczności nie występuje. Wprowadzanie niektórych wyników badań wskazywało na podatność stopów eutektycznych do dużych odkształceń, ale te duże



Rys. 20.7. Zależność napężenia płynięcia od temperatury i wielkości ziarna dla stopu ZnAl22

odkształcenia zachodziły w strefie powstawania szyjki, gdzie struktura ziarnista ulega modyfikacji. Struktury, jakie uzyskuje się w stopach odlewanych, nie są więc bezpośrednio podatne do odkształceń nadplastycznych. Cechy nadplastyczności wykazują natomiast struktury równoosiowe przy jednocześnie małym ziarnie (rys. 20.8.).



Rys. 20.8. Wpływ mikrostruktury eutektycznego stopu SnPb38 na charakter zależności napężenia i szybkości odkształcania: a/ struktura kierunkowo-kryształizowana, b/ struktura równoosiowa

W wielu przypadkach stwierdzono, że odlewane stopy w wyniku intensywnego odkształcania w wysokich temperaturach nabierają cech nadplastycznych. Jak się przypuszcza jest to wynik rozdrobnienia ziarn.

Na własności nadplastyczne metali i stopów mogą wywierać wpływ również inne czynniki, jak np. starzenie. W stopach eutektycznych SnPb38 stwierdzono, że wydłużenie całkowite rosło z czasem starzenia w ciągu pierwszych 30 dni do 1200%, aby następnie zmaleć do 500% po 140 dniach, przy czym wielkość ziarn nie uległa istotnym zmianom. Dla wielu stopów stosowanie obróbki plastycznej na gorąco nie zawsze doprowadza do utworzenia dostatecznie drobnego ziarna. Dlatego warunki obróbki plastycznej muszą być określone. Tak np. korzystną strukturę można uzyskać w stalach podeutektoidalnych przez walcowanie na gorąco w zakresie dwufazowym austenityczno-ferrytycznym. W stosunku do stopów niżej topliwych zalecane jest wyciskanie na gorąco. Inną metodą rozdrabniania ziarna, którą można stosować wyłącznie dla stopów typu eutekoidalnego o równej ilości faz, jest szybkie chłodzenie z temperatur nadeutektoidalnych. Odnosi się to do stopu nadplastycznego ZnAl22.

Szczególnie obiecującą z technologicznego punktu widzenia jest metalurgia proszków połączona z intensywną obróbką plastyczną. Metoda ta jest wskazana dla materiałów o wysokiej temperaturze topnienia, które w normalnych warunkach są bardzo kruche.

20.4. Stopy nadplastyczne

Własności nadplastyczne stwierdzono również w stopach o składach odległych od eutektycznego (np. SnBi1, SnBi5, PbCd5). Nadplastyczność stwierdzono też w czystych metalach, ale tylko w przypadku, gdy struktura jest drobnoziarnista, np. po rekrytalizacji pierwotnej.

Skład stopów powinien być tak dobrany, aby otrzymać stabilną strukturę drobnoziarnistą, niewrażliwą na rozrost ziarn. Z tego względu korzystne są stopy dwufazowe, w których jedna z faz wywiera działanie stabilizujące. Wiele jednak stopów o bardzo drobnoziarnistej strukturze i dużej wartości parametru m pęka na skutek tworzenia się mikroszczelin przy odkształceniach nie przekraczających 200–300%. Zjawisko to występujące w niektórych stopach żelaza tłumaczy się niską plastycznością stabilizujących strukturę wydzieliń, w wyniku czego pojawiają się mikroszczeliny na granicach międzyfazowych. Można sądzić, że twarde, drobne wydzielenia na granicach ziarn zapobiegają nadplastyczności.

Zasadniczo wszystkie stopy wykazujące nadplastyczność odznaczają się częściową rozpuszczalnością składników w stanie stałym, uważać więc można, że dodatki stopowe wpływające na intensyfikację procesów dyfuzyjnych podnoszą własności nadplastyczne. Stopy nadplastyczne można sklasyfikować w zależności od temperatur w których osiągnęte jest największe odkształcenie w trzech grupach:

- stopy niskotemperaturowe, wykazujące nadplastyczność w temperaturach pokojowych,

- stopy średniotemperaturowe, w których efekt nadplastyczności występuje w temperaturach 200–500^o C,
- stopy wysokotemperaturowe, wykazujące własności nadplastyczne w temperaturach powyżej 500^o C.

Tablica 20.1.

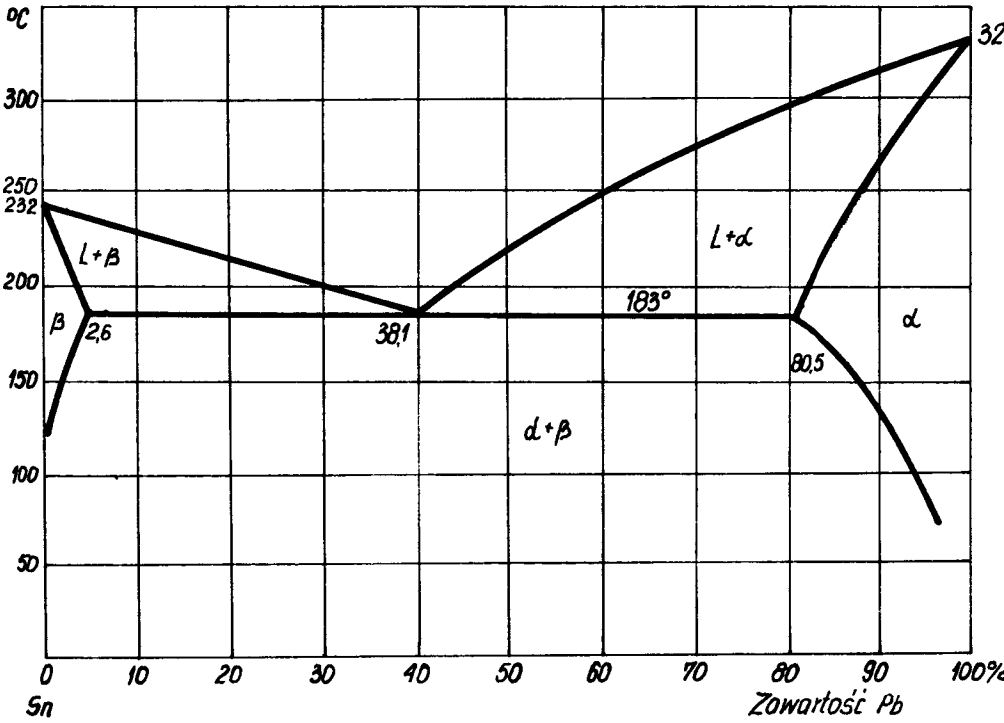
Zestawienie niektórych gatunków stopów nadplastycznych

Stop	ϵ max w %	T w ^o C	Wielkość ziarna μ m	Parametr m	Maksymalna szybkość od- kształcania $\dot{\epsilon}$ przy której $m \geq 0,3$
Stopy niskotemperaturowe					
BiSn43	1000	20	1	–	–
CdZn26	400	20	1–2	0,5	–
SnPb38	1000	20	3	0,6	10 ⁻¹
Stopy średniotemperaturowe					
AlCu33	1000	400–530	1–7	0,5–0,8	6 · 10 ⁻²
MgZn6Zr0,6	1000	270–310	0,5	0,6	5 · 10 ⁻²
MgAl33	2100	350–400	2	0,8	2 · 10 ⁻¹
ZnAl22	1500	250	0,5	0,5	1
Stopy wysokotemperaturowe					
Stale węglowe	350	700	2	0,6	10 ⁻³
Stale niskostopowe	400	800–900	2	0,6	10 ⁻³
Stopy Ni–Cr–Fe	1000	810–980	1–3	0,5	8 · 10 ⁻²
TiAl6V4	1000	800–1000	7	0,8	5 · 10 ⁻³
CuAl10Fe4	720	800	10	0,6	7 · 10 ⁻³

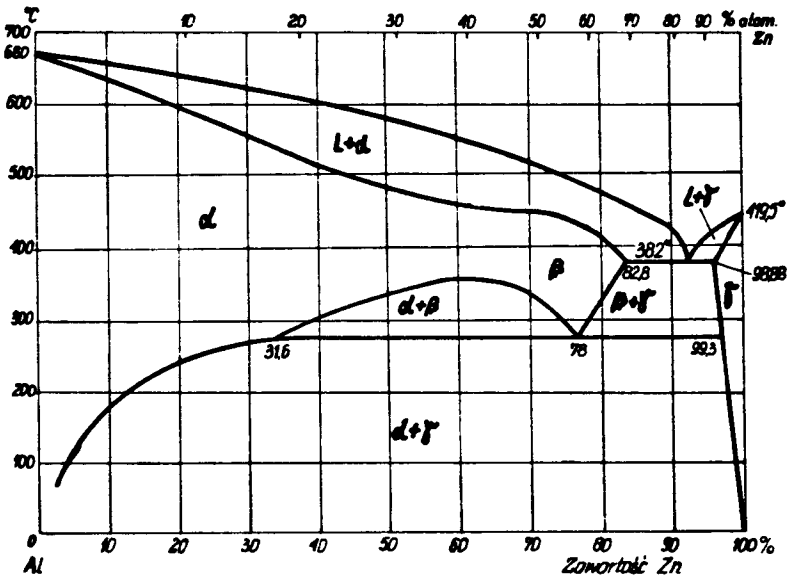
Z grupy stopów niskotemperaturowych wyróżnić można eutektyczny stop SnPb38, który odznacza się wysokimi własnościami nadplastycznymi, szczególnie po obróbce plastycznej w dużym zakresie zgniotu (rys. 20.9.). Korzystną cechą tego stopu jest jego nadplastyczność występująca w temperaturach pokojowych, co znacznie ułatwia proces odkształcania. Ze względu jednak na niskie własności wytrzymałościowe, zastosowanie tego stopu, jak i innych stopów niskotemperaturowych, jest ograniczone.

Z punktu widzenia praktycznego zastosowania duże znaczenie wzbudzają stopy średniotemperaturowe, które odznaczają się stosunkowo wysokimi własnościami wytrzymałościowymi w temperaturach pokojowych.

Przedstawicielem tych stopów może być stop ZnAl22, mający już praktyczne zastosowanie (rys. 20.10.). Stwierdzono też, że możliwe jest udoskonalanie stopów średniotemperaturowych. Tak więc dodatek 1% Cu do stopu ZnAl22 nie pogarsza jego własności nadplastycznych, natomiast 140 krotnie podwyższa odporność na pełzanie w temperaturach pokojowych.



Rys. 20.9. Układ równowagi cyna—ołów



Rys. 20.10. Układ równowagi aluminium—cynk

Stopy wysokotemperaturowe, do których należą stale i stopy żarowytrzymałe wymagają trudnych warunków odkształcania (temperatura, czas, szybkość odkształcania). W zakresie tych stopów prowadzone są liczne badania.

Technologiczne wykorzystanie zjawiska nadplastyczności uwarunkowane jest nie tylko odpowiednio dużym zakresem odkształceń przy niskich naprężeniach, lecz również szybkością odkształcania. Dąży się do uzyskania stopów, które będą nadplastyczne przy szybkościach odpowiadających warunkom obróbki plastycznej, tzn. $(10^{-1} \div 10^{-2})s^{-1}$. Istotnym wymaganiem stawianym stopom nadplastycznym jest to, aby po zakończeniu odkształcania można było doprowadzić strukturę do stanu plastycznego (konwencjonalnego) za pomocą zabiegów obróbki cieplnej prowadzących do zwiększenia ziarna. Taka obróbka cieplna jest stosunkowo prosta dla stopu ZnAl22, gdzie można wykorzystać przemianę eutektoidalną. W przypadku stopów wysokotemperaturowych, przeznaczonych do pracy w wysokich temperaturach, stosuje się w tym celu długotrwałe wysokotemperaturowe wyżarzanie, powodujące zwiększenie ziarna. W stopach podlegających formowaniu w wysokich temperaturach, a przeznaczonych do pracy w temperaturach otoczenia, zachowanie bardzo drobnego ziarna jest korzystne, ponieważ przyczynia się ono do istotnego podwyższenia własności wytrzymałościowych.

20.5. Wpływ odkształcenia nadplastycznego na strukturę

Zachowanie się materiału w zakresie nadplastycznym jest całkowicie różne od normalnego, gdyż zarówno po pełzaniu, jak i po obróbce plastycznej na gorąco, ziarna zostają odkształcone. Jeżeli w wyniku poprzedniej obróbki plastycznej wyjściowa mikrostruktura stopu nadplastycznego jest pasmowa z pasmami równoległymi do osi rozciągania, to w miarę odkształcania nadplastycznego pasmowość zanika. Zaobserwowano również, że podłużna pasmowość była zastępowana przez inną, prostopadłą lub ułożoną pod kątem 45° do osi rozciągania. W zakresie wysokich wartości parametru m granice międzyfazowe przybierają kształt łukowy, a więc ziarna jednej z faz zaokrąglają się. Zmiany te są skutkiem odkształcenia nadplastycznego, gdyż późniejsze wyżarzanie przywraca granicom międzyfazowym prostoliniowość. Stwierdzono, że w zakresie odkształceń nadplastycznych w ziarnach zachodzą procesy odkształcania, chociaż typowych linii poślizgu nie udało się zaobserwować. Mechanizmem decydującym o wielkich odkształceniach w zakresie nadplastycznym jest poślizg po granicach ziarn. Poślizg nie zachodzi równomiernie po wszystkich granicach. Przeważają poślizgi po granicach znajdujących się w płaszczyznach nachylonych pod kątem 45° do osi rozciągania, gdzie występują największe naprężenia styczne, przy czym ziarna przemieszczają się grupowo po kilkanaście ziarn.

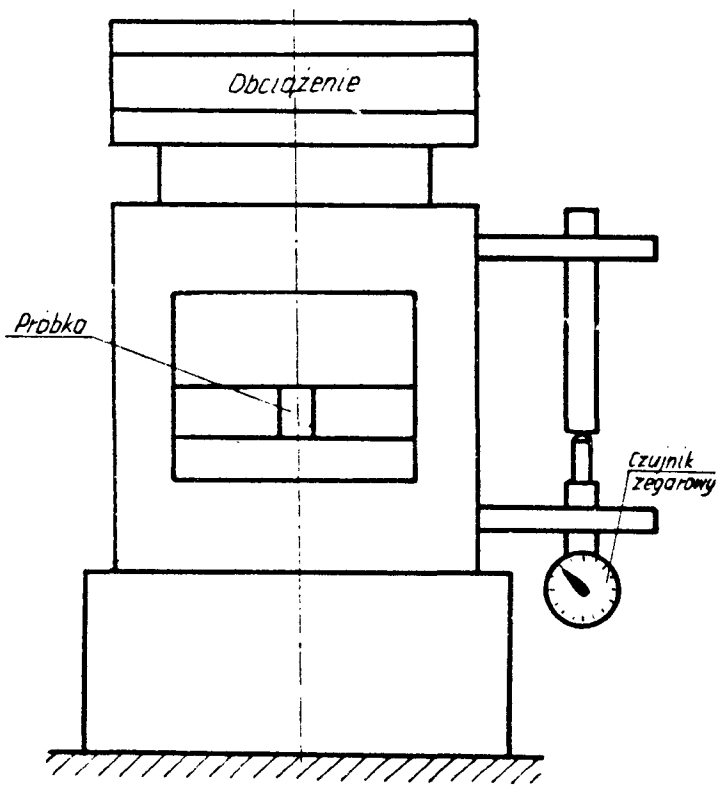
20.6. Przebieg ćwiczenia

A. Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest poznanie budowy strukturalnej stopów nadplastycznych w stanie wyjściowym i po odkształceniu oraz zapoznanie się ze zjawiskiem nadplastyczności.

B. Urządzenia i materiały do badań

- mikroskopy metalograficzne z wyposażeniem do obserwacji w zakresie dużych powiększeń (ok. 1000x),
- przyrząd do ściskania próbek i pomiaru odkształceń (rys. 20.11.),



Rys. 20.11. Szkic przyrządu do pomiaru odkształceń próbek w warunkach ściskania

- próbki $\phi 5 \times 10$ mm z ołowiu, stopu SnPb38 w stanie odlanym i z tego samego stopu wyciskanego z gniosem 70% i 95%, przeznaczone do badania efektu odkształcenia nadplastycznego,

- próbki do badań mikroskopowych ze stopu SnPb38 w stanie odlanym i po obróbkę plastyczną,
- próbki do badań mikroskopowych ze stopu ZnAl22 w stanie odlanym i po obróbkę cieplną w zakresie przemiany eutektoidalnej,
- próbki ze stopu SnPb38 po odkształceniu całkowitym w warunkach rozciągania jednoosiowego (wstępnie walcowane lub wyciskane).

C. Przebieg badań

- sprawdzenie przygotowania studentów do badań,
- obserwacje mikrostruktury stopów odlewniczych SnPb38 i ZnAl22,
- badania mikrostruktury stopów po zabiegach zmierzających do rozdrobnienia ziarn – określenie wielkości i kształtu ziarn,
- obserwacje mikrostruktury stopu SnPb38 po odkształceniu nadplastycznym (kilkaset procent),
- pomiary próbek rozciąganych i obliczenie całkowitego wydłużenia,
- badanie przebiegu odkształcenia ściskanych próbek ϕ 5 x 10 mm w przyrządzie (rys. 20.11.). Wielkość obciążenia (siły ściskającej) należy określić dla stopu SnPb38 na podstawie wykresu wg rys. 20.8., przyjmując czas próby 10–20 min. Wielkość odkształcenia należy notować co 1 min.

D. Opracowanie wyników i sprawozdania

Sprawozdanie z badań powinno zawierać następujące punkty:

- cel badań, przedmiot badań, spis literatury pomocniczej,
- rysunki mikrostruktur stopów SnPb38 i ZnAl22,
- szkic próbek po rozciąganiu i obliczenie wydłużeń całkowitych,
- szkic próbek przed i po ściskaniu, szkic przyrządu i opis przebiegu badań z uzasadnieniem,
- zestawienie wyników badania efektu nadplastyczności według wzoru:

Lp.	Rodzaj materiału	Wysokość próbki h	Obciążenie N	Naprężenie ściskające MPa	Czas działania siły obciążającej sek.

- sporządzenie wykresu we współrzędnych naprężenie – czas
- analiza wyników badań i wnioski.

Pytania kontrolne

1. Wyznaczanie odkształcenia plastycznego.
2. Zachowanie się pod obciążeniem ciał sprężystych, plastycznych i lepkich.
3. Zależność naprężenia plastycznego od szybkości odkształcenia,
4. Główne czynniki wpływające na wywołanie własności nadplastycznych w stopach.
5. Porównanie zjawiska pełzania z nadplastycznością.
6. Wpływ temperatury na płynięcie nadplastyczne.
7. Zależność płynięcia nadplastycznego od wielkości ziarn.
8. Wpływ obróbki plastycznej na strukturę i ziarno stopów metali (na przykładzie SnPb38).
9. Zasady otrzymywania drobnego ziarna metodą obróbki cieplnej.
10. Wpływ odkształcenia nadplastycznego na mikrostrukturę stopów.
11. Zmiany własności stopów z nadplastycznych w plastyczne.
12. Własności stopów nadplastycznych.
13. Wymagania stawiane stopom nadplastycznym.

Literatura

1. Grabski M. W. — Nadplastyczność strukturalna metali. Wyd. "Śląsk", Katowice 1973
2. Duncan J. L. — Nadplastyczność metali — związki fizyczne i zagadnienia obróbki. Zagadnienia pełzania i plastyczności. Wrocław, Ossolineum 1975, str. 117-160
3. Prosnjakov A. A. — Sverchplastičnosť metallov i splavov, lzd. "Nauka" Kazachskoj SSSR 1969, Alma-Ata
4. Stüwe H. F. — Superplastizität. Z. Metallk., 1970 nr 10 s. 704-710
5. Schelosky H., Schröder G., Winter K. — Untersuchung des superplastischen Verhaltens einer gewalzten eutektischem Zinn-Blei-Legierung, Ind.Anz., 1972 Nr 56 s. 1393-1396
6. Misiótek Z., Turoń J. — Nadplastyczność metali i stopów. Rudy i metale nieżelazne. 1971 nr 12 s. 587-591
7. Šoršov M. Ch., i inni — Sverchplastičnosť metalličeskich materialov, Moskwa, Izdat, Nauka, 1973
8. Gryziecki J., Jarominek J. — Nadplastyczność eutektycznego stopu Pb-Sn. Rudy i metale nieżelazne, 1975 nr 6, s. 316-319

21. RENTGENOWSKA ANALIZA STRUKTURALNA

21.1. Charakterystyka widma rentgenowskiego

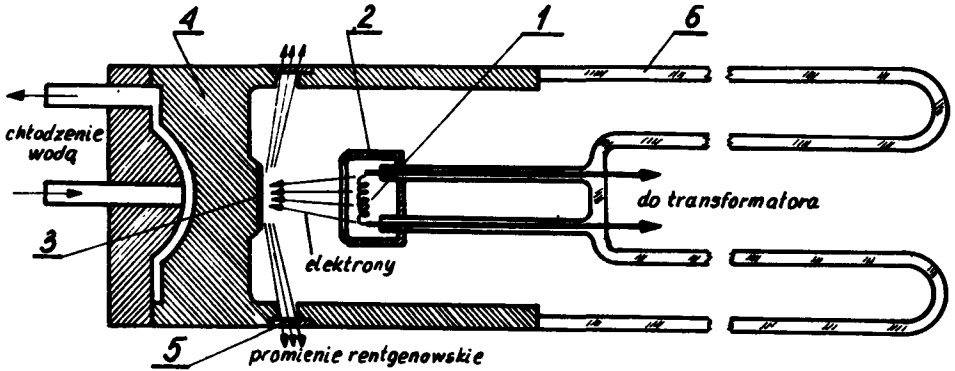
Promieniowanie rentgenowskie jest promieniowaniem elektromagnetycznym obejmującym obszar między promieniowaniem γ i nadfioletem, w przybliżonych granicach długości fal $10^{-12} - 10^{-8}$ m. Jednostką używaną w obszarze promieni rentgenowskich jest angstrom \AA . Promienie rentgenowskie stosowane w analizie strukturalnej mają długość fali w granicach $0,5 - 2,5 \text{\AA}$ ($0,05 - 0,25 \text{ nm}$).

21.1.1. Otrzymywanie promieni rentgenowskich

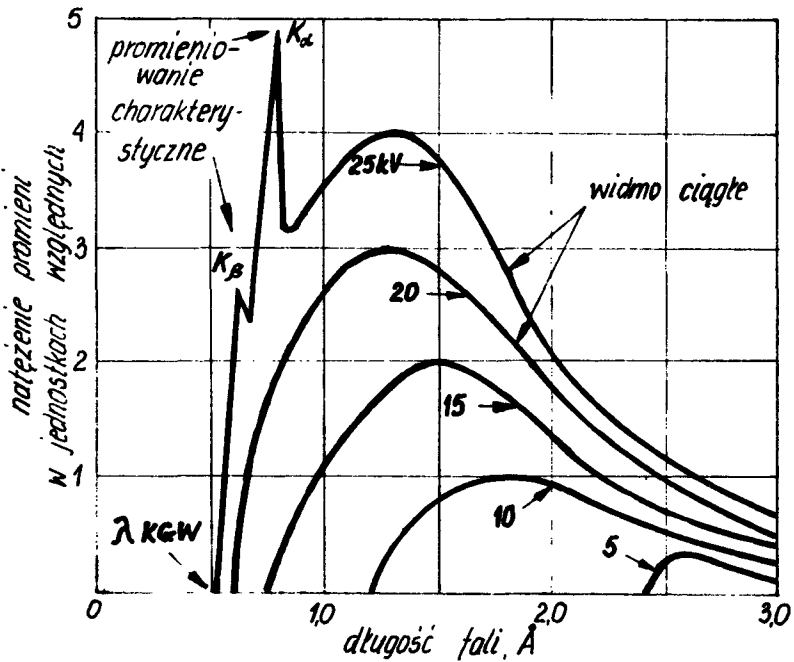
Źródłem promieniowania rentgenowskiego jest lampa rentgenowska typu Coolidge' a. Jest to rura szklana, gdzie panuje ciśnienie rzędu 10^{-4} Pa. W rurze występują dwie elektrody – katoda w postaci włókna wolframowego i anoda – w formie tarczy metalowej umieszczonej w bloku miedzianym (rys. 21.1.). Włókno katody rozżarzone niskowoltowym prądem emituje elektrony. Prąd żarzenia ma wartość rzędu $10 - 25$ mA, co określa temperaturę włókna a zatem i liczbę elektronów, która może być emitowana w czasie 1 sekundy. Elektrony te zostają przyspieszone między anodą i katodą za pomocą wysokiego napięcia rzędu od kilku do 200 kV i więcej. Elektrony zderzają się z anodą, która staje się źródłem promieni rentgenowskich. Promienie rentgenowskie wychodzą z lampy na zewnątrz przez okienko obudowy, wykonane zazwyczaj z berylu, glinu lub miki, tj. materiałów o niskim współczynniku absorpcji.

21.1.2. Widmo rentgenowskie

Analizując promienie biegnące od anody stwierdzono, że stanowią one mieszaninę fal o różnej długości i że zmiana natężenia tych fal zależy od napięcia lampy. Rys. 21.2. obrazuje charakter otrzymanych krzywych. Przy pewnej długości fal, zwanej krótkofalową granicą widma λ_{KGW} , natężenie promieni równa się zeru, a następnie wzrasta



Rys. 21.1. Przekrój lampy rentgenowskiej typu Coolidge' a z żarzoną katodą: 1 – włókno żarzenia katody, 2 – kubek ogniskujący, 3 – anoda, 4 – blok miedziany, 5 – okienko berylowe, 6 – szkło



Rys. 21.2. Widmo molibdenu w zależności od przyłożonego napięcia

osiągając maksimum i potem maleje zbliżając się do zera w części długofalowej. Gdy napięcie lampy rośnie, natężenie wszystkich długości fal wzrasta i równocześnie granica krótkofalowa widma oraz maksimum przesuwają się w kierunku fal krótszych. Łagodne

krzywe z rys. 21.2. odpowiadają przyłożonemu napięciu równemu lub mniejszemu od 20 kV dla anody molibdenowej. Promieniowanie takie nazywa się promieniowaniem polichromatycznym ciągłym lub białym, gdyż składa się z fal o różnej długości. Gdy napięcie molibdenowej lampy rentgenowskiej wzrasta ponad 20 kV (rys. 21.2.), to pojawiają się „ostre” maksima natężeń nakładające się na widmo ciągłe. Odpowiadające im długości fal są charakterystyczne dla użytego materiału anody i nazywamy je liniami charakterystycznymi. Linie te mogą należeć do kilku grup np. K, L, M itd., tworząc razem widmo charakterystyczne metalu anody lampy rentgenowskiej.

Widmo ciągłe jest wynikiem gwałtownego zahamowania rozpędzonych elektronów. Jednak nie każdy elektron jest w jednakowym stopniu hamowany. Niektóre elektrony wytracają od razu swoją energię i odpowiada im minimalna długość fali. Inne zaś odchylając się od prostoliniowego biegu tracą stopniowo energię na różnych atomach anody i są źródłem fal dłuższych. Elektrony, które wytracają całą swoją energię eV, powodują powstawanie kwantów promieniowania o maksymalnej energii $h \nu_{\max}$, gdzie: V – napięcie między elektrodami, e – ładunek elektronu, h – stała Plancka, ν_{\max} – częstość.

Ponieważ długość fali i częstość są związane zależnością $\lambda = \frac{c}{\nu}$, gdzie: c – prędkość światła, więc krótkofalowa granica widma jest równa:

$$\lambda_{\text{KGW}} = \frac{c}{\nu_{\max}} = \frac{hc}{eV}$$

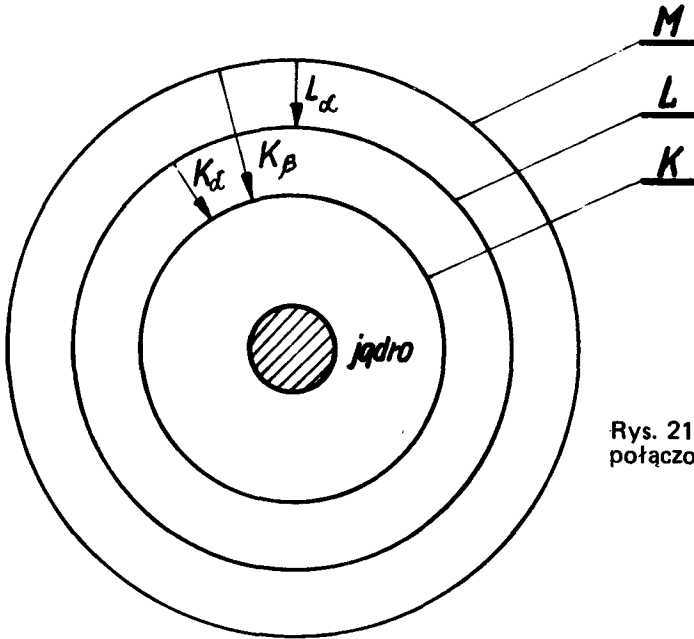
Po podstawieniu wartości liczbowych i przeliczeniu otrzymujemy równanie

$$\lambda_{\text{KGW}} = \frac{12,4}{V} \quad [\text{Å}] \quad (21.1.)$$

gdzie: V – napięcie przyłożone do lampy w [kV]

Jeśli elektrony wytracą podczas hamowania tylko część energii, to tylko ta część jest emitowana jako promieniowanie i powstałe fotony mają częstość mniejszą niż ν_{\max} . Długości fal są wówczas większe od λ_{KGW} i tworzą widmo ciągłe.

Widmo charakterystyczne zostało wykryte przez W. H. Bragga i usystematyzowane przez H. G. Moseleya, który stwierdził, że długości fal poszczególnych linii charakterystycznych maleją wraz ze wzrostem liczby atomowej emitera. Przyczyna powstawania widma charakterystycznego tkwi w atomach materiału anody. Pod wpływem bombardowania anody rozpędzonymi elektronami, wybite zostają elektrony z poziomów znajdujących się blisko jądra. Wzbudzone w ten sposób atomy anody powracają do stanu równowagi emitując energię w postaci promieniowania charakterystycznego. Luka w powłoce K może być zapełniona przez dowolny elektron z bardziej zewnętrznych powłok, co jest przyczyną istnienia serii K, np. linie K_{α} i K_{β} są rezultatem zapełnienia luk w powłoce K przez elektrony z powłok L albo M (rys. 21.3.). Charakterystyczne



Rys. 21.3. Przeskoki elektronów połączone z emisją promieni rentgenowskich

linie serii L powstają w podobny sposób. W celu uzyskania promieniowania charakterystycznego niezbędne jest stosowanie odpowiedniego napięcia wzbudzającego. Np. promieniowanie serii K nie może być wzbudzone, jeśli napięcie lampy jest za niskie a bombardujące elektrony mają zbyt małą energię by wyrzucić elektron z powłoki K atomu materiału anody. Energia niezbędna do wzbudzenia serii L jest mniejsza niż energia potrzebna do wzbudzenia serii K. Dlatego też promieniowaniu charakterystycznemu serii K towarzyszy promieniowanie serii L, M itd. Zazwyczaj w dyfrakcji rentgenowskiej stosuje się tylko linie K, gdyż linie o większej długości fali są zbyt łatwo absorbowane. Istnieje kilka linii serii K, ale tylko trzy najsilniejsze z nich stosuje się w badaniach dyfrakcyjnych. Są to K_{a1} , K_{a2} i K_{β} . Składowe a_1 i a_2 mają bardzo niewielkie różnice długości fal i zazwyczaj nie traktuje się ich jako oddzielnych linii, nazywa się je dubletem K_a . Linia K_{a1} jest zawsze około dwa razy silniejsza niż K_{a2} , dlatego proporcje te uwzględnia się przy obliczaniu średniej długości fali dubletu K_a .

Do wzbudzania widm charakterystycznych używane są najczęściej anody z molibdenu, miedzi, kobaltu, żelaza i chromu. Ich charakterystyczne długości fal podano w tabelicy 21.1. Krytyczną wartość napięcia wzbudzenia V_k , to jest napięcia niezbędnego do wzbudzenia charakterystycznego promieniowania serii K, możemy obliczyć przy pomocy zależności podobnej do równania (21.1.):

$$V_k = \frac{12,4}{\lambda_k} \quad [\text{kV}] \quad (21.2.)$$

gdzie: λ_k – długość fali krawędzi absorpcji K w [Å].

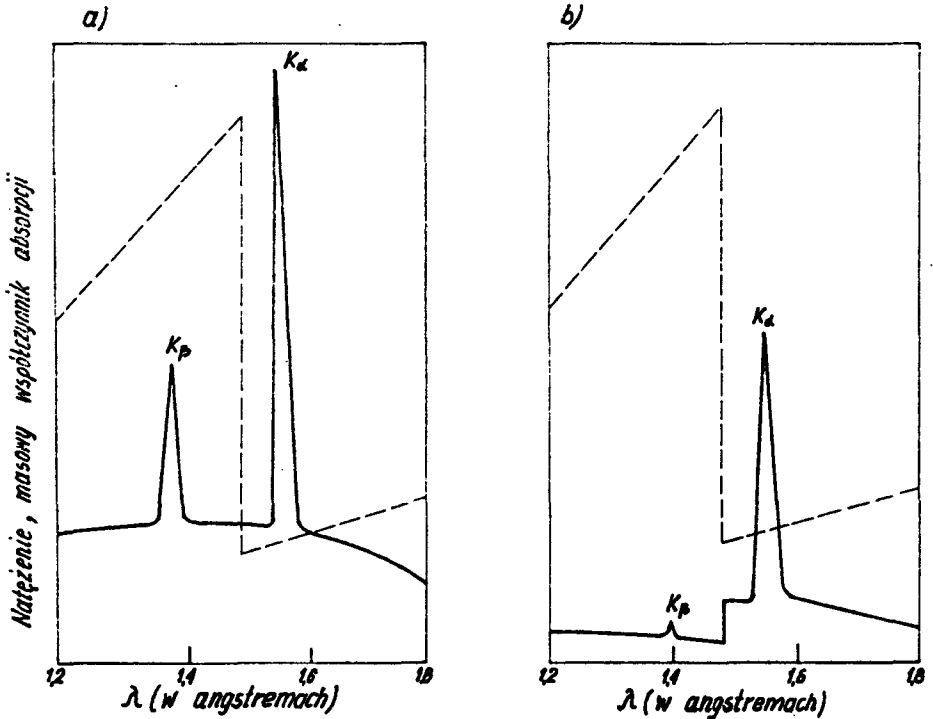
Tablica 21.1.

Długości fal niektórych linii promieniowania charakterystycznego serii K
oraz filtry stosowane przy różnych anodach [1]

Pierwiastek anody lampy rtg.	Lat. Z	Długość fali w Å					Filtr	Stosunek intensywności	
		K α_2	K α_1	K α_{sr}	K β	Krawędź absorpcji K		$\frac{I_{K\alpha \text{ pad.}}}{I_{K\beta \text{ pad.}}}$	Grubość filtru dla $\frac{I_{K\alpha \text{ przech.}} \approx 500}{I_{K\beta \text{ przech.}}}$
Mo	42	0,7135	0,7093	0,7107	0,6323	0,6198	Zr	5,4	0,11 mm
Cu	29	1,5443	1,5405	1,5418	1,3922	1,3804	Ni	7,5	0,02 mm
Co	27	1,7928	1,7889	1,7902	1,6207	1,6081	Fe	9,4	0,015 mm
Fe	26	1,9399	1,9360	1,9373	1,7565	1,7433	Mn	9,0	0,015 mm
Cr	24	2,2935	2,2896	2,2909	2,0848	2,0701	V	8,5	0,015 mm

21.1.3. Filtry

Wiele doświadczeń rentgenowskich wymaga użycia promieniowania monochromatycznego. Jednakże wiązka promieniowania otrzymana z lampy rentgenowskiej przy napięciu wzbudzenia widma charakterystycznego K, zawiera nie tylko mocną linię K_{α} , lecz również słabszą linię K_{β} , a także widmo ciągłe. Natężenie tych niepożądanych składników można zmniejszyć w stosunku do natężenia linii K_{α} przepuszczając wiązkę promieniowania przez filtr wykonany z materiału o krawędzi absorpcji K, leżącej między długościami fal K_{α} i K_{β} materiału anody lampy. Tego rodzaju materiały mają liczbę atomową o 1 lub 2 mniejszą od materiału anody. Tak dobrany filtr znacznie lepiej absorbuje składową K_{β} niż K_{α} . Wynik filtrowania pokazano na rys. 21.4., gdzie część widma nieprzefiltrowanego i po filtrowaniu (anoda miedziana $Z = 29$) nałożono na wykres masowego współczynnika absorpcji filtru (nikiel $Z = 28$). Zwiększenie



Rys. 21.4. Porównanie widma anody miedzianej: a/ przed i b/ po przejściu przez filtr niklowy. Linia przerywaną zaznaczono masowy współczynnik absorpcji niklu

grubości filtru zmniejsza stosunek natężeń K_{β} do K_{α} w wiązce przechodzącej. Najczęściej stosuje się filtry o grubości zmniejszającej natężenie linii K_{α} do połowy wartości pierwotnej, przy czym następuje jednoczesny spadek stosunku intensywności

linii K_{β} do K_{α} od $\frac{1}{9}$ w wiązce pierwotnej do około $\frac{1}{500}$ w wiązce przechodzącej.

Dane dotyczące filtrów stosowanych przy różnych anodach zawiera tablica 21.1.

21.2. Metody badań dyfrakcyjnych

Jeśli wiązka promieni rentgenowskich pada na materiał krystaliczny, a długość fali promieniowania jest porównywalna z odległościami międzypłaszczyznowymi dla danego kryształu, to wystąpi zjawisko ugięcia i interferencji fali padającej na płaszczyznach sieciowych. Warunkiem uzyskania wzmocnienia promieni rozproszonych w określonym kierunku jest:

$$n \lambda = 2 d' \sin \theta \quad (21.3.)$$

gdzie:

- λ – długość fali padającej,
- d' – odległość międzypłaszczyznowa,
- θ – kąt ugięcia,
- n – rząd ugięcia ($n = 1, 2, 3, 4, \dots$).

Wiązka promieni rentgenowskich padająca na kryształ ulega dyfrakcji wtedy, gdy zostaje spełnione równanie (21.3.) i wówczas kąt ugięcia jest równy kątowi padania, a więc kąt między wiązką ugiętą a padającą jest zawsze równy 2θ . W innych przypadkach następuje rozproszenie i wygaszenie promieni niezgodnych w fazie. Intensywność wiązki ugiętej jest jednak znacznie mniejsza niż wiązki padającej.

Zgodnie z definicją wskaźników Millera refleksy od płaszczyzn np.: $\{222\}$, $\{333\}$, $\{444\}$ itd. są równoważne refleksom drugiego, trzeciego, czwartego itd. rzędu od płaszczyzn $\{111\}$. Ogólnie refleks n -tego rzędu od płaszczyzn $\{hkl\}$ o odległości międzypłaszczyznowej d' , można uważać za refleks rzędu pierwszego od płaszczyzn $\{nk \ nk \ nk\}$ o odległości międzypłaszczyznowej $d = d'/n$. Mając to na uwadze można zapisać prawo Bragga w postaci:

$$\lambda = 2 d \sin \theta \quad (21.4.)$$

Przy użyciu promieniowania monochromatycznego kryształ nie musi ugiąć wiązki padającej. Aby spełnić prawo Bragga musimy w czasie badań zmieniać w sposób ciągły λ albo θ . W zależności od tego co zmieniamy dzielimy metody dyfrakcyjne na trzy grupy (tabl. 21.2.).

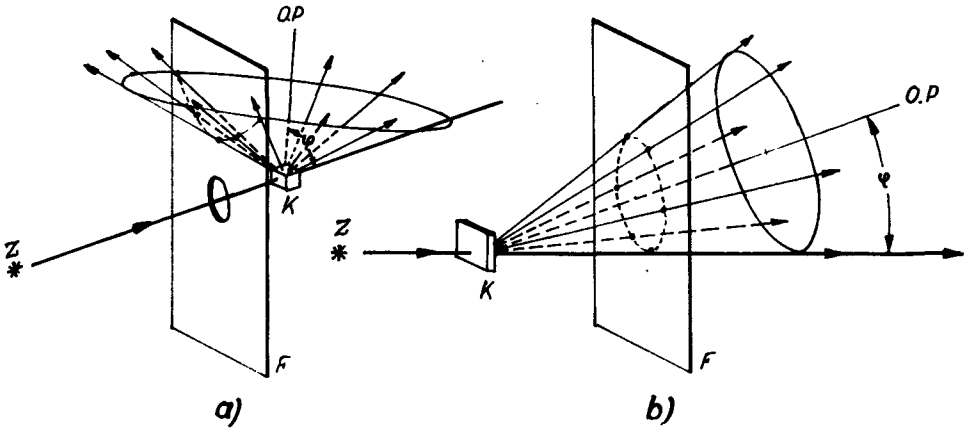
21.2.1. Metoda Lauego

Badany preparat jest monokryształem nieruchomo umieszczonym na drodze wiązki

Metody badań dyfrakcyjnych

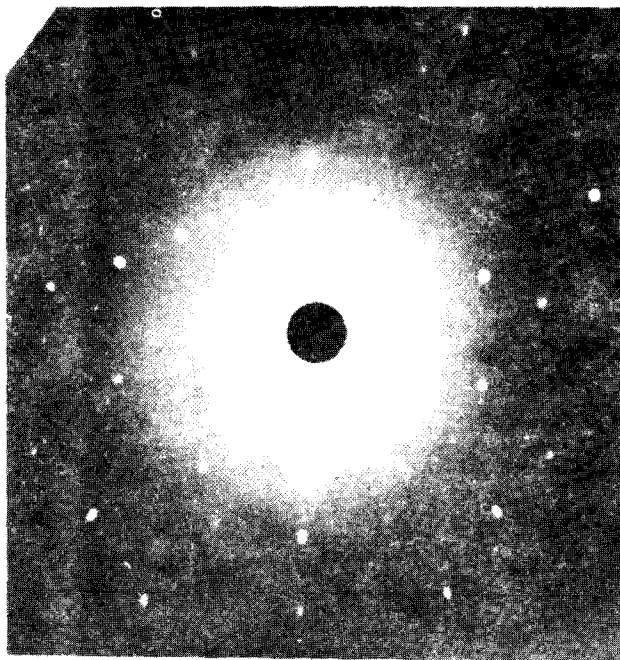
Metoda dyfrakcyjna	Próbka	Promieniowanie
Metoda Lauego	nieruchomy monokryształ	promieniowanie ciągłe lampy rtg. najczęściej W lub Mo
Metoda obracanego kryształu	ruchomy monokryształ	monochromatyczne – najczęściej tylko filtrowanie promieniowanie charakterystyczne
Metody proszkowe	polikrystaliczna	monochromatyczne – najczęściej tylko filtrowane promieniowanie charakterystyczne

promieniowania białego. W tych warunkach kąt Bragga dla każdej rodziny płaszczyzn w kryształach jest ściśle określony i każda z nich ugina promieniowanie o odpowiedniej długości fali. Tak więc każda wiązka ugięta ma inną długość fali. W zależności od grubości preparatu zdjęcia wykonujemy w dwojaki sposób. W metodzie promieni zwrotnych (rys. 21.5a.) płaska błona fotograficzna, prostopadła do wiązki padającej umieszczona



Rys. 21.5. Przekięcie stożka dyfrakcyjnego z błoną fotograficzną: a/ w metodzie promieni zwrotnych (hiperbola), b/ w metodzie promieni przechodzących (elipsa), Z – źródło promieni rtg., K – kryształ, F – błona fotograficzna, O.P – oś pasa

jest między kryształem i źródłem promieni rentgenowskich, wiązka pierwotna przechodzi przez otwór w błonie fotograficznej dając obraz dyfrakcyjny jak na rysunku 21.6. W metodzie promieni przechodzących (rys. 21.5b.) płaska błona fotograficzna znajduje się za kryształem i mogą być na niej zarejestrowane wiązki dyfrakcyjne przechodzące.



Rys. 21.6. Zwrotne zdjęcie Lauego monokryształu aluminium o orientacji $(\bar{1}12)$ $[1\bar{1}1]$: wiązka padająca jest prostopadła do płaszczyzny $(\bar{1}12)$, a kierunek $[1\bar{1}1]$ biegnie pionowo w górę, Promieniowanie anody wolframowej 40 kV, 12 mA

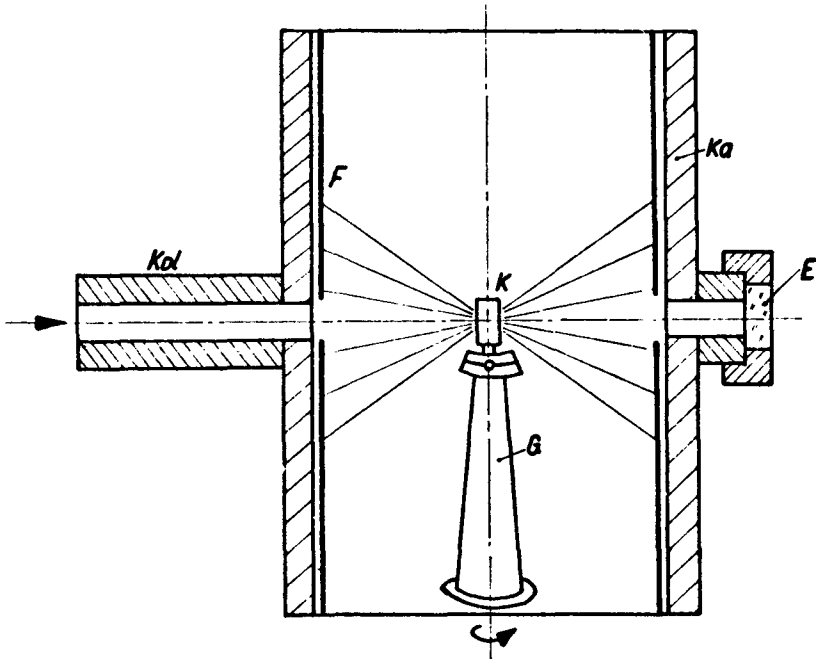
W obu metodach wiązki ugięte tworzą szeregi plam na błonie fotograficznej. Plamy leżące na jednej krzywej są refleksami pochodzącymi od płaszczyzn należących do jednego pasa krystalograficznego. Wynika to z faktu, że promienie rentgenowskie ugięte przez wszystkie płaszczyzny dowolnego pasa krystalograficznego leżą na powierzchni stożka, którego oś jest osią pasa i którego kąt półwierzchołkowy jest równy kątowi φ , pod którym oś pasa nachylona jest do wiązki padającej. W zależności od sposobu przecięcia się stożka interferencyjnego z błoną fotograficzną otrzymujemy różne krzywe (rys. 21.5.). Wyznaczanie orientacji monokryształu w oparciu o położenie refleksów lub krzywych na zdjęciu Lauego przeprowadza się metodą opracowaną przez Greninger [1, 2] .

Należy jeszcze wspomnieć, że metoda Lauego może służyć do badania doskonałości kryształu. Jeśli kryształ ma budowę doskonałą, to refleksy są ostre i jednolite. Ze wzrostem defektów i naprężeń refleksy ulegają rozmyciu, co nazywamy asteryzmem.

21.2.2. Metoda obracanego kryształu

W metodzie tej stosujemy promieniowanie monochromatyczne. Równanie Bragga może być spełnione ze względu na obrót kryształu wokół jednej z jego osi, co powoduje ciągłą zmianę kąta odbłyску promieni rentgenowskich θ . Źródłem promieniowania monochromatycznego jest widmo charakterystyczne, najczęściej linia K_{α} po-

chodząca od anody Cu, Ni, Co, Fe lub Cr. Kamera w metodzie obracanego kryształu ma kształt cylindryczny (rys. 21.7.), a na jej wewnętrznej ścianie jest założony film. Podczas ekspozycji kryształ obraca się wokół wybranej osi, przy czym oś obrotu jest jednocześnie osią cylindrycznej kamery. Wiązki ugięte w tym przypadku znajdują się na powierzchni stożków, ale teraz osie stożków są zgodne z osią obrotu. W rezultacie otrzymujemy obraz warstwiczny jak na rysunku 21.8. Istnieje ścisła zależność [3] między odległością atomów w kierunku równoległym do osi obrotu kryształu (a), a odstępem między warstwicami na dyfraktogramie (h).



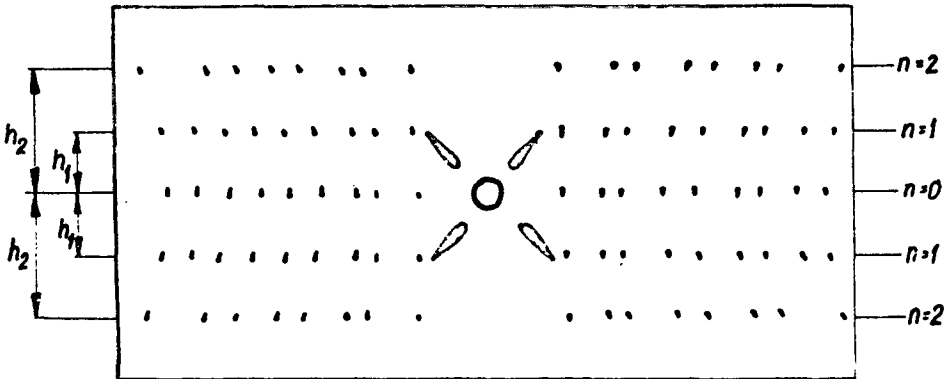
Rys. 21.7. Metoda obracanego kryształu: Ka – kamera, F – błona fotograficzna, K – kryształ, G – goniometr, Kol – kolimator, E – ekran fluoryzujący

$$a = \frac{n \lambda}{\sin \alpha} \quad (21.5.)$$

gdzie:

$$\operatorname{tg} \alpha = \frac{h}{R} \quad (R - \text{promień kamery})$$

Metoda obracanego kryształu ma więc przede wszystkim zastosowanie do wyznaczania odstępów między atomami wzdłuż określonego kierunku krytalograficznego. W dalszym rozszerzeniu może służyć do wyznaczania budowy krytalicznej nieznannej fazy [4, 5] .



Rys. 21.8. Schemat rentgenogramu wykonanego metodą obracanego kryształu

21.2.3. Metody proszkowe

Substancję krystaliczną w postaci drobnego proszku umieszczamy w monochromatycznej wiązce promieni rentgenowskich. Różna orientacja cząstek proszku względem wiązki pierwotnej umożliwia spełnienie równania Bragga nawet bez obrotu próbki, gdyż między tymi cząstkami zawsze znajdzie się pewien procent takich, w których płaszczyzny $\{hkl\}$ tworzą kąt Bragga z wiązką pierwotną.

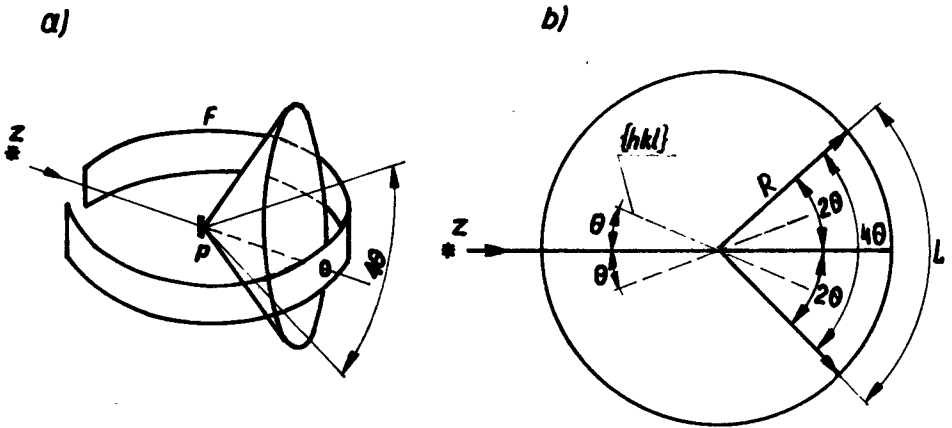
Najczęściej spotykaną odmianą metody proszkowej jest metoda Debye' a-Scherrera, w której próbkę w postaci pręcika lub kapilary umieszczamy w kamerze o geometrii jak na rysunku 21.7. Promienie ujęte na określonej płaszczyźnie $\{hkl\}$ układają się na pobocznicy stożka, którego kąt wierzchołkowy wynosi 4θ (rys. 21.9.) i stożki takie tworzą się dla poszczególnych rodzin płaszczyzn sieciowych. W rezultacie uzyskujemy dyfraktogram jak na rysunku 21.10.

Wartość kąta θ dla poszczególnych refleksów otrzymujemy mierząc L , czyli odległość między dwiema liniami dyfrakcyjnymi pochodzącymi od tego samego stożka (rys. 21.10.) i stosując zależność:

$$\frac{L}{2\pi R} = \frac{4\theta}{360^\circ} \quad (21.6.)$$

gdzie: $2\pi R$ dla standardowych kamer wynosi 180 mm lub 360 mm (odpowiednio $D = 57,3$ mm lub 114,6 mm).

Znając θ i λ (stosujemy promieniowanie monochromatyczne o znanej długości fali)



Rys. 21.9. Metoda proszkowa Debye a-Scherrera: a/ schemat tworzenia się stożków interferencyjnych, b/ przekrój błony fotograficznej i jednego ze stożków, F – film, P – próbka, Z – źródło promieni rtg.

możemy z równania Bragga obliczyć odległość międzypłaszczyznową d odbijających płaszczyzn sieciowych. Ponieważ istnieje ścisła zależność między odległością międzypłaszczyznową d , wskaźnikami i parametrem komórki elementarnej (a), która w przypadku układu regularnego ma postać

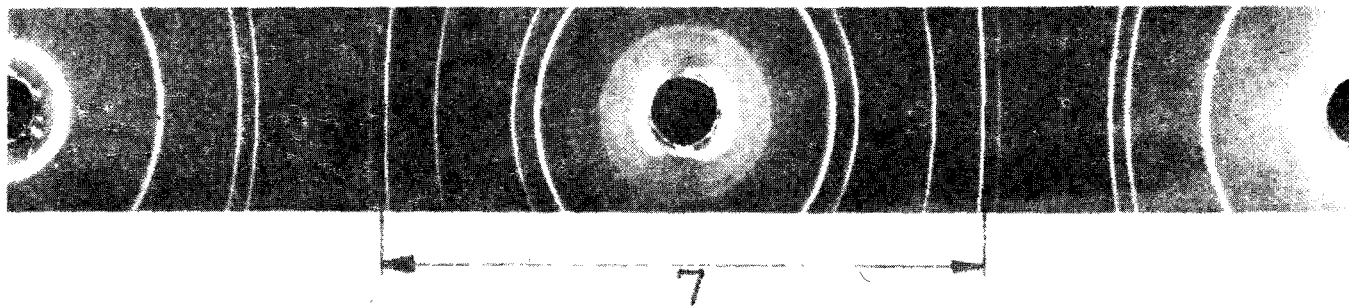
$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \quad (21.7.)$$

uzyskane dane pozwalają na wyliczenie (a).

Do rentgenowskich badań materiałów polikrystalicznych w postaci litej, takich jak drut, blacha, pręt lub zgład metalograficzny stosuje się metodę z płaską kasetą. Wówczas zdjęcie wykonujemy na płaskim filmie umieszczonym prostopadle do wiązki padającej przed lub za próbką.

Możliwość bezpośredniego odczytywania danych bez wywoływania filmów i żmudnych pomiarów odległości między prążkami daje dyfraktometr rentgenowski (patrz podrozdz. 21.3.), w którym zapis promieni ugiętych odbywa się za pomocą detektora promieniowania.

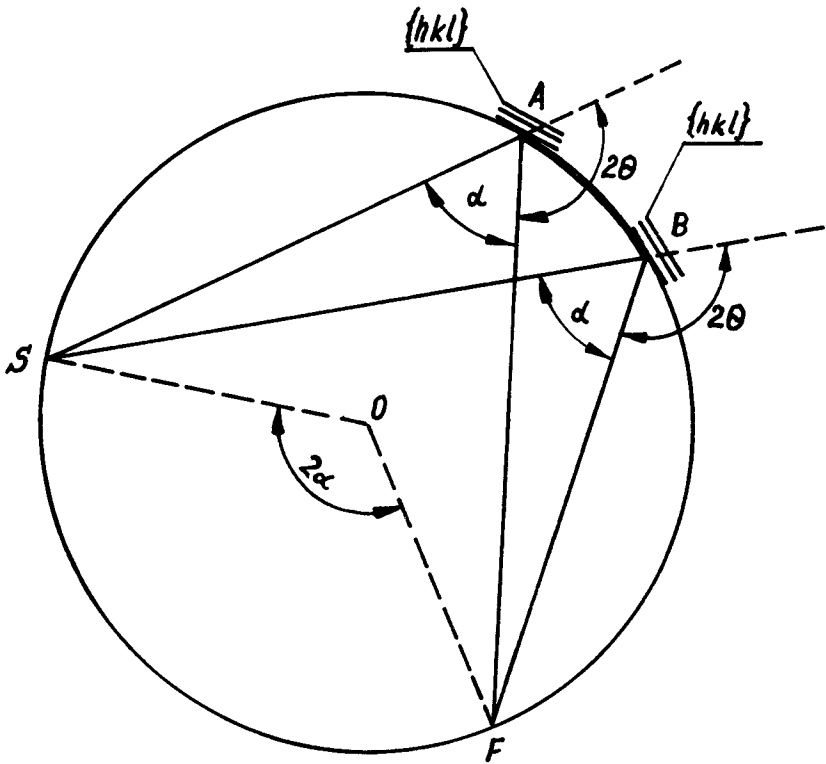
Najczęstszym zastosowaniem metody proszkowej w metaloznawstwie jest rentgenowska analiza fazowa, która jest podstawową metodą identyfikacji faz. Oprócz tego metoda ta jest stosowana do badania wielkości ziarna, tekstury, zgniotu i naprężeń wewnętrznych, zmęczenia, uporządkowania w roztworach stałych oraz przemian fazowych w podwyższonych temperaturach.



Rys. 21.10. Zdjęcie proszkowe aluminium. Filtrowane promieniowanie anody miedzianej 45 kV, 16 mA

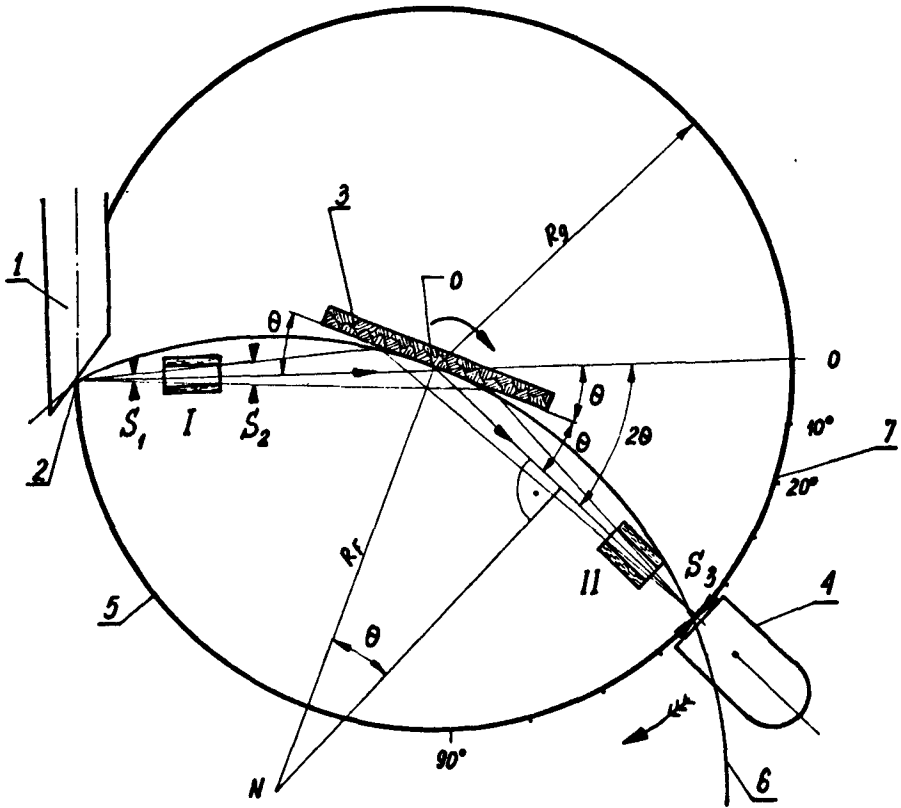
21.3. Budowa i zasada działania dyfraktometru

W odróżnieniu od kamery proszkowej Debye' a-Scherrera, w dyfraktometrze rentgenowskim detektorem promieni rentgenowskich jest ruchomy licznik zastępujący pasek błony fotograficznej. Płaska próbka jest ustawiona w środku koła pomiarowego a licznik bada na tym kole ugięte promienie rentgenowskie. W dyfraktometrze wykorzystujemy zjawisko ogniskowania promieni rentgenowskich polegające na skupianiu promieni dyfrakcyjnych pochodzących od dużego obszaru preparatu w jednym punkcie na kole pomiarowym (rys. 21.11.).



Rys. 21.11. Zasada ogniskowania promieniowania ugiętego pochodzącego od dużego obszaru preparatu: AB – próbka, S – szczelina wejściowa, F – punkt ogniskowania promieni ugiętych w różnych miejscach próbki

Schemat dyfraktometru pokazany jest na rys. 21.12. Preparat polikrystaliczny (3) w kształcie płaskiej płytki, umieszczony jest na stoliku, który możemy obracać dokoła osi (0) prostopadłej do płaszczyzny rysunku. Źródłem promieni rentgenowskich jest liniowe ognisko (2) anody lampy rentgenowskiej (1), równoległe do osi dyfraktometru (0). Rozbieżne promienie rentgenowskie wychodzą z tego źródła i ulegają dyfrakcji w preparacie, tworząc potem zbieżną wiązkę ugiętą, która zostaje zogniskowana na szcze-



Rys. 21.12. Schemat dyfraktometru rentgenowskiego: 1 – lampa rtg., 2 – ognisko lampy, 3 – próbka, 4 – licznik, 5 – koło główne dyfraktometru, 6 – koło ogniskowania, 7 – skala, 0 – oś dyfraktometru, N – środek koła ogniskowania, S_1 , S_2 , S_3 – szczeliny ograniczające wiązkę, I, II – szczeliny Sollera

linie S_3 i wchodzi do licznika (4). Szczeliny S_1 , S_2 , S_3 ograniczają, a szczeliny Sollera I, II kolimują rozbieżność pionową wiązki padającej i ugiętej.

Preparat obraca się podczas procesu badania z połową prędkości kątowej licznika, w ten sposób normalna do powierzchni preparatu stale przepoławia kąt utworzony przez kierunek promieniowania pierwotnego i ugiętego. Zapewnia to równość kątów padania i odbicia od płaskiego preparatu oraz to, by były one równe połowie całkowitego kąta ugięcia. Warunek ten musi być spełniony w celu zachowania warunków ogniskowania. Szczelina S_3 , szczelina Sollera II i licznik umocowane są na wsporniku, który możemy obracać dokoła osi (0), napędzając go silnikami o stałej prędkości kątowej lub ręcznie dożądanego położenia kątowego. Położenie kątowe licznika odczytujemy ze skali (7). Głównym powodem użycia płaskiego preparatu jest łatwość jego wykonania i wykorzystanie przybliżonego działania ogniskującego zwiększającego natężenie słabych wiązek ugiętych w punkcie, w którym mogą być one dokładnie zmierzone. Dla każdego poło-

żenia licznika szczelina S_3 i źródło promieni rentgenowskich (2) umieszczone są zawsze na kole dyfraktometru (5), co oznacza, że przednia powierzchnia preparatu, ze względu na jej sprzężenie mechaniczne z licznikiem, jest zawsze styczna do koła ogniskowania (6), którego środek leży na prostopadłej do preparatu i które przechodzi przez szczelinę S_3 i ognisko lampy (2). Koło ogniskowania nie ma stałych rozmiarów,

$$R_F = \frac{R_g}{2 \sin \theta} \quad (21.8.)$$

gdzie:

R_F – promień koła ogniskowania,
 R_g – promień koła dyfraktometru,

jego promień maleje, gdy kąt 2θ wzrasta. Aby uzyskać idealne ogniskowanie, preparat powinien posiadać promień R_F , ale ze względu na zmianę promienia krzywizny sposób ten nie jest wygodny. Powoduje to pewne poszerzenie wiązki ugiętej w punkcie S_3 , lecz w stopniu nie budzącym zastrzeżeń, dopóki rozbieżność wiązki padającej nie jest zbyt duża [3] .

W dyfraktometrze natężenie promieniowania ugiętego mierzone jest dzięki jonizacji, jaką wywołuje ono w gazie lub dzięki fluorescencji w ciele stałym. Kwanty padających promieni rentgenowskich mogą wybijać z atomów elektrony i w ten sposób zamieniać je w jony dodatnie. Jeśli wiązka promieni rentgenowskich przechodzi przez komorę zawierającą gaz i dwie elektrody – jedną naładowaną dodatnio a drugą ujemnie, wtedy wybite elektrony będą przyciągane do elektrody dodatniej (anody), a jony dodatnie do elektrody ujemnej (katody). Dlatego w obwodzie zewnętrznym łączącym anodę z katodą płynie prąd zmienny lub pulsujący, każdy impuls prądowy powstaje na skutek jonizacji powodowanej przez wchodzący pojedynczy kwant promieni rentgenowskich. Dzięki zastosowaniu stabilizowanych wzmacniaczy i układów zliczających możemy mierzyć liczbę impulsów prądowych wytwarzanych w jednostce czasu lub rejestrować na taśmie samopisu. Liczba ta jest wprost proporcjonalna do natężenia wiązki promieni rentgenowskich wchodzących do licznika. W powszechnym użyciu są dwa jego warianty: licznik proporcjonalny i licznik Geigera. W innym typie licznika, liczniku scyntylacyjnym, kwanty padającego promieniowania rentgenowskiego wytwarzają błyski (scyntyllacje) niebieskiego światła fluorescencji w kryształach i te błyski świetlne zamieniane są na impulsy prądu w fotopowielaczu.

Istnieją dwie możliwości otrzymania obrazu dyfrakcyjnego nieznannej substancji za pomocą dyfraktometru:

1. Sposób ciągły. Licznik ustawiony jest w położeniu bliskim $2\theta = 0^\circ$ i połączony jest z miernikiem szybkości zliczeń. Wyjście tego obwodu dołączone jest do urządzenia samopiszącego. Licznik obraca się ze stałą prędkością kątową w kierunku wzrastających wartości 2θ tak długo, aż cały zakres kątowy będzie „przebadany”. W tym samym czasie papier na urządzeniu samopiszącym porusza się ze stałą pręd-

kością tak, że odległości mierzone wzdłuż papieru są proporcjonalne do 2θ . W wyniku tego otrzymujemy wykres, który daje zapis zliczeń na sekundę w funkcji kąta ugięcia 2θ (rys. 21.13.).

2. Sposób przerywany. Licznik połączony jest z przelicznikiem i nastawiony na określoną wartość 2θ na okres czasu wystarczający na to, aby dokładnie zliczyć impulsy otrzymane z licznika. Następnie przesuwamy licznik do nowego położenia kąтового i operacja zostaje powtórzona. W ten sposób możemy przebadać cały zakres 2θ i w rezultacie możemy wykreślić krzywą natężenia w funkcji 2θ . Jeżeli mierzymy tło ciągłe występujące pomiędzy liniami dyfrakcyjnymi, możemy przesuwać licznik w odstępach kilkustopniowych, ale określenie profilu linii może wymagać pomiaru natężenia w odstępach kątowych tak małych jak $0,01^\circ$. Ta metoda otrzymywania obrazu dyfrakcyjnego jest o wiele powolniejsza od metody, która opiera się na zastosowaniu miernika szybkości zliczeń, ale daje ona dokładniejsze pomiary natężenia. Badając profil linii dyfrakcyjnej możemy określić np. wielkość krystalitów, odkształcenia sieci krystalicznej lub naprężenia wewnętrzne. Za pomocą dyfraktometru rentgenowskiego można badać sprasowane preparaty proszkowe, próbki polikrystaliczne w postaci litej np. zgłady metalograficzne oraz próbki monokrystaliczne.

21.4. Rentgenowska analiza fazowa

Każda faza posiada ściśle określoną sieć krystaliczną i daje na rentgenogramie proszkowym charakterystyczny dla niej rozkład linii dyfrakcyjnych, za pomocą którego faza ta może być zidentyfikowana. Jeśli badana substancja jest mieszaniną faz, to każda da niezależny obraz dyfrakcyjny. Identyfikacja może być przeprowadzona dla dowolnej substancji niezależnie od typu sieci krystalicznej bez konieczności rozszyfrowania dyfraktogramu. W praktyce identyfikację substancji realizujemy w następujący sposób: na podstawie rentgenogramu lub dyfraktogramu badanej substancji określamy kąty dyfrakcji i ze wzoru Bragga wyznaczamy odległości międzypłaszczyznowe, następnie przez porównanie z odpowiednimi tabelarycznymi wartościami odległości międzypłaszczyznowych [6, 7] odnajdujemy badaną substancję. Najczęściej posługujemy się tutaj metodą Hanawalta i identyfikację prowadzimy w oparciu o kartotekę ICPDS (dawniej ASTM), która stanowi zbiór oficjalnych danych krystalograficznych zarejestrowanych i usystematyzowanych przez Międzynarodowe Centrum Danych Krystalograficznych w Swarthmore, Pensylwania, USA. W kartotece tej każda substancja scharakteryzowana jest przez wartości d dla trzech najsilniejszych linii, a mianowicie: d_1 – linia najsilniejsza, d_2 – druga co do natężenia, d_3 – trzecia co do natężenia. Wartości d_1 , d_2 i d_3 razem z odpowiadającymi im względnymi natężeniami I/I_1 wystarczają zazwyczaj do scharakteryzowania nieznanej substancji i umożliwiają odnalezienie w kartotece jej pełnej charakterystyki dyfrakcyjnej. a więc zbioru wartości d i I/I_1 . Każda opracowana substancja posiada w

kartotece ICPDS odrębną kartę. Karty te ułożone są w grupy, charakteryzujące się określonym zakresem wielkości odległości d_1 , np. od 2,29 do 2,25 Å. Wewnątrz każdej grupy karty ułożone są według wartości d_2 . Jeżeli kilka substancji z tej samej grupy posiada identyczne wartości d_2 , przyjmujemy wtedy kolejność zmniejszania się wartości d_3 . Same grupy ułożone są według zmniejszających się zakresów wartości d_1 . Karta każdej substancji oprócz charakterystyki dyfrakcyjnej zawiera szczegóły dotyczące metodyki badań (rodzaj kamery, promieniowanie, filtr, sposób określania natężenia linii), odnośnik bibliograficzny do oryginalnej pracy oraz różne dane krystalograficzne, fizyczne i chemiczne.

Wykonanie analizy metodą Hanawalta rozpoczynamy od sporządzenia rentgenogramu lub dyfraktogramu nieznanego preparatu. Po tabelaryzacji wartości eksperymentalnych d i I/I_1 nieznaną substancję identyfikujemy za pomocą następującej procedury:

1. Znajdujemy odpowiednią grupę d_1 w skorowidzu liczbowym, który stanowi oddzielną książkę dołączoną do kartoteki.
2. Przeglądamy drugą kolumnę wartości d w celu znalezienia najlepiej pasującej wartości d_2 (dopuszczalna różnica $\pm 0,01$ Å).
3. Po znalezieniu najlepiej pasujących wartości d_1 , d_2 i d_3 porównujemy ich względne natężenia z wartościami z tabeli.
4. Jeżeli znajdziemy dobrą zgodność dla trzech najsilniejszych linii wymienionych w skorowidzu, wyszukujemy właściwą kartę w kartotece i porównujemy wartości d i I/I_1 wszystkich obserwowanych linii z wartościami podanymi w karcie. Jeśli otrzymamy pełną zgodność, wówczas identyfikacja jest całkowicie zakończona.

W przypadku zastosowania do analizy niefiltrowanego promieniowania rentgenowskiego pojawiają się na rentgenogramie dodatkowe linie pochodzące od promieniowania K_β . Te dodatkowe linie można łatwo rozpoznać, gdyż jeśli pewien układ płaszczyzn ugina promieniowanie K_β pod kątem θ_β , musi on uginać promieniowanie K_α pod kątem θ_α , zatem

$$2 d \sin \theta_\alpha = n \lambda_\alpha$$

oraz

$$2 d \sin \theta_\beta = n \lambda_\beta$$

dzieląc równania stronami otrzymujemy

$$\frac{\sin \theta_\alpha}{\sin \theta_\beta} = \frac{\lambda_\alpha}{\lambda_\beta} = C > 1, \quad (21.9.)$$

ponieważ $\lambda_\beta < \lambda_\alpha$. Rozdzielenia linii dokonuje się metodą kolejnych prób znając wartość C dla zastosowanego promieniowania. Pewne ułatwienie stanowi fakt, że linia K_β odpowiadająca danej linii K_α jest zawsze położona przy mniejszym kącie 2θ i ma mniejsze natężenie.

21.5. Wskaźnikowanie rentgenogramów proszkowych

W celu wyznaczenia parametru (a) elementarnej komórki układu regularnego koniecznym jest zidentyfikowanie wskaźników Millera płaszczyzn krystalograficznych, których kąty odbłyску zostały poprzednio określone z rentgenogramu. Kryształ o sieci regularnej daje linie dyfrakcyjne, których wartości $\sin^2 \theta$ spełniają następujące równanie, otrzymane przez połączenie prawa Bragga i równania odległości międzypłaszczyznowych dla układu regularnego:

$$\frac{\sin^2 \theta}{(h^2 + k^2 + l^2)} = \frac{\sin^2 \theta}{S} = \frac{\lambda^2}{4a^2} \quad (21.10.)$$

Ponieważ suma $S = (h^2 + k^2 + l^2)$ jest zawsze liczbą całkowitą, a $\lambda^2/4a^2$ jest wielkością stałą dla danego zdjęcia, problem wskaźnikowania zdjęcia substancji o sieci regularnej sprowadza się do znajdowania układu liczb całkowitych S , które by dawały stały iloraz przy podzieleniu jednej przez drugą dla otrzymania obserwowanych wartości $\sin^2 \theta$. (Pewne liczby całkowite takie jak 7, 15, 23 itd. są niemożliwe, gdyż nie mogą one być sumą trzech kwadratów liczb całkowitych). Odpowiednie liczby całkowite S mogą być określone np. za pomocą zwykłego suwaka logarytmicznego, który pozwala na jednoczesne podzielenie jednego układu liczb przez inny, jeśli iloraz jest stały. Każdy z czterech typów sieci regularnej można rozpoznać wskutek charakterystycznego układu linii, a ten z kolei może być opisany przez kolejne wartości S , tak jak to pokazano graficznie na rys. 21.14. Dodatkowe informacje można uzyskać rozpatrując względne intensywności poszczególnych linii dyfrakcyjnych i porównując je z czynnikiem krotności płaszczyzn sieciowych dających interferencje [1, 6]. Np. dla sieci prymitywnej z dwu pierwszych linii na rentgenogramie intensywniejsza będzie druga, podczas gdy dla sieci przestrzennie centrowanej – pierwsza.

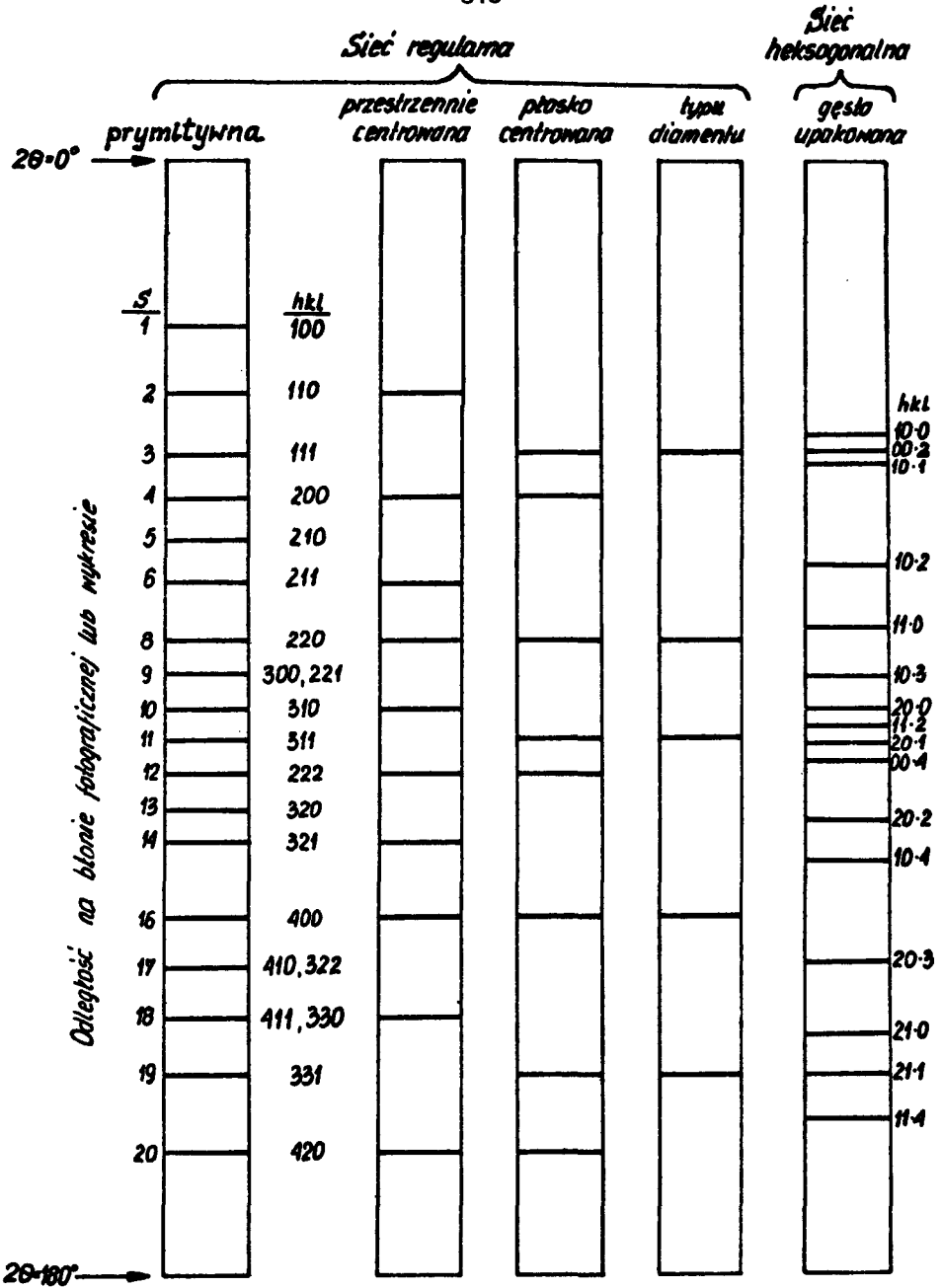
Po przewskaźnikowaniu zdjęcia, tj. po przypisaniu poszczególnym liniom właściwych im wskaźników $\{ hkl \}$, możemy przystąpić do obliczania parametru sieci (a) posługując się wzorem (21.7.).

Błąd pomiaru stałych sieciowych otrzymuje się przez zróżniczkowanie prawa Bragga względem kąta θ

$$\frac{\Delta a}{a} = \frac{\Delta d}{d} = - \operatorname{ctg} \theta \Delta \theta \quad (21.11.)$$

Ponieważ $\operatorname{ctg} \theta$ dąży do zera, gdy θ dąży do 90° , przeto $\frac{\Delta a}{a}$, czyli błąd

względny w oznaczaniu (a) dąży również do zera. Ponieważ nie można otrzymać na rentgenogramie refleksu dla $\theta = 90^\circ$, stosuje się ekstrapolację wykorzystując funkcję



Rys. 21.14. Teoretyczne obrazy dyfrakcyjne dla różnych sieci

$$S = h^2 + k^2 + l^2$$

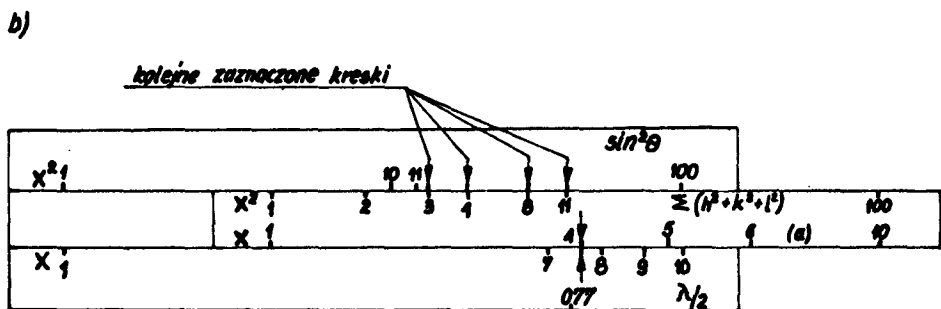
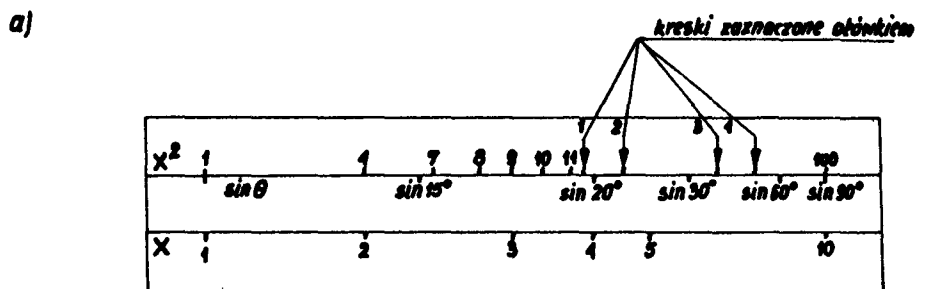
$\cos^2 \theta$ lub funkcję $\frac{1}{2} \left(\frac{\cos^2 \theta}{\sin \theta} + \frac{\cos^2 \theta}{\theta} \right)$. Jest to możliwe dzięki temu, że

błąd względny w oznaczaniu (a) jest proporcjonalny do tych funkcji [1, 6]. W tym celu wykonuje się wykres, na którego odciętej nanosi się funkcję ekstrapolacyjną kąta θ , a na rzędnej — obliczony parametr sieci dla danej wartości θ . Dokładną wartość parametru odczytuje się na przecięciu linii wykresu z rzędną odpowiadającą kątowi $\theta = 90^\circ$.

Sposób wskaźnikowania zdjęcia substancji należącej do układu regularnego, za pomocą suwaka logarytmicznego ilustruje następujący przykład. Na podstawie rentgenogramu badanej substancji wykonanego przy użyciu promieniowania $\text{CuK}\alpha$ określono kąty dyfrakcji odpowiadające czterem pierwszym liniom:

$$\theta_1 = 19,50^\circ; \theta_2 = 22,58^\circ; \theta_3 = 32,76^\circ; \theta_4 = 39,25^\circ$$

W celu znalezienia odpowiedniego układu liczb całkowitych S spełniających równanie (21.10.) ruchomą skalę (języczek) suwaka logarytmicznego ustawiamy w położeniu, w którym wartość $\sin 90^\circ$ odpowiada wartości 100 na skali kwadratów korpusu suwaka (rys. 21.15.a). Ołówkiem zaznaczamy na skali kwadratów wartości $\sin^2 \theta$ odpowiadające znalezionym uprzednio kątom. Następnie wyjmujemy języczek i ustawiamy go w korpusie suwaka w normalnym położeniu. Przesuwając języczek suwaka ustawiamy kolejno liczby 1, 2, 3 itd. skali kwadratów języczka pod pierwszą z narysowanych kresek.



Rys. 21.15. Wskaźnikowanie rentgenogramów za pomocą suwaka logarytmicznego: a/ nanoszenie wartości $\sin^2 \theta$, b/ szukanie odpowiedniego układu liczb całkowitych S

Przy każdym położeniu sprawdzamy czy pozostałe kreski odpowiadają całkowitym liczbom na skali języczka (rys. 21.15.b). Po znalezieniu takiego położenia otrzymaliśmy dla każdego kąta θ sumę $S = (h^2 + k^2 + l^2)$, a mając sumę kwadratów wskaźników płaszczyzn krystalograficznych łatwo znajdujemy wskaźniki $\{hkl\}$ tych płaszczyzn.

$$\text{np. } \{111\} ; S = h^2 + k^2 + l^2 = 1 + 1 + 1 = 3$$

$$\{002\} ; S = h^2 + k^2 + l^2 = 0 + 0 + 4 = 4$$

$$\{022\} ; S = h^2 + k^2 + l^2 = 0 + 4 + 4 = 8$$

Przy tym samym położeniu języczka możemy odczytać wartość parametru (a) na dolnej skali języczka położonej naprzeciwko wartości $\lambda / 2$, odkładanej na skali korpusu suwaka (rys. 21.15.b). Np. dla promieniowania CuK_α odkładamy wartość $\lambda / 2 = 0,77\text{Å}$. a na języczku odczytujemy parametr sieci $a = 4,0\text{Å}$. Oczywiście dokładność takiego odczytu nie jest zbyt duża. Znacznie większe dokładności uzyskujemy przy wskaźnikowaniu metodami analitycznymi.

Zagadnienie wskaźnikowania zdjęć proszkowych staje się trudniejsze, gdy wzrasta ilość nieznanych parametrów. Dla kryształów należących do układu regularnego mamy tylko jedną niewiadomą – parametr komórki elementarnej (a), lecz kryształy nieregularne mają dwie lub więcej niewiadomych i wtedy stosujemy specjalne graficzne i analityczne metody wskaźnikowania zdjęć takich kryształów [1, 6] .

21.6. Przebieg ćwiczenia

A. Cel ćwiczenia

Zidentyfikowanie badanej substancji jednofazowej lub będącej mieszaniną faz przez porównanie obliczonych odległości międzypłaszczyznowych z danymi umieszczonymi w tablicach lub kartotekach ICPDS (ASTM). Określenie kształtu i wymiarów komórki elementarnej badanej substancji krystalicznej.

B. Urządzenia i materiały do badań

- dyfraktometr rentgenowski DRON–1,
- aparat rentgenowski do metod fotograficznych Tur M–60,
- kamera Debye' a-Scherrera o średnicy 57,3 mm lub 114,6 mm,
- linijka koincydencyjna do pomiaru odległości na debajogramach,
- komplet instrukcji do w/w urządzeń,
- zestaw zgładów metalograficznych oraz próbek proszkowych jedno i wielofazowych,
- zestaw gotowych zapisów dyfraktometrycznych i debajogramów nieznanymi substancji krystalicznych,
- tablice z danymi krystalograficznymi wybranych substancji prostych, tlenków, siarczków, węglików, azotków i związków międzymetalicznych.

C. Przebieg badań

Jakościową analizę fazową badanej substancji należy przeprowadzić metodą wskazaną przez prowadzącego zajęcia.

Metoda Debye' a-Scherrera

Zapoznać się z budową, zasadą działania oraz warunkami bezpiecznej obsługi aparatu rentgenowskiego do badań strukturalnych Tur M–60. Przygotować preparat w postaci pręcika lub kapilary ze szkła Lindemanna wypełnionej proszkiem i umieścić centrycznie w kamerze Debye' a-Scherrera. Założyć film do kamery stosując jeden z wybranych sposobów: normalny, odwrotny lub Straumanisa. Następnie umocować kamerę na aparacie rentgenowskim i zapewnić obrót preparatu w czasie naświetlania. Sprawdzić centryczność ustawienia preparatu obserwując jego cień na ekraniku fluoryzującym kamery. Warunki ekspozycji należy dobrać kierując się zaleceniami podanymi w instrukcji obsługi aparatu. W celu skrócenia czasu trwania ćwiczeń analizę można prowadzić na gotowych debejogramach dostarczonych przez prowadzącego ćwiczenia. Odległości między liniami na rentgenogramie mierzymy przy pomocy linijki koincydencyjnej z dokładnością do $\pm 0,5$ mm. Intensywność linii rentgenogramu oceniamy wizualnie stosując skalę pięciostopniową: bardzo mocna (b.m.), mocna (m.), średnia (śr.), słaba (sł.), bardzo słaba (b.sł.).

Metoda dyfraktometryczna

Zapoznać się z budową, zasadą działania oraz warunkami bezpiecznej obsługi dyfraktometru rentgenowskiego DRON–1. Badany preparat w postaci zgładu metalograficznego lub proszku naniesionego na płytkę szklaną umieścić w uchwycie dyfraktometru. Dobrać parametry pracy lampy rentgenowskiej i układów zliczających dyfraktometru, a następnie dokonać rejestracji obrazu dyfrakcyjnego na taśmie papierowej rejestratora kompensacyjnego. Z otrzymanego dyfraktogramu wyznaczyć położenia katowe linii dyfrakcyjnych posługując się w tym celu znacznikami kątów. Intensywność zarejestrowanych linii należy określić np. przez pomiar wysokości „pików”, przy czym intensywność najsilniejszej obserwowanej linii przyjmujemy jako 100%.

Uwaga: Aparaturę rentgenowską do badań strukturalnych uruchamia i obsługuje wyłącznie prowadzący ćwiczenia lub upoważniony przez niego pracownik inżyniersko-techniczny.

Dla ułatwienia obliczeń dane uzyskane z rentgenogramu zestawiamy w tablicy 21.3.

Wskaźnikowanie linii dyfraktogramu prowadzimy za pomocą suwaka logarytmicznego a znalezione wartości S wpisujemy do tablicy 21.4.

D. Opracowanie wyników i sprawozdania

Sprawozdanie z badań powinno zawierać następujące punkty:

- cel badań, przedmiot badań, spis literatury pomocniczej,
- sposób pobrania i przygotowania preparatu,
- opis metody badań i schemat ilustrujący sposób rejestracji obrazu dyfrakcyjnego,
- dobór materiału anody lampy rentgenowskiej i parametry badań,
- zestawienie otrzymanych wyników w postaci tabelarycznej,
- ocenę dokładności wyznaczenia parametru sieci krystalicznej,
- rysunki komórki elementarnej badanej substancji z naniesionymi płaszczyznami krystalograficznymi dającymi obserwowane linie dyfrakcyjne,
- wnioski o odnośnie stanu materiału preparatu wyprowadzone na podstawie wyglądu otrzymanego rentgenogramu.

Pytania kontrolne

1. Otrzymywanie promieni rentgenowskich.
2. Widmo ciągłe i charakterystyczne.
3. Filtry rentgenowskie.
4. Prawo Bragga: wyprowadzenie, wzór, interpretacja.
5. Metoda Lauego.
6. Metoda obracanego kryształu.
7. Metody proszkowe i ich zastosowanie.
8. Dyfraktometr rentgenowski: zasada działania, bieg promieni, rejestracja obrazu dyfrakcyjnego.
9. Rentgenowska jakościowa analiza fazowa.
10. Zasady doboru promieniowania rentgenowskiego do identyfikacji substancji polikrystalicznych.
11. Tok przeliczeń rentgenogramu w celu identyfikacji substancji.
12. Wskaźnikowanie rentgenogramów proszkowych substancji należących do układu regularnego.
13. Zasady precyzyjnego pomiaru stałych sieciowych.
14. Wpływ struktury krystalicznej i jej zniekształceń na wygląd rentgenogramu.

Literatura

1. Cullity B. D. – Podstawy dyfrakcji promieni rentgenowskich. PWN, Warszawa 1964
2. Wood E. A. – Crystal Orientation Manual. Columbia University Press, 1963
3. Glocker R. – Materialprüfung mit Röntgenstrahlen. Springer -Verlag, Berlin/Heidelberg – New York 1971
4. Trzebiatowski W., Łukaszewicz K. – Zarys rentgenograficznej analizy strukturalnej, Katowice 1960

5. Chojnacki J. – Metalografia strukturalna. Wyd. „Śląsk”, Katowice 1966
6. Mirkin L. I. – Sprawocznik po ríentgíenostрукturnomu analízu políkristalów, Fizmatgiz, Moskwa 1961
7. Kartoteka ICPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) – Selected Powder Diffraction Data for Metals and Alloys, First edition. ICPDS – International Centre for Diffraction Data, Swarthmore, Pennsylvania, USA, 1978
8. Jaśkiewicz W. – Wstęo do ćwíczyń laboratoryjnych z Materiałoznawstwa. Zeszyt 2, Rentgenowskie badania dyfrakcyjne. Wydawnictwa Uczelniane PL, Lublin 1983

22. FIZYCZNE METODY BADANIA SKŁADU CHEMICZNEGO

W badaniach materiałów w wielu zastosowaniach technicznych konieczne jest dokładne określenie składu chemicznego. Służą do tego: klasyczne metody chemiczne oraz metody analizy spektralnej z wykorzystaniem widma optycznego i rentgenowskiego. Poniżej omówione zostaną metody spektrometrii rentgenowskiej i laserowej mikroanalizy spektralnej.

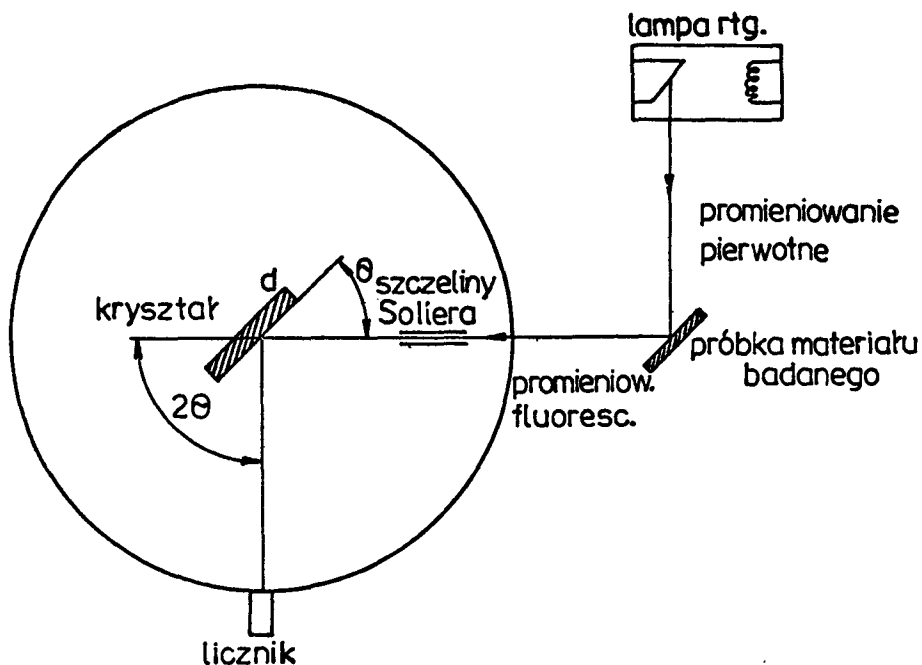
22.1. Fluorescencyjny spektrometr rentgenowski VRA—2

22.1.1. Zasada działania spektrometru rentgenowskiego

Spektrometr rentgenowski fluorescencyjny służy do analizy składu chemicznego (pierwiastkowego) różnych materiałów. Zasada działania opiera się na dwóch podstawowych zjawiskach: wzbudzeniu rentgenowskiego widma charakterystycznego analizowanego pierwiastka i dyfrakcji promieniowania na kryształach analizującym (patrz rozdz. 21). Promieniowanie charakterystyczne emitowane z pierwiastka jest identyczne przy wzbudzeniu wiązką elektronów jak i przy użyciu promieniowania rentgenowskiego. Jeśli różne pierwiastki, wchodzące w skład badanego preparatu wysyłają pod wpływem bombardowania elektronami lub promieniowaniem rentgenowskim linie charakterystyczne, to mogą być one zidentyfikowane poprzez analizę tych linii.

W spektrometrze rentgenowskim promieniowanie ciągłe (pierwotne) wytworzone w lampie rentgenowskiej, padając na badany materiał wzbudza w nim promieniowanie charakterystyczne (rys. 22.1.) — jest to zjawisko fluorescencji. Identyfikację emitowanego promieniowania charakterystycznego przeprowadza się metodą dyfrakcji promieniowania na monokryształach o znanej odległości międzypłaszczyznowej d . Zgodnie z prawem Bragga, danej pozycji katowej kryształu odpowiada promieniowanie ugięte o jednej długości fali, charakterystycznej dla danego pierwiastka.

Jeśli określamy tylko jakie pierwiastki wchodzi w skład badanego preparatu, to mówimy o analizie jakościowej. Analizę ilościową przeprowadza się metodą porównawczą, porównując mierzoną intensywność linii z intensywnością wzorca. Promieniowanie ugięte pada na detektor (licznik scyntylicyjny lub proporcjonalny), który przekazuje



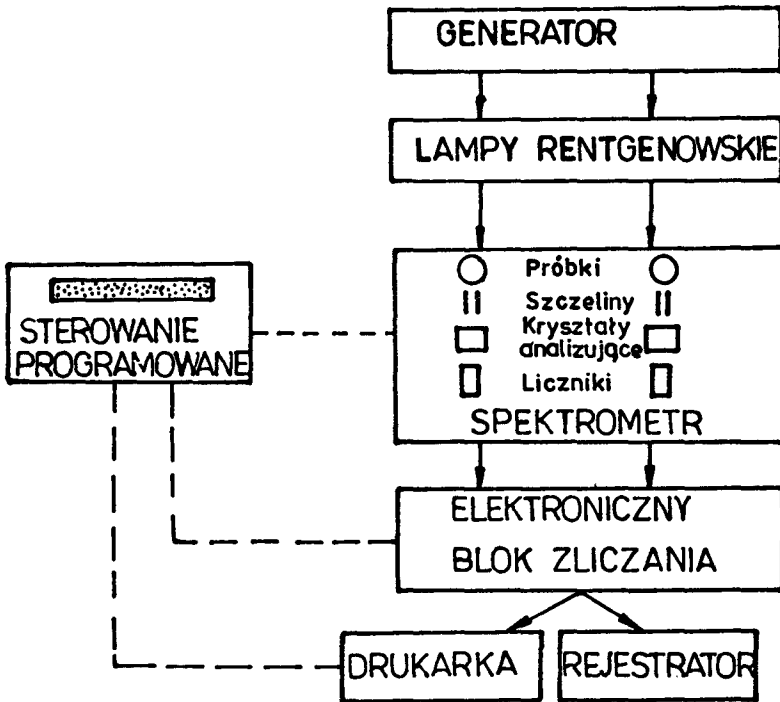
Rys. 22.1. Zasada działania spektrometru rentgenowskiego

impulsy elektryczne proporcjonalne do energii i kwantów rentgenowskich. Impulsy są wzmacniane proporcjonalnie do ich amplitudy, można więc analizować określony przedział amplitudy impulsów, a więc energii w funkcji długości fali. Miarą intensywności linii jest ilość impulsów zliczanych w przedziale czasu.

22.1.2. Budowa spektrometru rentgenowskiego

Różne typy spektrometrów fluorescencyjnych rentgenowskich różnią się rodzajem stosowanych kryształów. Mogą to być spektrometry z płaskim kryształem, dwukryształiczne, ogniskujące z wygiętym kryształem odbijającym lub przepuszczającym oraz spektrometry siatkowe (siatka dyfrakcyjna zamiast kryształu).

Omówiony zostanie spektrometr z płaskim kryształem z uwzględnieniem rozwiązań technicznych, zastosowanych w spektrometrze VRA–2 firmy Carl Zeiss Jena (rys. 22.2.). Spektrometr ten jest urządzeniem dwukanałowym, w pracy laboratoryjnej wykorzystanym jako dwa urządzenia jednokanałowe o różnych zakresach badawczych. Podstawowymi blokami spektrometru są (rys. 22.2.): źródło wzbudzenia, komora spektrometryczna i układ przeliczający z rejestrującym. Źródłem wzbudzenia promieniowania w spektrometrze jest lampa rentgenowska wytwarzająca promieniowanie rentgenowskie pierwotne (patrz rozdz. 21.). W spektrometrii wykorzystuje się składową ciągłą widma. Jako



Rys. 22.2. Schemat blokowy spektrometru fluorescencyjnego rentgenowskiego

anody stosuje się najczęściej czyste metale: rad, miedź, wolfram, molibden i inne. Moc lamp stosowanych w spektrometrii fluorescencyjnej wynosi około 2–4 kW.

W skład komory spektrometrycznej wchodzi: próbka, szczeliny kolimacyjne, kryształy analizujące i detektory promieniowania. Próbka umieszczona jest blisko okienka lampy tak, by straty natężenia promieniowania pierwotnego (a więc i wtórnego) były możliwie najmniejsze. Po skolimowaniu szczelinami Sollera (patrz rozdz. 21.) wiązka fluorescencyjna pada na kryształ analizujący i w wyniku selektywnego ugięcia rozkłada się na linie widmowe, podlegając prawu Bragga. Dobór kryształu (wartości d) uwarunkowany jest zadaniem analitycznym. Jeśli chcemy wykrywać pierwiastki lekkie ($12 \leq Z \leq 21$) czyli z zakresu długofalowego, to kryształ musi mieć dużą wartość d np. $2d = 1,065$ nm (kryształ ADP). Do wykrywania pierwiastków średnich i ciężkich (serii L) trzeba użyć kryształu LiF_{200} o wartości $2d = 0,4028$ nm. Wynika to bezpośrednio z podstawowego warunku na dyfrakcję (prawa Bragga)

$$n \lambda = 2d \sin \theta \quad (22.1.)$$

Promieniowanie ugięte na płaszczyznach kryształu pada na detektor ustawiony w stosunku do wiązki pierwotnej pod kątem 2θ (obrót detektora jest sprzężony z kryształem). Jako detektory w tego typu spektrometrach stosowane są liczniki przepływowe

i scyntylacyjne. Dokładne omówienie zasady działania i budowy liczników promieniowania znajduje się w licznej literaturze [1, 4].

Optymalna wydajność licznika przepływowego (proporcjonalnego z gazem przepływającym pod stałym ciśnieniem) przypada na przedział długofalowy widma (0,2–1,0 nm), a więc dla pierwiastków lekkich, a licznika scyntylacyjnego na krótkofalowy (0,01–0,2 nm), a więc dla pierwiastków średnich i ciężkich (serii L).

Całość komory spektrometrycznej, obejmująca układ od okienka lampy rentgenowskiej do okienka licznika jest próżnioszczelna, z próżnią rzędu $2 \cdot 10^{-1}$ Pa dla zmniejszenia absorpcji promieniowania wtórnego. Impulsy z licznika kierowane są do układu elektronicznego zliczania, składającego się z przedwzmacniacza, wzmacniacza liniowego impulsów, analizatora amplitudy lub dyskryminatora i przelicznika. Wynik rejestrowany jest w postaci analogowej na rejestratorze w układzie zmiana natężenia promieniowania w funkcji kąta θ lub w postaci wydruku liczb impulsów w wybranym przedziale czasu na drukarce. Spektrometr może być sprzężony z komputerem dokonującym matematycznej obróbki danych pomiarowych z analizatora (np. obliczanie poprawek na absorpcję matrycy).

22.1.3. Chemiczna analiza fluorescencyjna

Analiza fluorescencyjna składu pierwiastkowego jest metodą nieniszczącą i szybszą od klasycznej analizy chemicznej. Można ją stosować do wykrywania pierwiastków od $Z = 11$ do $Z = 92$, w ilościach od 0,001 % do 100%. Do badań nadają się materiały w stanie litym, sypkim lub ciekłym, bez względu na stan związania chemicznego pierwiastków.

Analiza jakościowa

Analizę dokonuje się przeglądając widmo przy ciągłej zmianie kąta θ . W przypadku pokrywania się linii leżących blisko siebie (np. K_{β} Cr i K_{α} Mn) należy stosować kryształ o większej zdolności rozdzielczej. Identyfikację linii przeprowadza się w oparciu o tablice, zawierające dla każdego kryształu położenie kątowe 2θ linii K i L wszystkich pierwiastków [7].

Analiza ilościowa jest to analiza porównawcza. Aby oznaczyć ilość pierwiastków w badanym materiale porównujemy natężenie J_n linii charakterystycznej tego pierwiastka z natężeniem J_w takiej linii we wzorcu stuprocentowym (czystym pierwiastku) lub wzorcu o składzie zbliżonym do badanego materiału [3].

Stosunek J_n/J_w dla próbek wieloskładnikowych nie jest proporcjonalny do koncentracji oznaczanego pierwiastka. Zakłócający wpływ mają tu przede wszystkim dwa efekty: absorpcja matrycy (matrycą nazywamy całą osnowę próbki oprócz oznaczanego pierwiastka) oraz wzbudzenie wielokrotne.

Pierwszy efekt polega na tym, że w zależności od składu pierwiastkowego, jakościowego i ilościowego próbki i wzorców zmienia się współczynnik absorpcji (głębokość wnikania) promieniowania padającego i fluorescencyjnego. Obserwuje się go jako różnicę w natężeniu promieniowania wtórnego pierwiastka o takiej samej koncentracji w zależności od składu osnowy. Drugi efekt, wielokrotnego wzbudzenia, jest również ściśle związany ze składem chemicznym materiału. Linie charakterystyczne pierwiastka A mogą bowiem pobudzać do fluorescencji linie innego pierwiastka jeśli

$$\lambda_{fA} < \lambda_{KB} \qquad \lambda_K - \text{krawe\k{d}z absorpcji}$$

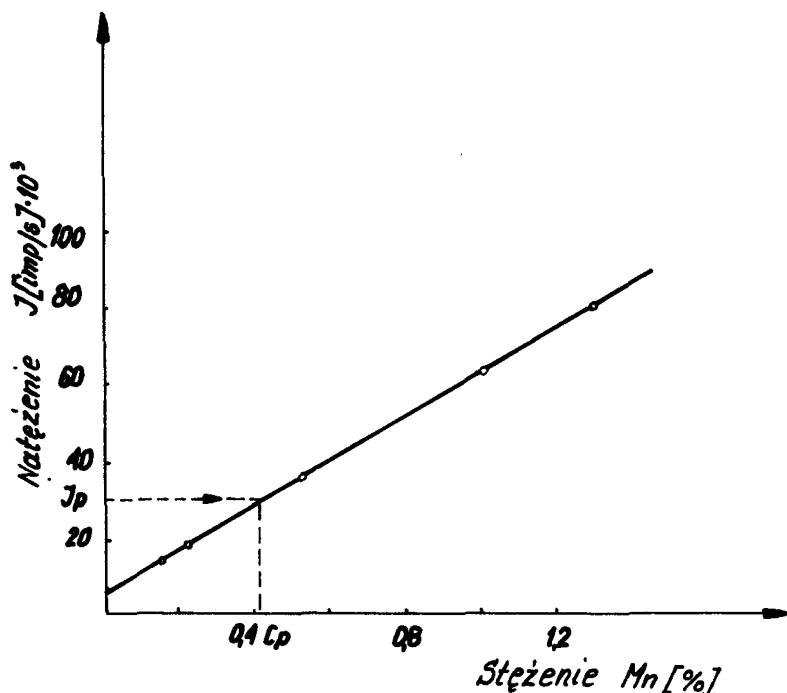
Wtedy natężenie linii od pierwiastka B będzie zawyżone w stosunku do linii tego pierwiastka przy braku pierwiastka A w materiale. Dla uzyskania prawidłowych wyników analizy ilościowej możliwe są, ogólnie biorąc, dwie metody. Jedna polega na zastosowaniu formuły matematycznej, najczęściej w odniesieniu do wzorców z czystych pierwiastków. Na ten temat istnieje dość obszerna literatura, podająca mniej lub bardziej dokładne algorytmy przy różnych wariantach doświadczeń [3]. Prostsza metodą, w zupełności wystarczającą w pracach kontroli składu, identyfikacji materiałów itp., jest stosowanie wzorców wieloskładnikowych, dostosowanych do poszczególnych grup materiałów np. stali niskostopowych, stali austenitycznych, brązów fosforowych itp. W oparciu o takie wzorce sporządza się krzywe kalibracyjne dla potrzebnych zakresów stężeń. W ten sposób eliminuje się wpływ obu efektów, gdyż jest on niemal jednakowy dla wszystkich wzorców i próbek. Krzywe kalibracyjne dają zależność natężenia promieniowania w funkcji stężenia pierwiastka. Zależność ta jest liniowa, rzadziej paraboliczna (dla pierwiastków śladowych). Obliczenie szukanej zawartości pierwiastka na podstawie intensywności jego linii widmowej nie nastęrcza wtedy żadnej trudności. Sposób wykonania analizy ilościowej przedstawimy na przykładzie oznaczenia Mn w stali węglowej.

Korzystając z wzorców BSS stali niskostopowych wykonujemy krzywą wzorcowania $J = f(c)$ dla manganu w postaci wykresu (rys. 22.3.) lub obliczamy współczynniki A i B prostej $y = A + Bx$ metodą regresji liniowej (najmniejszych kwadratów) z mini-komputera WANG-600 (rys. 22.4.). Z otrzymanej krzywej odczytujemy zawartość x_{Mn} manganu na podstawie ilości impulsów y_{Mn} otrzymanych z próbki badanej.

22.1.4. Przebieg ćwiczenia

A. Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest określenie gatunku materiału na podstawie jego składu chemicznego oraz zapoznanie się z nowoczesną metodyką badań i aparaturą spektrometryczną.



Rys. 22.3. Krzywa kalibracyjna $J = f(c)$ dla manganu z wzorców stali niskostopowych

1.0000000	X
62900.00000	Y
.19000000	X
18200.00000	Y
.52000000	X
37400.00000	Y
1.28000000	X
77850.00000	Y
.13000000	X
16400.00000	Y
53979.65339	B
8962.377521	A
.99972771	C
520.0603864	E
0.436	D

Rys. 22.4. Analiza ilościowa wykonana metodą regresji liniowej na minikomputerze WANG-600: x_i, y_i – wielkości doświadczalne z wzorców, x – koncentracja, y – ilość impulsów, A, B – współczynniki prostej $y = A + Bx$, C – współczynnik regresji, E – odchylenie standardowe, D – szukana koncentracja Mn w badanej próbce

B. Urządzenia i materiały do badań

1. Spektrometr rentgenowski VRA–2.
2. Zestawy wzorców stali i stopów metali nieżelaznych.
3. Próbki z różnych gatunków stali i stopów metali nieżelaznych.

C. Przebieg badań

Próbki do badań przygotowujemy tak, by posiadały jedną płaską powierzchnię, a ich maksymalne wymiary nie przekraczały wymiarów gniazda pomiarowego ($\phi_{\max} = 42$ mm, $h_{\max} = 35$ mm). Badaną powierzchnię szlifujemy. Jeśli powierzchnia badana ma kształt inny niż koło o średnicy min 36 mm, to przy analizie ilościowej niezbędne jest stosowanie masek zapewniających identyczną powierzchnię dla badanej próbki i wzorców. Wykonanie badań składa się z dwóch etapów – analizy jakościowej i analizy ilościowej. W tym celu należy:

1. uruchomić spektrometr zgodnie z instrukcją obsługi;
2. ustalić parametry pracy – dobrać kryształy, liczniki itp.;
3. umieścić próbkę w kanale badawczym;
4. wykonać analizę jakościową, rejestrując na wykresie analogowym zmianę natężenia promieniowania fluorescencyjnego przy ciągłej zmianie kąta 2θ ze stałą prędkością obrotu kryształu;
5. w oparciu o tablice identyfikacyjne określić skład pierwiastkowy (jakościowy) materiału badanego;
6. na podstawie znajomości składu jakościowego i wstępnego oszacowania głównych pierwiastków na podstawie intensywności ich linii dobrać zestaw wzorców do wykonania analizy ilościowej;
7. umieścić próbkę i wzorce w kanale badawczym;
8. wykonać analizę ilościową, zliczając ilość impulsów pochodzących od poszczególnych pierwiastków dla próbki badanej i wzorców;
9. ze zliczeń dla wzorców wykonać wykresy $J = f(c)$ (c – koncentracja oznaczonego pierwiastka w %); z wykresów odczytać zawartość oznaczonych pierwiastków w badanym materiale;
10. takie samo oznaczenie ilościowe wykonać na minikomputerze WANG–600, stosując program regresji liniowej (aproksymacji do linii prostej).

D. Opracowanie wyników i sprawozdanie

Na podstawie wyników uzyskanych z analizy jakościowej i ilościowej, posługując się ponadto Polskimi Normami lub Kartami Materiałowymi, należy podać rodzaj i gatunek badanego materiału. Należy spróbować podać przewidywane własności tego materiału. Sprawozdanie powinno zawierać: cel badań, przedmiot badań, sposób przygotowania preparatów, schemat aparatury, warunki analizy, wyniki badań, wnioski.

Pytania kontrolne

1. Budowa i zasada działania lampy rentgenowskiej.
2. Mechanizm powstawania widma ciągłego oraz widma charakterystycznego.
3. Co to jest promieniowanie fluorescencyjne?
4. W jaki sposób równanie Bragga-Wulffa znalazło zastosowanie w spektrometrii rentgenowskiej?
5. Budowa i zasada działania licznika rtg scyntylicyjnego i proporcjonalnego.
6. Czy można porównywać bezpośrednio natężenia linii widmowych dwóch dowolnych pierwiastków w celu określenia ich względnej zawartości?
7. Na czym polega jakościowa i ilościowa analiza składu pierwiastkowego metodą fluorescencji rentgenowskiej?
8. Zasada działania spektrometru rentgenowskiego.

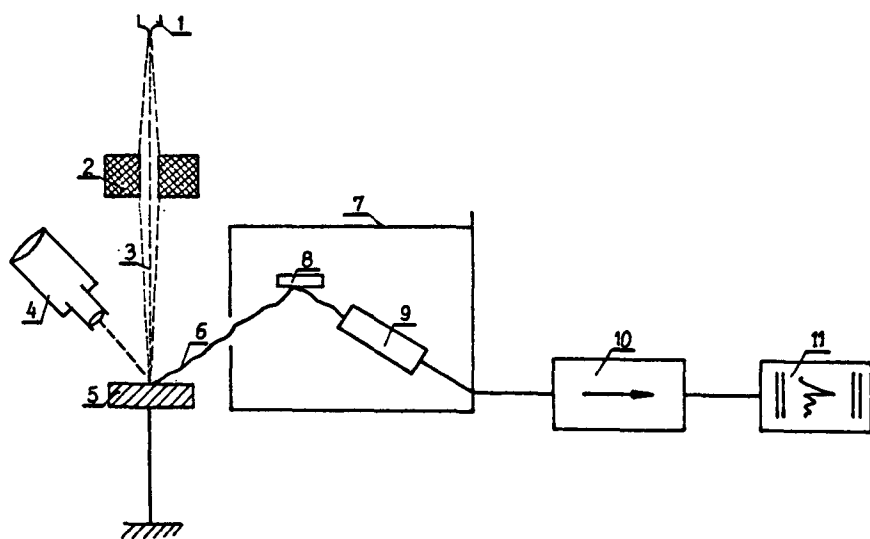
Literatura

1. Jenkins R., de Vries J. L. — Practical X-Ray Spectrometry, Philips Technical Library Ed. Macmillan 1970
2. Dyson N. A. — Promieniowanie rentgenowskie w fizyce atomowej i jądrowej, PWN Warszawa 1978
3. Muller R. O. — Spectrochemical Analysis by X-Ray Fluorescence, A. Hilger LTD Londyn 1972
4. Strzałkowski A. — Wstęp do fizyki jądra atomowego, PWN Warszawa 1969
5. Cullity B. D. — Podstawy dyfrakcji promieni rentgenowskich, PWN Warszawa 1964
6. Dziunikowski B. — Podstawy rentgenowskiej radioizotopowej analizy fluorescencyjnej, skrypt AGH Kraków 1978

22.2. Mikroanalizator laserowy LMA-10

22.2.1. Metody analiz w mikroobszarach

W chwili obecnej najczęściej stosowanymi metodami analizy chemicznej w mikroobszarach są: metoda mikroanalizy rentgenowskiej i metoda laserowej mikroanalizy spektralnej. Analizę składu pierwiastkowego przy pomocy mikroanalizatora rentgenowskiego MAR (rys. 22.5.) przeprowadza się podczas bombardowania badanego materiału strumieniem elektronów przy średnicy wiązki rzędu $1 \mu\text{m}$, co powoduje emisję charakterystycznego promieniowania rentgenowskiego pierwiastków wchodzących w skład badanego mikroobszaru próbki.



Rys. 22.5. Schemat budowy mikroanalizatora rentgenowskiego: 1 – katoda, 2 – soczewka magnetyczna, 3 – wiązka elektronów, 4 – mikroskop świetlny, 5 – próbka, 6 – promieniowanie rentgenowskie, 7 – spektrometr rentgenowski, 8 – kryształ monochromator, 9 – detektor, 10 – wzmacniacz, 11 – urządzenie do zapisu ciągłego lub cyfrowego

Analiza promieniowania charakterystycznego polegająca na określeniu długości fali i natężenia odbywa się w spektrometrze rentgenowskim a wyniki jej są rejestrowane w odpowiednich układach elektronicznych. Zapis jest podstawą do określenia rodzaju i ilości pierwiastków występujących w bombardowanej mikroobszarze próbki. Zaletą tej metody jest rozdzielczość urządzenia określana na $1 \mu\text{m}$, wykrywalność względna pierwiastków w granicach od 0,001–0,1% oraz bezwzględna granica wykrywalności pierwiastków wynosząca około 10^{-14}g , co jest szczególnie istotne przy małych zawartościach badanych składników. Dzięki tym zaletom rentgenowska analiza w mikroobszarach znajduje szerokie zastosowanie do badań w różnych dziedzinach nauki i techniki.

Jednakże nie jest to urządzenie uniwersalne, szczególnie jeśli chodzi o badania składu chemicznego pierwiastków o niskich liczbach porządkowych, które określane są z dużymi trudnościami, albo jest to niemożliwe, ze względu na to, że badania przeprowadzane są w próżni, skąd wynika ograniczenie rozmiarów próbek. Skonstruowany w 1960 r. przez Maiman' a laser na ciało stałe pozwolił na połączenie różnych przyrządów badawczych, takich jak mikroskop świetlny i spektrograf, co dało urządzenie do laserowej emisyjnej analizy spektralnej w mikroobszarach w zakresie długości fal od 200 do 1000 nm. Jest to urządzenie uniwersalne do przeprowadzania analiz chemicznych w mikroobszarach.

22.2.2. Teoretyczne podstawy emisyjnej analizy widmowej

Emisyjna analiza spektralna opiera się na zjawisku, podczas którego atomy pierwiastków badanych substancji pod wpływem wzbudzenia emitują promieniowanie, które po przejściu przez układ rozszczepiający tworzy widma, charakteryzujące je w sposób jednoznaczny. Zależnie od źródła emitującego promieniowanie powstawać mogą widma różnego rodzaju.

Widmo ciągłe emitowane jest przez rozżarzone ciała stałe lub stopione metale. Widma te nie są charakterystyczne i na drodze analizy spektralnej nie można ocenić jakiego rodzaju jest badana substancja.

Widmo nieciągłe emitowane jest przez substancje występujące w stanie gazu lub pary, składające się z wielu linii lub grup linii. Atomy i jony wchodzące w skład badanej substancji posiadają skwantowaną energię wewnętrzną, dlatego też emitują charakterystyczne widma liniowe. Wszystkie linie widmowe emitowane przez dany atom można połączyć w serie widmowe. Cząsteczki natomiast emitują widma pasmowe. W wyniku emisji atomy ze stanu wzbudzanego o wyższej energii przechodzą do stanu kwantowego o niższej energii.

Oprócz widm emisyjnych znane są również widma absorpcyjne. W praktyce emisyjnej analizy spektralnej duże znaczenie ma absorpcja promieniowania emitowanego przez wzbudzone atomy par pierwiastka, gdyż wpływa to na osłabienie natężenia emitowanej linii. Budowa widm wysyłanych przez wzbudzone atomy pierwiastka zależy od liczby elektronów walencyjnych i struktury powłok elektronowych.

Teoria budowy atomu Bohra w odniesieniu do atomu wodoru oraz jonów wodoropodobnych (He, Li, Be) prowadzi do zgodnych z uzyskanymi doświadczalnie wartości długości fali linii widmowych oraz energii poziomów. Długość fali linii widmowych można określić z zależności:

$$k = Z^2 R \left(\frac{1}{m^2} - \frac{1}{n^2} \right) \quad (22.2.)$$

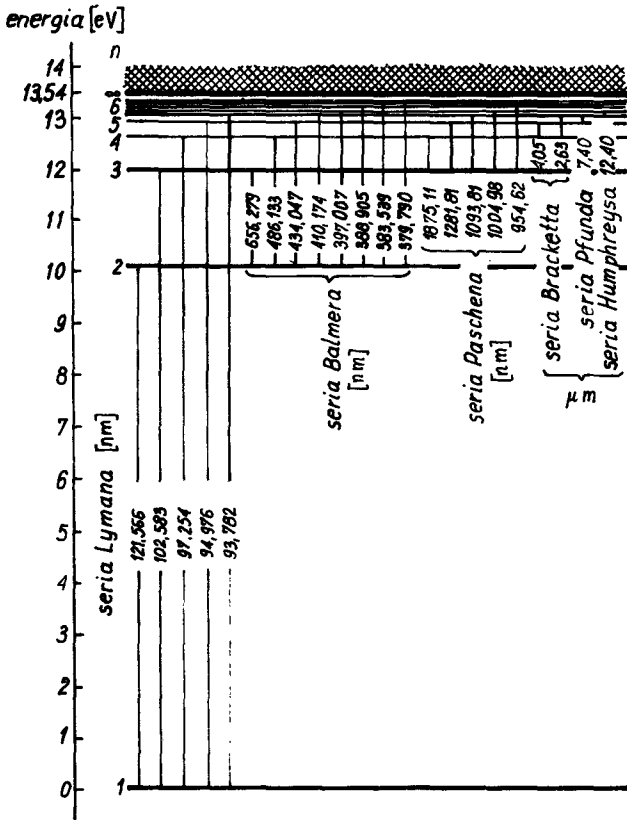
gdzie:

$$k = \frac{1}{\lambda} \text{ liczba falowa, } \lambda - \text{długość fali, } R - \text{stała Rydberga, } Z - \text{liczba ato-}$$

mowa, m – przyjmuje wartości liczb całkowitych, $n = m + 1$.

W oparciu o powyższy wzór wykreślony został układ linii widmowych atomu wodoru (rys. 22.6.).

W oparciu o model Bohra nie można jednak opisać struktury widm atomów o budowie złożonej. Atomy wieloelektronowe posiadają bardziej skomplikowane schematy poziomów energetycznych i przejść pomiędzy nimi niż atom wodoru. W przypadku gdy

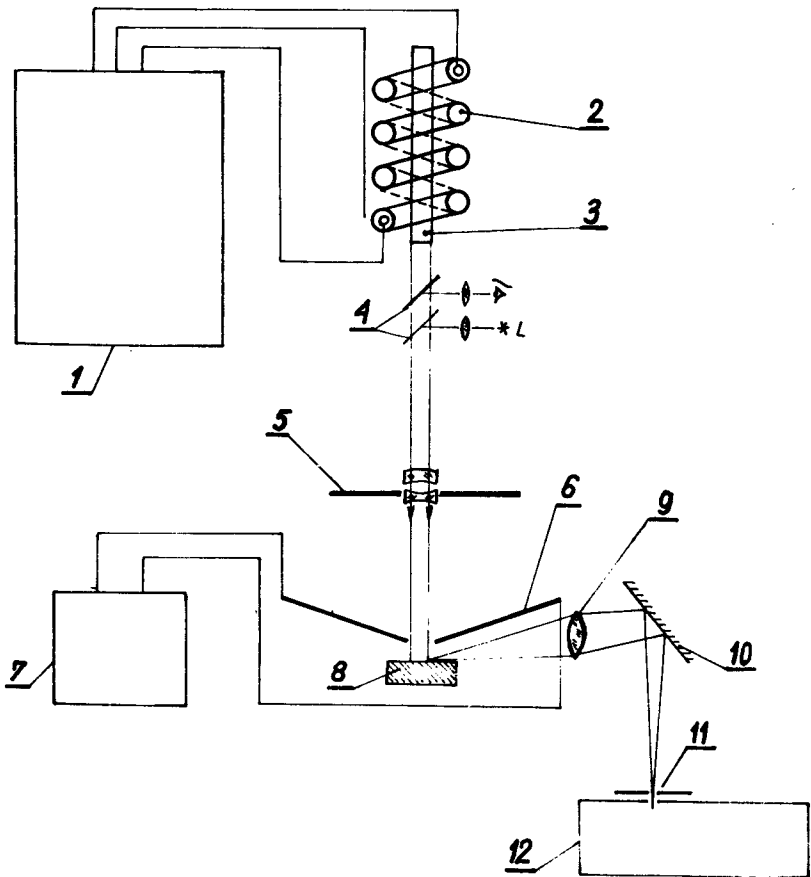


Rys. 22.6. Schemat poziomów energetycznych atomu wodoru

budowa powłok elektronowych jest analogiczna można spodziewać się podobieństwa widm, gdyż własności spektrochemiczne atomów zależą od stanów elektronów walencyjnych. Budowę wielu atomów wieloelektronowych wyjaśnić można w oparciu o mechanikę falową i kwantową z uwzględnieniem zakazu Pauliego i reguł wyboru [1] .

22.2.3. Budowa i zasada działania laserowego mikroanalizatora spektralnego

Laserowa sonda do mikroanalizy spektralnej ma za zadanie odparowanie mikroskopijnych elementów objętości badanej próbki za pomocą impulsu laserowego, a następnie wzbudzenie par do świecenia przy pomocy impulsu wyładowania iskrowego. Mikrosonda laserowa składa się z głowicy laserowej wraz z urządzeniami zasilania lasera, mikroskopu, którego stolik z umieszczoną na nim próbką zamontowany jest na ławie optycznej spektrografu, iskiernika z elektrodami wraz z oddzielnym generatorem zasilania iskry oraz spektrografu siatkowego PGS 2 (rys. 22.7.).



Rys. 22.7. Schemat budowy laserowego mikroanalizatora spektralnego LMA 10 wraz ze spektrografem PGS 2: 1 – źródło zasilania lasera, 2 – lampa ksenonowa, 3 – pręt rubinowy, 4 – zwierciadła Z_1 i Z_2 , 5 – obiektyw 40x0,5, 6 – elektrody węglowe, 7 – zasilacz iskry, 8 – próbka, 9 – soczewka kondensorowa, 10 – płaskie zwierciadło, 11 – szczelina, spektrografu, 12 – spektrograf PGS 2

Wiązka światła dużej mocy emitowanego przez laser rubinowy [2], za pośrednictwem obiektywu mikroskopu 40x0,5 ogniskowana jest na badanym elemencie próbki, która może posiadać maksymalne wymiary 100x100x70 mm. Obserwację badanego pola próbki przeprowadza się przy pomocy bocznego ramienia mikrosondy złożonego z lampy oświetleniowej L, okularu oraz zwierciadeł Z_1 i Z_2 , z których drugie jest półprzezroczyste i półprzepuszczalne. W czasie świecenia lasera są one wysuwane z wiązki laserowej. Do ogniskowania wiązki światła laserowego na próbce używa się obiektywów mikroskopowych o możliwie dużej ogniskowej f. Promień r zogniskowanej plamki świetlnej

na badanym elemencie próbki zależy od ogniskowej obiektywu f i kąta α (α – kątowa rozwartość ogniskowej wiązki światła laserowego).

$$r = f \operatorname{tg} \alpha \quad (22.3.)$$

Przy pomocy mikrosondy laserowej można zogniskować promieniowanie o gęstości mocy $10^8 - 10^{13} \text{ W/cm}^2$ na powierzchni od $80 \mu\text{m}^2$ do $0,05 \text{ mm}^2$. Powoduje to gwałtowne parowanie próbki, a w rezultacie wytworzenie się krateru, którego średnica zawarta jest w granicach od $10 \mu\text{m}$ do $250 \mu\text{m}$. Rozmiary jego zależą od właściwości cieplnych, gęstości energii wiązki laserowej oraz ogniskowej obiektywu. Średnica krateru rośnie wraz ze wzrostem mocy wiązki laserowej oraz w miarę zmniejszania ogniskowej obiektywu.

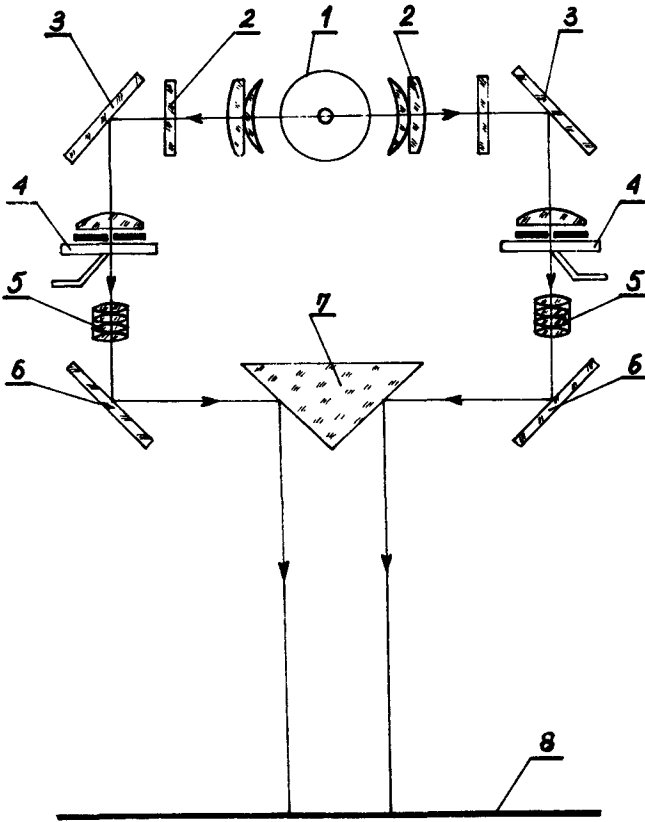
Odparowany materiał w ilości $10^{-7} - 10^{-6} \text{ g}$ z próbki jest poprzez promieniowanie laserowe jednocześnie wzbudzany. Jednakże światło emitowane w wyniku tego wzbudzenia charakteryzuje się dużą szerokością linii widmowych, co znacznie utrudnia interpretację uzyskanych wyników. Dlatego stosuje się tzw. metodę podwójnego wzbudzenia – materiał odparowany wiązką laserową wzbudzany jest jeszcze poprzez wyładowanie iskrowe pomiędzy elektrodami węglowymi umieszczonymi w odległości $1-2 \text{ mm}$ od powierzchni próbki. Impulsy iskrowe są przesunięte w fazie względem impulsów laserowych. Można w ten sposób uzyskać silne a jednocześnie ostre linie spektralne. Analizę spektralną odparowanego i wzbudzonego materiału, po skoncentrowaniu poprzez soczewkę kondensorową przeprowadza się w spektrografie o możliwie dużej sile światła. Spektrograf siatkowy PGS2 posiada siatkę dyfrakcyjną do rozszczepiania promieniowania niejednorodnego. Charakteryzuje się on dobrą zdolnością rozdzielczą i światłością. Widmo uzyskane po przejściu przez siatkę dyfrakcyjną rejestrowane jest na płycie fotograficznej. W oparciu o uzyskane widmo przeprowadza się analizę jakościową i ilościową badanych pierwiastków.

22.2.4. Aparatura pomocnicza w analizie spektralnej

Widmo emisyjne badanego materiału zarejestrowane jest na płycie fotograficznej. Obserwacja widma na płycie, a więc ocena stopnia zaczernienia linii, porównania z liniami emisyjnymi wzorcowymi, pomiaru odległości pomiędzy liniami przeprowadzana jest przy pomocy przyrządów dodatkowych takich jak: spektroprojektor, mikrofotometr i komparator.

Spektroprojektor służy do obserwacji i porównywania powiększanych obrazów widm emisyjnych na płytach fotograficznych wzorcowych i doświadczalnych. Używany jest w analizie jakościowej. Schemat podwójnego spektroprojektora przedstawiony jest na rys. 22.8.

Na ekranie uzyskuje się dwa położone obok siebie widma z dwóch płyt fotograficznych wzorcowej i doświadczalnej, na podstawie czego możliwa jest identyfikacja niezna-

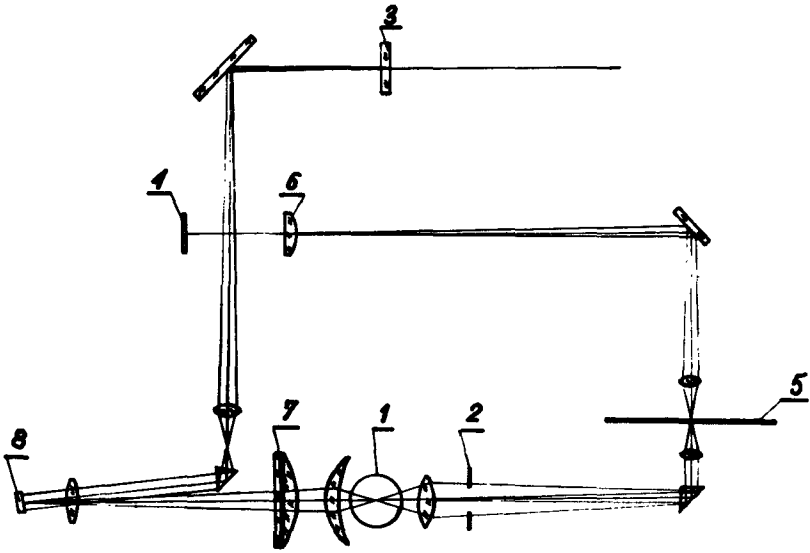


Rys. 22.8. Schemat podwójnego spektroprojektoru: 1 – źródło światła, 2 – soczewki, 3 – zwierciadła odbijające promienie pod kątem 90° , 4 – podstawy na których umieszcza się płyty wzorcową i doświadczalną, 5 – soczewki, 6 – zwierciadła, 7 – pryzmat, 8 – ekran

nych pierwiastków. W przypadku kiedy nie posiada się płyty fotograficznej z widmem wzorcowym wygodne jest przy posługiwaniu się spektroprojektorem porównywanie widm z atlasem linii widmowych dostosowanym do dyspersji spektrografu i powiększenia spektroprojektoru.

M i k r o f o t o m e t r jest przyrządem, który mierzy zaciernienie linii widmowych na płycie fotograficznej. Jeśli znana jest charakterystyka materiału fotograficznego pomiar zaciernienia umożliwia określenie natężenia linii, a następnie stężenia oznaczanego pierwiastka w próbce analitycznej. Przy pomocy mikrofotometru wykonuje się precyzyjną spektrograficzną analizę ilościową. Schemat optyczny mikrofotometru przedstawiony jest na rys. 22.9.

Zacienienie (gęstość optyczna) obrazu na płycie fotograficznej określona jest zależnością:



Rys. 22.9. Schemat optyczny mikrofotometru: 1 – źródło światła, 2 – filtr zielony częściowo zasłaniający obraz widma w celu zmniejszenia ilości światła rozproszonego na mikrofotometrze, 3 – ekran, 4 – selenowa fotokomórka, 5 – płyta fotograficzna, 6 – szczelina fotokomórki, 7 – skala obserwowana na ekranie razem z fotometrowanym widmem, 8 – zwierciadło galwanometru

$$S = \log \frac{i_0}{i_1} \quad (22.4.)$$

gdzie:

- i_0 – natężenie światła przechodzącego przez płytę nienaświetloną,
- i_1 – natężenie światła przechodzącego przez obraz linii na tej samej płycie.

Zakładając proporcjonalność wychyleń galwanometru do natężenia światła padającego na fotokomórkę otrzymuje się

$$S = \log \frac{a_0}{a_1} \quad (22.5.)$$

gdzie: a_0 i a_1 są to wychYLENIA galwanometru odpowiadające nienaświetlonej części płyty i linii analitycznej.

Przy oznaczaniu różnicy zaciemnień dwóch linii uzyskuje się:

$$S = S_2 - S_1 = \log \frac{a_0}{a_2} - \log \frac{a_0}{a_1} = \log \frac{a_1}{a_2} \quad (22.6.)$$

Mikrofotometr zaopatrzony jest w trzy skale. Pierwsza to skala milimetrowa o długości 1000 mm. Wskazania jej są proporcjonalne do wychylenia galwanometru, a więc i do ilości światła padającego na fotokomórkę. Do obliczenia zaczernienia linii analitycznej należy stosować wzór (22.5.). Druga skala to skala zaczernień. Dla nienaświetlonej części płyty wychylenie odpowiada 1000 mm na skali pierwszej. Do bezpośredniego przeliczania jednej skali na drugą stosujemy zależność:

$$S = 3 - \log a$$

Trzecia skala jest skalą przekształconą używaną przy stosowaniu specjalnych sposobów związanych z pracą w obszarze niedoświetleń krzywej kalibrowania emulsji.

K o m p a r a t o r jest narzędziem służącym do precyzyjnego określenia położenia linii nieznannej względem linii sąsiednich na obrazie widma obserwowanym na ekranie. Zmieniając względne położenie obrazu widma i płyty za pomocą śruby mikrometrycznej wycechowanej w milimetrach, można określać odległości pomiędzy liniami nieznanymi a liniami o znanej długości fali. Jest to konieczne przy przeprowadzaniu analizy jakościowej.

22.2.5. Analiza jakościowa

Spektrograficzna analiza jakościowa opiera się na wykrywaniu obecności pierwiastków za pomocą pomiaru długości fali linii emitowanych przez badaną próbkę [3] . Najczęściej w analizie spektrograficznej przeprowadzana jest analiza pierwiastków metalicznych i wielu niemetali jak: arsen, selen, krzem, tellur, bor, węgiel, siarka, fosfor i chlorowce, ze względu na występowanie linii analitycznych w zakresie widma o długości fal od 200 do 1000 nm. Wszystkie metale i niektóre niemetale łatwo ulegają wzbudzeniu.

Widmo zarejestrowane na płycie fotograficznej porównuje się w spektroprojektorze (rozd. 22.2.4.) z widmem wzorcowym, atlasem lub z tablicami linii widmowych w celu oznaczenia pierwiastków występujących w badanej próbce. Podstawową czynnością w jakościowej analizie widmowej jest określenie długości fali linii nieznannej położonej między dwiema liniami o znanych długościach fali (odczytanych w spektroprojektorze). Odległości pomiędzy liniami nieznaną i znanymi określone są na komparatorze (rozd. 22.2.4.).

Dla spektrografów siatkowych stosuje się następujący wzór w celu wyznaczenia długości fali linii nieznannej:

$$\frac{\lambda_2 - \lambda_x}{\lambda_2 - \lambda_1} = \frac{S_2 - S_x}{S_2 - S_1} \quad (22.7.)$$

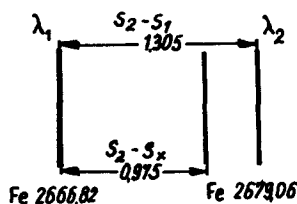
gdzie: λ_1 , λ_2 – długość fali linii znanych,

λ_x – szukana długość fali,
 S_1, S_2, S_x – położenia odpowiednich linii znanych (1, 2) i nieznanej (x).

stąd:

$$\lambda_x = \lambda_2 + \frac{(\lambda_2 - \lambda_1)(S_2 - S_x)}{S_2 - S_1} \quad (22.8.)$$

Na rysunku 22.10. przedstawiony jest przykład obliczenia długości fali linii nieznanej. Podstawiając do wzoru (22.8.) mamy



$$\lambda_x = 2679,06 + \frac{12,24 \cdot 0,975}{1,305} = 2675,97$$

Rys. 22.10. Schemat obliczenia długości fali linii nieznanej

W wielu analizach, gdy nie jest konieczne dokładne określenie długości fali linii widmowej, wystarczy stosowanie widma żelaza w charakterze orientacyjnej skali długości fali głównie dlatego, że widmo Fe posiada bardzo wiele linii. Za pomocą tablic lub

atlasu linii widmowych można linię nieznaną zidentyfikować pośrednio przez porównanie ze znanymi długościami fal linii widmowych żelaza. Przeprowadzając jakościową analizę widmową należy pamiętać o wykrywalności pierwiastków. Jest ona określana najmniejszą ilością pierwiastka możliwą do wykrycia przy pomocy danej metody analitycznej, wyrażona jest w jednostkach masy lub stężenia. Wykrywalność zależy od stężenia pierwiastka w próbce, w miarę jego zmniejszania liczba linii widmowych występujących w spektrogramie maleje. Linie pozostające w widmie pierwiastka występującego w niewielkich ilościach noszą nazwę linii ostatnich. W tablicach linii ostatnich linie uzyskane poprzez wzbudzenie w łuku oznaczane są I po symbolu pierwiastka, linie uzyskane poprzez wzbudzenie w iskrze II. Położenie linii ostatnich pierwiastków w różnych zakresach widma ilustruje tablica 22.1. Pierwiastki w nawiasach mają również linie ostatnie (symbole bez nawiasów) o większej wykrywalności w innych zakresach widma. Na podstawie danych określonych w tablicy, można dokonać wyboru najwłaściwszego zakresu widma w zależności od poszukiwanego składu jakościowego analizowanej próbki. Do analizy metali i stopów odpowiedni jest zakres średniego nadfioletu.

Tablica 22.1.

Położenie linii ostatnich dla pierwiastków w różnych obszarach widma

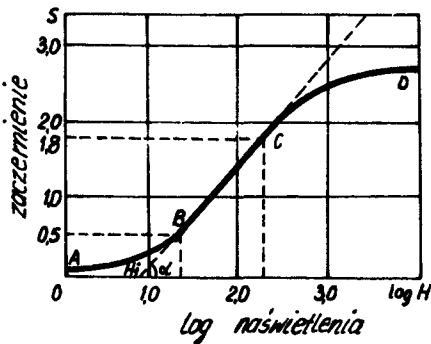
Nadfiolet			Zakres widzialny 400–750 nm	Podczerwień 750–900 nm
200–255 nm	255–350 nm	350–400 nm		
As, Au, B, Be,	Ag, Al, Bi, Co,	Al, Ca, Er, Fe,	Ba, Bi, Ca,	Cs, K, Rb,

1	2	3	4	5
C, Cd, Hg, P, <u>Sb, Se, Te, Zn,</u> Ag, Fe, Ni, Si,	Cu, Ge, Hf, Ir, Lu, Mg, Mn, Mo, Ni, Os, Pb, Pd, Pt, Re, Rh, Ru, Sb, Si, Sn, Ta, <u>Ti, V, W, Zr,</u> Au, As, Be, Cd, Cr, In, Na, Nb, Sr, Th, Zn,	Gd, La, Mo, Ra, Se, Th, Tu, Y, <u>Yb, Zr,</u> Pd, Tl,	Ce, Cr, Dy, Eu, Eu, Ga, Hg, In, Li, Mn, Na, Nb, Nd, Pd, Pr, S, Sm, Sr, Ti, <u>Tl, U, V, W, Y,</u> Ag, Cs, K, La, Mg, Rb, Zn,	
<p>Uwaga:</p> <p>Pierwiastki pod linią przerywaną mają również linie ostatnie o większej wykrywalności w innych zakresach widma.</p>				

22.2.6. Analiza ilościowa

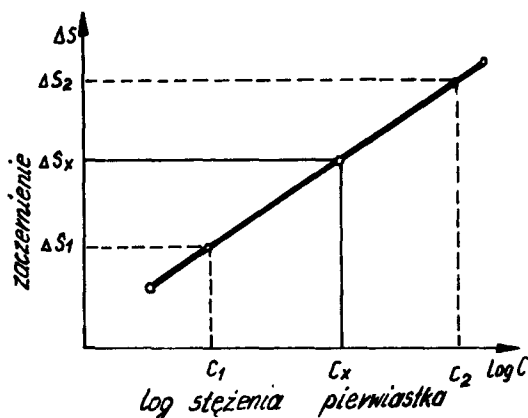
Metody spektralnej analizy ilościowej opierają się na pomiarze liczby, długości, szerokości lub natężenia linii widmowych oznaczanego pierwiastka w zależności od zmian jego stężenia w analizowanej próbce. Obecnie w analizie ilościowej najczęściej stosuje się pomiary natężenia linii widmowych, oparte na zależności natężenia linii

emitowanych przez atomy badanego pierwiastka od zawartości tego pierwiastka. Należy pamiętać, że zaczernienie linii na płycie fotograficznej zależy nie tylko od koncentracji pierwiastków w próbce, lecz i od innych czynników, przede wszystkim takich jak: charakterystyka materiału fotograficznego i sposób jego obróbki, własności optyki, spektrografu, rozpraszanie i pochłanianie promieniowania w spektrografach oraz wymiarów i ustawienia szczelin i soczewek. Dlatego też należy sporządzić krzywą zaczernienia płyty fotograficznej, co jest podstawą spektralnych analiz ilościowych. Krzywa zaczernienia (rys. 22.11.) przedstawia zależność zaczernienia płyty S



Rys. 22.11. Krzywa zaczernienia. BC—odcinek prostoliniowy krzywej zaczernienia odpowiada najkorzystniejszej wielkości zaczernienia

od naświetlenia H. Naświetlenie H może być zmieniane w zależności od czasu naświetlenia t lub oświetlenia E warstwy światłoczułej.



Rys. 22.12. Krzywa analityczna zależności zaczernienia płyty S (lub różnicy zaczernień ΔS) od stężenia pierwiastka c

Zmieniając t lub E wyznaczamy krzywą zaczernienia. Metody ilościowej analizy spektrograficznej są metodami porównawczymi. Na podstawie próbek wzorcowych o znanym składzie chemicznym wyznacza się zależność zaczernienia płyty od stężenia pierwiastka (rys. 22.12.). Z otrzymanej krzywej analitycznej wyznaczamy stężenie badanego pierwiastka. Wielkość zaczernienia określamy na mikrofotometrze (rozd. 22.4.). Technika przeprowadzania ilościowej laserowej analizy spektralnej jest dosyć utrudniana z powodu

konieczności zachowania identycznych parametrów wyładowania laserowego przy fotografowaniu widma próbki badanej oraz wzorców, co nie miało tak istotnego wpływu przy analizie jakościowej [4].

22.2.7. Przebieg ćwiczenia

A. Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się z nowoczesnymi metodami badania składu chemicznego materiałów.

B. Urządzenia i materiały do badań

- Laserowy mikroanalizator spektralny LMA10
- Spektrograf siatkowy PGS2
- Mikrofotometr
- Spektroprojektor
- Komparator
- Próbki metali, stopów metali i niemetalu

C. Przebieg badań

- Sprawdzenie przygotowania studentów do ćwiczeń
- przygotowanie próbek do badań
- wykonanie zgładów metalograficznych na wybranych materiałach: żeliwo szare, żeliwo sferoidalne, stale niskostopowe, stale średniostopowe, stale węglowe, stale austenityczne, stale szybkołąjące, stopy aluminium o zawartości 9–13% Si, brązy fosforowe 0,1 do 1,01% P

- warunki wzbudzania zgodne z instrukcją obsługi LMA10, ustawienie optyki i szerokości szczelin spektrografu zgodne z instrukcją obsługi spektrografu PGS2
- odparowanie materiału i wzbudzenie par w LMA10 oraz rejestracja widma na płycie fotograficznej w spektrografie PGS2
- wywołanie i utrwalenie płyty
- przeprowadzenie analizy jakościowej
- przeprowadzenie analizy ilościowej porównawczej.

D. Opracowanie wyników i sprawozdania

Sprawozdanie z badań powinno zawierać:

- cel badań, przedmiot badań, spis literatury pomocniczej
- przygotowanie próbek, schemat ideowy urządzenia LMA10 i PGS2
- opis przebiegu badań
- warunki pomiarów
- wyniki analiz: jakościowej i ilościowej
- analizę wyników i wnioski.

Pytania kontrolne

1. Teoria Bohra budowy atomu wodoru i wodoropodobnych.
2. Rodzaje widm.
3. Zasada działania lasera.
4. Analiza spektralna jakościowa i ilościowa.
5. Budowa i zasada działania LMA10.
6. Aparatura pomocnicza w analizie spektralnej.

Literatura

1. W. Szpolski – Fizyka atomowa, t. I. PWN, Warszawa 1954
2. H. Klejman – Lasery, PWN 1979
3. W. Kemula, A. Hulanicki – Spektralna analiza emisyjna, PWN 1956
4. D. Kunisz – Fizyczne podstawy emisyjnej analizy widmowej, PWN, Warszawa 1973
5. Instrukcja obsługi LMA 10. Politechnika Lubelska, Lublin 1980
6. Instrukcja obsługi mikrofotometru. Politechnika Lubelska, Lublin 1980

23. BADANIA DEFEKTOSKOPOWE NIENISZCZĄCE

23.1. Wprowadzenie

W elementach maszyn i urządzeń mogą występować wady ukryte lub bardzo trudno dostrzegalne, które mogą być przyczyną poważnych awarii. Wady te są najczęściej pochodzenia technologicznego lub też powstają w czasie eksploatacji. Do najbardziej charakterystycznych wad pochodzenia technologicznego należą: pęknięcia i porowatości odlewnicze, zakucia, zawalcowania, rysy i wgłębienia powstające podczas ciągnięcia lub tłoczenia, pęknięcia i zażużlenia spoin, pęknięcia powstałe w czasie obróbki cieplnej i ciepłno-chemicznej oraz pęknięcia szlifierskie. Wady eksploatacyjne to przede wszystkim pęknięcia zmęczeniowe i korozja punktowa lub powierzchniowa.

Dla zapewnienia wysokiej jakości i niezawodności maszyn i urządzeń musimy posługiwać się takimi metodami kontroli, które ujawniają ukryte wady bez zniszczenia badanego obiektu. Najczęściej stosowanymi metodami badań nieniszczących są metody:

- radiologiczne (radiografia przemysłowa),
- ultradźwiękowe (defektoskopia ultradźwiękowa),
- magnetyczne (defektoskopia magnetyczna),
- wnikania substancji (defektoskopia penetracyjna),
- prądów wirowych.

Metody te umożliwiają prowadzenie badań na różnych etapach procesu produkcji, od kontroli materiałów począwszy, poprzez kontrole międzyoperacyjne aż do kontroli odbiorczej gotowych wyrobów lub przy ocenie zachowania się ich podczas eksploatacji. Należy przy tym wyraźnie podkreślić, że żadna z wymienionych wyżej metod nie jest uniwersalna i każda ma swoje zalety i ograniczenia.

23.2. Badania radiologiczne

Radiografia przemysłowa obejmuje zbiór metod kontroli jakości, które umożliwiają wykrycie wad materiałów i wyrobów przy pomocy promieniowania jonizującego. W badaniach tych wykorzystuje się zjawisko osłabienia promieniowania przechodzącego przez badany materiał, a własności jonizujące umożliwiają rejestrację wyników kontroli. Z wielu rodzajów promieniowania jonizującego zastosowanie w radiografii znalazło

promieniowanie rentgenowskie, zwane również promieniami X, promieniowanie gamma pochodzące najczęściej z rozpadu sztucznego izotopu kobaltu Co^{60} lub irydu Ir^{192} oraz neutrony otrzymywane w specjalnych urządzeniach zwanych betatronami.

23.2.1. Przechodzenie promieniowania rentgenowskiego i γ przez materię

Promieniowanie rentgenowskie i γ to dwie postaci promieniowania elektromagnetycznego, różniące się tylko miejscem powstawania. Promieniowanie γ pochodzi z jądra atomowego natomiast promieniowanie rentgenowskie – z powłok elektronowych. Promieniowania te podlegają wobec tego podczas wzajemnego oddziaływania z materią tym samym zjawiskom.

Osłabienie towarzyszące przechodzeniu promieniowania rentgenowskiego i γ przez materię występuje na skutek trzech zjawisk fizycznych:

- pochłaniania fotoelektrycznego (fotoefekt),
- rozpraszania (efekt Comptona),
- tworzenia par negaton – pozyton (efekt tworzenia się par).

W związku z tym liniowy współczynnik osłabienia μ przedstawia sobą sumę trzech współczynników charakteryzujących poszczególne efekty

$$\mu = \tau + \sigma + \chi \quad (23.1.)$$

Zmniejszenie natężenia promieniowania przy przejściu przez materię jest tym większe, im większa jest:

- długość fali promieniowania,
- grubość prześwietlanego przedmiotu,
- gęstość prześwietlanego materiału,
- liczba atomowa Z prześwietlanej substancji.

23.2.2. Zasady kontroli radiologicznej

Radiografia jest metodą otrzymywania obrazu przedmiotu prześwietlanego promieniowaniem jonizującym. Źródło promieniowania umieszcza się z jednej strony badanego przedmiotu, a z drugiej strony detektor promieniowania. Obraz obiektu otrzymany przez prześwietlenie promieniami X lub γ nazywa się rentgenogramem lub radiogramem. Jest to wynik "przeźroczystości" kontrolowanego wyrobu. Dlatego też na podstawie radiogramu można ujawnić zmianę gęstości (wadę) badanego materiału lub różnice grubości.

Spotykane w praktyce wady w wyrobach mają w większości przypadków charakter pustek (pęcherze, pęknięcia, przyklejenia w spoinach i połączeniach lutowanych). Na

radiogramach wady te ujawniają się w postaci plam (pęcherze i pory), linii krzywych (pęknięcia) lub smug (przyklejenia).

Jeżeli np.: na płytę stalową o grubości D , w której znajduje się pęcherz o wymiarze d , jak to przedstawia rys, 23.1., pada wiązka promieni X lub γ o intensywności I_0 , to przy przejściu przez warstwę D promienie te ulegną osłabieniu i wiązka wychodząca będzie miała intensywność I_B . Natomiast w miejscu, gdzie znajdzie się pęcherz, promienie przechodzą przez warstwę metalu o grubości $(D - d)$ mm, a zatem osłabienie ich będzie mniejsze i wiązka wyjściowa w tym miejscu będzie miała intensywność I_A , przy czym

$$I_B = I_0 e^{-\mu D} \quad (23.2.)$$

$$I_A = I_0 e^{-\mu (D-d)} \quad (23.3.)$$

a zatem

$$I_A > I_B$$

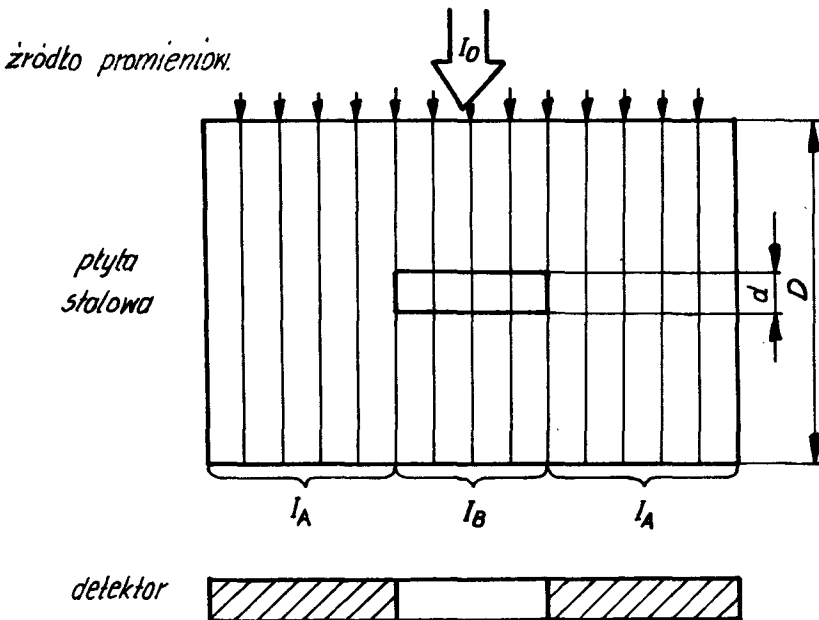
gdzie:

D – grubość materiału,

d – grubość pęcherza,

μ – współczynnik osłabienia

Na radiogramie będzie widoczna zmiana intensywności promieniowania w miejscu występowania pęcherzy.



Rys. 23.1. Zasada kontroli radiologicznej

Wykrywalność wad jest ilościową charakterystyką danej metody kontroli i określa jej przydatność do wykrycia wad rzeczywistych (wad spawania, lutowania, odlewania i pozostałych powstałych w innych procesach technologicznych). Jeżeli przy badaniach radiologicznych wady nie zostaną ujawnione, to nie oznacza to z całą pewnością, że w obiekcie badanym nie ma żadnych wad. Np.: wada może znajdować się w takim miejscu, że przy wybranej technice kontroli nie można jej wykryć. Nie zostaną również wykryte niewielkie wady, jeżeli czułość metody będzie niewystarczająca do jej ujawnienia.

23.2.3. Metody radiografii przemysłowej

Podstawą podziału metod wykrywania wad jest sposób pomiaru natężenia promieniowania za badanym wyrobem. Jeżeli za prześwietlonym wyrobem znajduje się ekran fluoryzujący to otrzymuje się na nim cieniowy obraz kontrolowanej części, a wady wewnętrzne ujawniają się na nim w postaci jaśniejszych punktów na ciemniejszym tle. Stosowanie ekranów i elektronowych wzmacniaczy obrazów rentgenowskich grupuje te metody do grupy zwanej fluoroskopia.

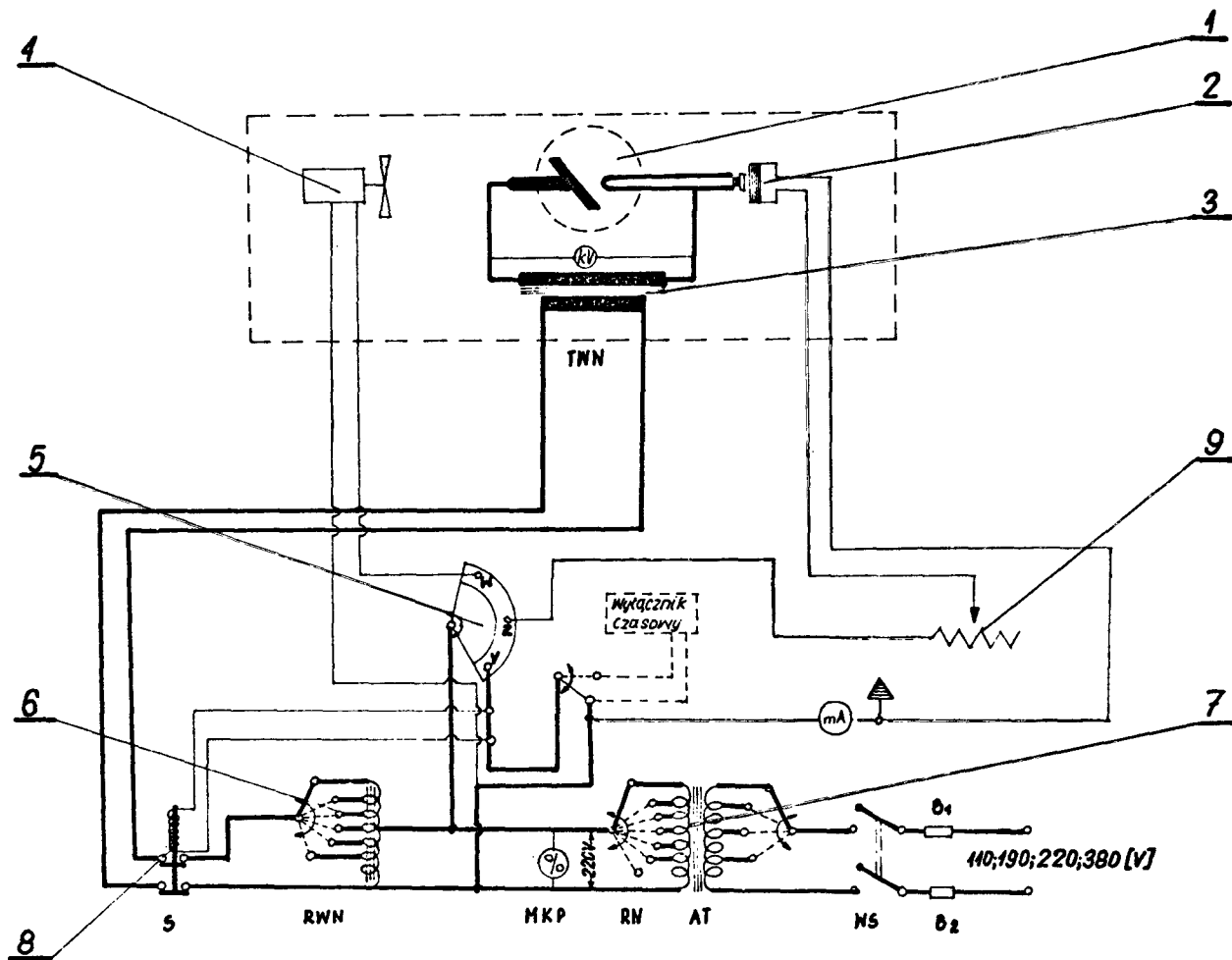
W przypadku użycia błony rentgenowskiej otrzymuje się negatywowy, cieniowy obraz wyrobu z ciemniejszymi plamami w miejscach zalegania wad wewnętrznych. Stopień zaczernienia błony rentgenowskiej po jej obróbce fotochemicznej (wywołaniu i utrwaleniu) jest proporcjonalny do dawki ekspozycyjnej, której wielkość zależy od grubości, gęstości i jednorodności materiału osłabiającego promieniowanie. Jest to grupa metod kontroli zwana metodami radiograficznymi.

Stosuje się również metody radiometryczne i kseroradiograficzne. Radiometryczna metoda kontroli wyrobów polega na pomiarze natężenia promieniowania za pomocą liczników i komór jonizacyjnych. W przypadku metody kseroradiograficznej promieniowanie rejestrowane jest na płytach pokrytych materiałem półprzewodzącym np. selenem.

23.2.4. Aparaty rentgenowskie

Do kontroli materiałów, części i wyrobów stosuje się szeroko aparaty rentgenowskie o napięciu 10–400 kV, ale stosowanie nowych materiałów i konstrukcji powoduje ciągłe rozszerzanie tego zakresu napięć.

Przemysłowe aparaty rentgenowskie nie są w Polsce produkowane. Najczęściej spotykane aparaty importowane pochodzą: z RFN – firma Müller – Röntgenwerk (aparaty MG, Macrotank) firma Seifert – Röntgenwerk (aparaty Isovolt), z Belgii – firma Balteau (aparaty Baltospot i Baltograph), z Danii – firma Picker – Andrex X-Ray (aparaty Andrex), z Węgier – Zakłady Medicar (aparaty Liliput i Rollix), z ZSRR aparaty typu RUP i Mira. Schemat ideowy prostego aparatu rentgenowskiego Liliput 120 przedstawia rys. 23.2.



Rys. 23.2. Schemat ideowy aparatu rentgenowskiego Liliput 120

Napięcie zasilające z sieci 110, 190, 220 lub 380 V przez bezpieczniki B_1 i B_2 oraz wyłącznik sieciowy WS wchodzi na autotransformator AT. Ponieważ napięcie z sieci może różnić się od napięcia nominalnego, dla jego wyrównania w obwód autotransformatora włączony jest skokowy regulator napięcia RN. Miernik korekcji prądowej MRN ustawia się regulatorem napięcia w pozycji 100%. Załączenie w pozycję W przełącznika skokowego 5 powoduje zadziałanie stycznika 8 i uruchomienie silnika cyrkulacji oleju 4 chłodzącego lampę rentgenowską 1. Kolejne przełączenie przełącznika 5 w pozycję Ż powoduje żarzenie włókna katody lampy. Prąd lampy reguluje się za pomocą regulatora żarzenia 9. Ustawienie przełącznika 5 w pozycję V powoduje włączenie wysokiego napięcia na lampę rentgenowską przez transformator 3. Napięcie lampy dobiera się za pomocą regulatora wysokiego napięcia RWN. Równocześnie z pojawieniem się promieniowania rentgenowskiego uruchamia się zegar ekspozycyjny i jego wyłączenie następuje automatycznie po minięciu ustalonego czasu na wyłączniku czasowym, powodując równocześnie rozwarcie styków stycznika S – poz. 8. Wyłączając wysokie napięcie na lampie rentgenowskiej.

23.2.5. Defektoskopy izotopowe

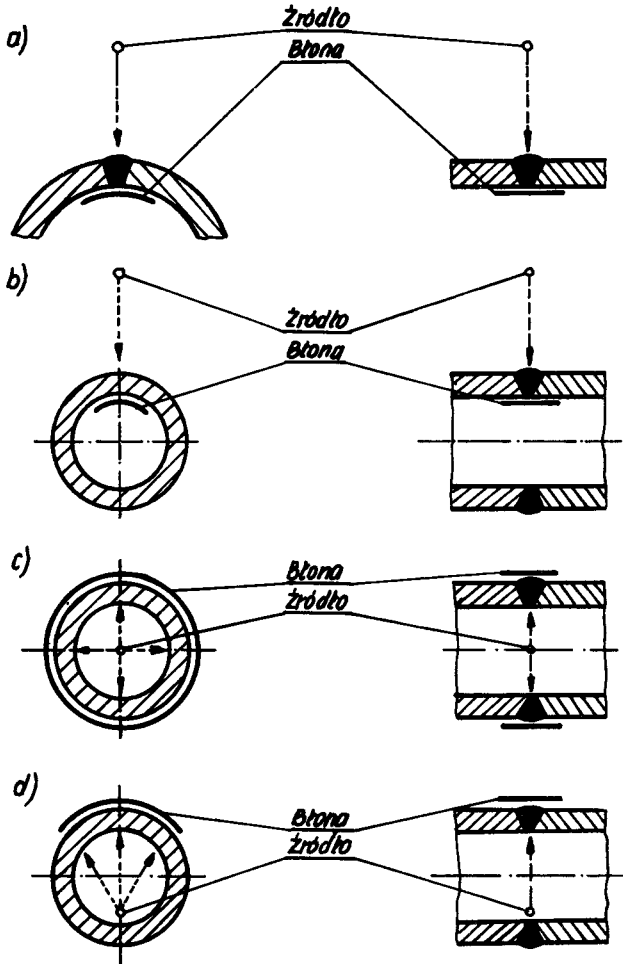
Aparaty gammagraficzne zaopatrzone są w izotopowe źródło promieniowania γ . W kraju ich producentem są Zjednoczone Zakłady Urządzeń Jądrowych "POLON". Defektoskopy te wyposażone są w takie źródła jak: Co^{60} oraz Ir^{192} . Są to defektoskopy uniwersalne i specjalne, zaspokajające praktycznie wszystkie potrzeby.

Przykładem defektoskopów uniwersalnych są defektoskopy krajowe o nazwie "Dingo", "Mamut", "IP-25" i "Żuraw". Defektoskopy specjalne przeznaczone są do kontroli określonych wyrobów, np. spoin obwodowych w rurociągach – defektoskop "Rurowy" i "Pająk", a do kontroli grubościennych walczaków i odlewów defektoskop "Aligator".

23.2.6. Wymagania, metodyka i technika kontroli radiologicznej na przykładzie doczołowych złączy spawanych

Wynikiem kontroli radiograficznej jest ocena jakości badanego wyrobu, co w przypadku złączy spawanych oznacza określenie ich klasy jakości. Wymaganą klasę jakości określają warunki techniczne odbioru. Jeżeli w rezultacie badania radiograficznego wykryte zostaną wady, które kwalifikują spoinę do niższej klasy jakości niż określona w warunkach odbioru, spoinę należy uznać za wadliwą. Radiogram stanowiący podstawę tej oceny musi spełniać odpowiednie wymagania. Wytyczne dla radiogramów spoin czółowych w złączach stalowych określa norma PN-72/M-69770. Wymagania te determinują więc wybór techniki badania, rodzaj błony rentgenowskiej, zastosowanie okładek wzmacniających, dobór warunków ekspozycji i odpowiednią obróbkę fotochemiczną naświetlonych błon.

Przewidziana do kontroli spoina powinna być przed badaniem poprzedzona oględzinami zewnętrznymi. Należy przygotować znakowanie kaset z błonami rentgenowskimi, by można było zidentyfikować badane złącze. Stosuje się tu odpowiednie symbole liczbowe i literowe z ołowiu. Do badania spoin stosuje się aparaty rentgenowskie z lampami o małym ognisku o napięciu do 400 kV.



Rys. 23.3. Metody badania przez jedną ściankę: a/ metoda podstawowa, b/ metoda zewnętrzna, c/ metoda centryczna, d/ metoda ekscentryczna

Wybór metody badań. Norma PN-72/M-69770 określa dwie grupy metod: przez jedną ściankę i przez dwie ścianki. W metodach badania przez jedną ściankę wyróżnia się: metodę podstawową, zewnętrzną, centryczną i ekscentryczną. W metodach badania przez dwie ścianki wyróżnia się: metodę podstawową przesłoniętą, obwodową, półeliptyczną i eliptyczną.

Błony i okładki wzmacniające. Błony radiograficzne w zależności od czułości, kontrastowości, ziarnistości i przeznaczenia dzieli się na cztery typy:

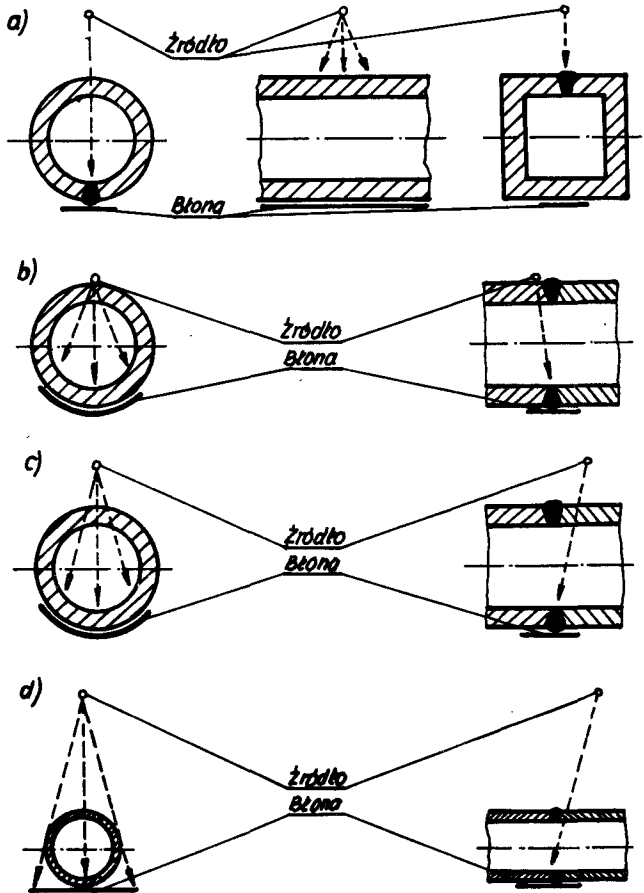
- I – błony o małej czułości, bardzo dużej kontrastowości i bardzo małej ziarnistości,
- II – błony o średniej czułości, dużej kontrastowości i małej ziarnistości,
- III – błony o dużej czułości, średniej kontrastowości i dużym ziarnie,
- IV – błony o bardzo dużej czułości, i bardzo dużej kontrastowości.

W Polsce stosuje się błony produkowane przez różne firmy: Foton, Orwo, Agfa-Gevert, Kodak, Industrial. Klasyfikację tych błon wg wyżej wymienionych typów zamieszczono w tablicy 23.1.

Tablica 23.1.

Typ błony	Foton	Orwo	Agfa-Geevert	Kodak	Industrial
I	Defektofilm	-	D2	Microtex	F
II	-	RF-TF-10	D5 D7 D8	Crystallex	Cx
III	-	RF-TF-13 RF-TF-14	D10	Industrex	B
IV	Super R	RF-TF-2	Structurix	Kodirex	G i A

W celu zapewnienia lepszej wykrywalności wad i skrócenia czasu ekspozycji stosuje się w badaniach radiograficznych okładki wzmacniające: metalowe lub fluoryzujące. Okładki metalowe są w postaci folii ołowianych, cynowych lub cynowo-ołowianych. Własności wzmacniające są wynikiem wybijania przez promieniowanie jonizujące fotoelektronów i elektronów odrzutu (zjawisko Comptona). Okładki ołowiane pochłaniają ponadto część promieniowania rozproszonego, co powoduje zwiększenie kontrastu radiogramów. Własności wzmacniające okładek fluoryzujących są wynikiem działania na błonę światła emitowanego przez luminofor (CaWO_4 , ZnS , CdS) pod wpływem naświetlania promieniowaniem X lub γ . Warstwa fluoryzująca naniesiona jest na karton. Najczęściej spotykanymi okładkami fluoryzującymi są okładki typu Perlux.



Rys. 23.4. Metody badania przez dwie ścianki: a/ metoda podstawowa przestronięta, b/ metoda obwodowa, c/ metoda półeliptyczna, d/ metoda eliptyczna

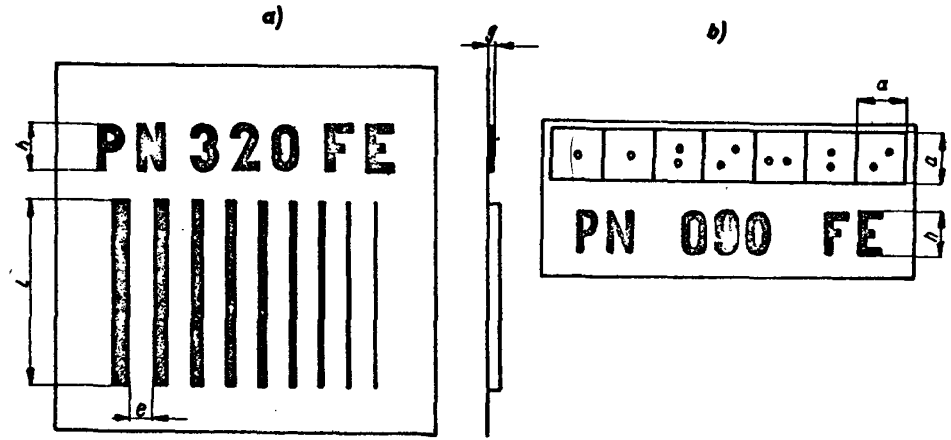
Do pierwszych trzech typów błąn I, II i III można stosować okładki metalowe, a do IV typu okładki fluoryzujące.

– Jakość obrazu radiograficznego.

Polskie normy określają trzy klasy jakości obrazu:

- 1 – klasę podwyższonej wykrywalności,
- 2 – klasę normalnej wykrywalności,
- 3 – klasę obniżonej wykrywalności,

O zakwalifikowaniu radiogramu do określonej klasy decydują zastosowane wskaźniki jakości obrazu. Wg PN-77/M-70001 stosować można wskaźniki pręcikowe lub schodkowo-otworkowe.



Rys. 23.5. Wskaźniki jakości obrazu radiograficznego: a/ wskaźnik pręcikowy, b/ wskaźnik schodkowo-otworkowy

Wskaźnik pręcikowy (rys. 23.5.a) jest szeregiem pręcików o różnych średnicach, ułożonych równolegle obok siebie. Wzorec schodkowo-otworkowy (rys. 23.5.b) jest zbiorem ośmiu lub dziewięciu ułożonych obok siebie płaskich płytek o określonych grubościach. Płytki o grubości 0,80 mm i grubsze mają jeden, a cieńsze dwa cylindryczne otworki o średnicach równych grubości płytki. Każdy wskaźnik jest oznakowany jednoznacznie. Np. PN 090 Fe oznacza: PN – znak Polskich Norm, 090 – cyfry oznaczające wielkość największego pierwszego wskaźnika, określające szereg ciągu, Fe – materiał pręcików lub płytek. Ostatni widoczny pręcik lub otworek na radiogramie określa nam granicę wykrywalności wad oraz umożliwia ocenę jakości obrazu dla określonej grubości materiału spawanego.

– Dobór warunków ekspozycji.

Spośród czynników wpływających na jakość radiogramu najważniejszy jest dobór czasu naświetlania i długości fal promieniowania, zależnych od napięcia lampy rentgenowskiej. Do ustalenia optymalnego napięcia i czasu naświetlania w zależności od grubości prześwietlanego materiału służą specjalnie układane tablice i nomogramy. Przykładowe dane

przedstawia tablica 23.2., przy założeniu stałej ogniskowej, stałego natężenia prądu płynącego przez lampę oraz zastosowaniu okładek wzmacniających z folii ołowiowej 0,1 mm. Każdy aparat rentgenowski ma swoje tablice i nomogramy, nie mniej ustalenie optymalnych warunków badań wymaga przeprowadzenia wielu prób.

Tablica 23.2.

Napięcia i czasy ekspozycji (minuty) w zależności od grubości badanej płyty stalowej dla aparatu Liliput 120

kV	Grubość płyty stalowej d [mm]														
	4	6	8	10	12	15	20	25	30	35	40	45	50	55	60
80	7,0														
100		0,6	4,0												
120				0,4	1,2	6,0									
140							0,7	4,0							
160								0,4	1,0	3,0	7,0				
180										0,5	1,4	3,5	7,0		
200											0,5	1,2	3,0	6,0	10

Mając ustalone warunki ekspozycji, przygotowany przedmiot badań, wybrane błony rentgenowskie i okładki wzmacniające załadowane do elastycznych kaset z tworzyw sztucznych oraz określoną metodę kontroli i zapewnione bezpieczne warunki pracy przystępuje się do kontroli radiologicznej. Po ekspozycji należy wykonać fotochemiczną obróbkę błon. Każda z firm produkujących błony radiograficzne zaleca do ich wywoływania użycia wywoływaczy o określonym składzie. Po utrwaleniu, wypłukaniu i wysuszeniu radiogramu można przystąpić do interpretacji i oceny jakości złącza spawanego.

23.2.7. Interpretacja radiogramów i ocena jakości złącza spawanego

Celem interpretacji jest określenie rodzaju, wielkości i nasilenia wad wewnętrznych widocznych na radiogramie. Interpretacja radiogramów złączy spawanych powinna być przeprowadzona w oparciu o normy PN-74/M-69771 i PN-74/M-69772. Norma PN-74/M-69771 określa wady spoin wykrywane radiograficznie i dzieli je następująco:

- A – pęcherze: Aa – pęcherze kuliste, Ab – pęcherze kanalikowe, Ac – łańcuch pęcherzy, Ad – gniazdo pęcherzy, Ae – pęcherze podłużne,

- B – żużle: Ba – żużel zwarty, Bb – żużel pasmowy, Bc – wtrącenia obcego metalu,
 C – przyklejenia: Ca – brzegowe, Cb – międzywarstwowe,
 D – niewłaściwy przetop: Da – wklęsnięcie grani, Db – brak przetopu,
 E – pęknięcia: Ea – podłużne, Eb – poprzeczne, Ec – promieniowe,
 F – wady powierzchni: Fa – wyciek, Fb – nierówność lica, Fc – podtopienie lica,
 Fd – podtopienie grani.

Przedmiotem normy PN–74/M–69772 jest klasyfikacja wadliwości spawanych złączy doczołowych w zależności od rodzaju, wielkości i nasilenia wad widocznych na radiogramach. Wymiar charakterystyczny wady X oraz względna wielkość wady W pozwala określić stopień wielkości wady

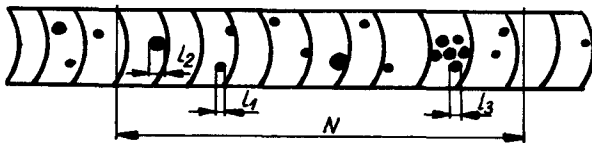
$$W = \frac{X}{t} 100\% \quad (23.4.)$$

gdzie: t – grubość złącza, mm

Norma ustala pięć stopni wielkości wad i oznacza je cyframi od 1 do 5. Nasilenie wad n określane jest przez sumę długości wad danego rodzaju i stopnia wielkości L na odcinku normalnym radiogramu N

$$n = \frac{L}{N} 100\% \quad (23.5.)$$

Przez sumę długości L danych wad należy rozumieć sumę długości obrazów tych wad na odcinku normalnym radiogramu ($L = l_1 + l_2 + l_3 + \dots$) np. na rysunku 23.6.:



Rys. 23.6. Określanie sumy długości pęcherzy

- dla pęcherzy Aa o stopniu wielkości 1 $L = 8l_1$
- dla pęcherzy Aa o stopniu wielkości 3 $L = 2l_2$
- dla gniazda pęcherzy Ad o stopniu wielkości 2 $L = 6l_3$

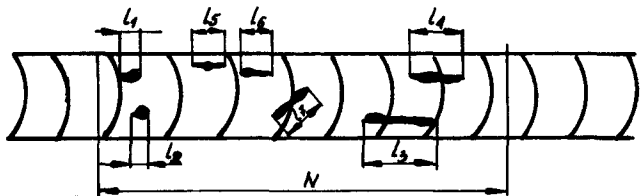
np. dla żużli na rys. 23.7.:

- dla żużli Ba o stopniu wielkości 3

$$L = l_1 + l_2$$

- dla żużli pasmowych Bb o stopniu wielkości 2

$$L = l_3 + l_4$$



Rys. 23.7. Określanie sumy długości żużli

– dla żużli pasmowych Bb o stopniu wielkości 1 $L = I_5 + I_6 + I_7$

Norma ustala również pięć stopni nasilenia wad oznaczając je cyframi od 1 do 5.

Wadę wykrytą przez badania radiograficzne oznacza się symbolem dwuliterowym oraz dwiema cyframi, z których pierwsza oznacza stopień wielkości wady, a druga stopień nasilenia wady, np.: Bb 23 oznacza żużle pasmowe (Bb) o stopniu wielkości 2 i stopniu nasilenia 3.

Wynikiem interpretacji radiogramu jest ocena jakości złącza. Dokonuje się jej ustalając klasę wadliwości. Norma ustala 5 klas wadliwości i oznacza je cyframi od 1 do 5, przy czym klasa 1 oznacza najmniejszą, a klasa 5 największą wadliwość złącza. O klasie złącza spawanego decyduje wada, wg której złącze zostaje zaliczone do najwyższej klasy wadliwości. W przypadku występowania trzech lub więcej rodzajów wad obowiązuje zasada, że każde dwie wady należące do tej samej klasy należy przyjąć za równoważną wadę w kolejnej niższej klasie wadliwości. Przykład takiej wadliwości złącza spawanego przedstawia tablica 23.3.

Tablica 23.3.

Stwierdzone wady na radiogramie	Klasa wadliwości złącza
Ba 12 (1), Ae 11 (1)	1
Ba 12 (1), Ab 11 (1), Ae 11 (1)	2
Aa 12(1), Aa 21(2), Bb 13(3)	3
Aa 13(2), Aa 21(2), Bb 13(3)	4
Aa 21(2), Bb 13(3), Dc 14(4)	5

23.2.8. Przebieg ćwiczenia

A. Cel ćwiczenia

Zapoznanie się z rentgenowską metodą oceny jakości złączy spawanych,

B. Urządzenia i materiały do badań

- stanowisko do rentgenowskich badań defektoskopowych (Liliput 120, Mira),
- radiogramy złączy spawanych,
- negatoskop,
- zestaw Polskich Norm dotyczących badań radiologicznych.

C. Przebieg badań

Zapoznać się z metodyką i techniką kontroli radiologicznej doczołowych złączy spawanych. Przygotować stanowisko do kontroli radiologicznej: przygotować złącze do badań, dobrać błonę rentgenowską, okładki wzmacniające i załadować do kasety, wybrać metodę badań i zestawić na stanowisku, dobrać natężenie i napięcie lampy oraz czas

naświetlania. Gotowość stanowiska zgłosić prowadzącemu.

Uwaga: ćwiczenie wykonujemy przy wyłączonej aparaturze rentgenowskiej

Na dostarczonym radiogramie dokonać identyfikacji wad oraz klasyfikacji złącza wg Polskich Norm. Należy określić: jakość radiogramu, rodzaj wad występujących w spoinie, ich stopień wielkości i stopień nasilenia oraz ustalić klasę wadliwości złącza.

D. Opracowanie wyników i sprawozdania

Sprawozdanie powinno zawierać:

- cel badań, opis przedmiotu badań, spis literatury pomocniczej,
- schemat aparatu rentgenowskiego Liliput 120 lub Mira,
- szkic otrzymanego radiogramu,
- protokół badania radiograficznego wg PN–72/M–69770,
- identyfikację wad wg PN–74/M–69771,
- klasyfikację wadliwości złącza wg PN–74/M–69772,
- wnioski.

Pytania kontrolne

1. Powstawanie promieniowania rentgenowskiego.
2. Własności promieni X i γ .
3. Wzajemne oddziaływanie promieniowania jonizującego z materią.
4. Od czego zależy osłabienie wiązki promieniowania po przejściu przez materię?
5. Zasady kontroli radiologicznej.
6. Udowodnić możliwość wykrycia wady w materiale badanym.
7. Co oznacza pojęcie wykrywalność wad?
8. Co to jest fluoroskopia?
9. Czym różnią się metody radiograficzne od radiometrycznych?
10. Zasada działania aparatu rentgenowskiego Liliput 120.
11. Metodyka badań radiologicznych.
12. Zadanie okładek wzmacniających i ich rodzaje.
13. Jakość obrazu radiograficznego – metody jej określania.
14. Dobór warunków ekspozycji.
15. Typowe wady występujące w złączach spawanych i ich oznakowanie,
16. Stopień wielkości wady.
17. Stopień nasilenia wady.
18. Klasyfikacja wadliwości złączy spawanych.

Literatura

1. Rumiancew S. W. – Defektoskopia radiologiczna, WNT, W-wa 1972

2. Praca zbiorowa — Poradnik spawalnictwa, WNT, W-wa 1978
3. Polska Norma PN—72/M—69770
4. Polska Norma PN—74/M—69771
5. Polska Norma PN—74/M—69772
6. Instrukcja obsługi aparatu rentgenowskiego Liliput 120
7. Heptner H., Stroppe H. — Magnetyczne i indukcyjne badania metali. Wyd. Śląsk, Katowice 1972

23.3. Badania ultradźwiękowe

23.3.1. Własności fal ultradźwiękowych

Ultradźwiękami nazywamy drgania sprężyste o częstotliwościach wyższych od górnej granicy słyszalności ucha ludzkiego, tj. powyżej 16–20 kHz. Drgania te mogą się rozchodzić w ośrodkach gazowych, ciekłych i stałych. Mają one własności podobne do własności fal świetlnych tj. uginania się na przeszkodach, załamania, odbicia, skupiania pod postacią cienkich wiązek. W defektoskopii ultradźwiękowej podstawową rolę odgrywa zjawisko odbijania się fal od wewnętrznych nieciągłości materiału.

Rodzaje fal ultradźwiękowych

W gazach i cieczach, które wykazują jedynie sprężystość objętościową rozchodzą się fale podłużne. Natomiast w ośrodkach stałych, mających sprężystość objętościową i postaciową mogą się rozchodzić również inne rodzaje fal.

1. Fale podłużne (L)

Są to fale, przy których kierunek wychylenia drgających cząstek ośrodka jest zgodny z kierunkiem rozchodzenia się fal. Fale takie mogą się rozchodzić jedynie w ośrodkach przestrzennie nieograniczonych a więc ośrodkach, których wymiary poprzeczne, mierzone w kierunku prostopadłym do kierunku rozchodzenia się fali znacznie przewyższają długość fali. W tabelicy 23.4. podano długości fal podłużnych λ_L o różnych częstotliwościach rozchodzących się w niektórych ośrodkach.

Tablica 23.4.

Długość fal podłużnych λ_L o różnych częstotliwościach
w niektórych ośrodkach [cm]

Ośrodek	Częstotliwość			
	0,5 MHz	1 MHz	2,5 MHz	5 MHz
1	2	3	4	5
Aluminium	1,25	0,63	0,25	0,12
Stal	1,18	0,59	0,23	0,12

1	2	3	4	5
Mosiądz	0,89	0,44	0,18	0,089
Olej min.	0,28	0,14	0,056	0,028
Powietrze	0,069	0,034	0,014	0,0069

2. Fale poprzeczne (T)

Są to fale, w których kierunek wychYLENIA cząstek ośrodka jest prostopadły do kierunku rozchodzenia się fali. Fale poprzeczne mogą się rozchodzić jedynie w ośrodkach przestrzennie nieograniczonych.

3. Fale powierzchniowe (R)

W takiej fali cząstki ośrodka wykonują ruchy zarówno wzdłuż jak i w poprzek kierunku rozchodzenia się fali. Tory cząstek ośrodka tworzą elipsy. Fale powierzchniowe rozchodzą się w ośrodkach ograniczonych w jednym kierunku np. w grubych płytach, przy czym rozchodzą się one tylko wzdłuż powierzchni ośrodka stałego, szybko zanikając w jego głębi. W metalach fala ta zanika praktycznie już na głębokości równej ok. $1,5 \lambda$.

4. Fale Lamba (LT)

Zwane również falami płytowymi. Są to fale powstające w wyniku nałożenia się fal podłużnych i poprzecznych. Rozchodzą się w płytach lub innych ośrodkach ograniczonych równoległymi powierzchniami, np. powłokach.

5. Fale wydłużeń (L_0)

Są to fale podłużne rozchodzące się w ośrodku, którego wymiary w kierunku prostopadłym do kierunku rozchodzenia się fali są porównywalne z jej długością. Mogą się więc one rozchodzić np. w prętach o średnicy porównywalnej z długością fali.

Ruch falowy

Obszar w którym rozchodzą się fale ultradźwiękowe nazywamy polem ultradźwiękowym. Pole to możemy opisać za pomocą wychyleń, prędkości cząstki, ciśnienia względnie naprężenia. Falę rozchodzącą się w kierunku osi x zapisujemy w postaci

$$a = A_0 \sin \left[2 \pi f \left(t - \frac{x}{c} \right) \right] \quad (23.6.)$$

gdzie:

a – chwilowe wychylenie cząstki,

A_0 – amplituda wychylenia,

- f – częstotliwość,
- t – czas,
- x – współrzędna mierzona w kierunku ruchu fali,
- c – prędkość rozchodzenia się fali.

W gazach i cieczach mówimy o falach ciśnienia. Całkowite ciśnienie w ośrodku jest równe sumie ciśnienia atmosferycznego względnie hydrostatycznego i ciśnienia fali ultradźwiękowej. W ciałach stałych mówimy o falach naprężenia.

Dla fali płaskiej biegnącej w jednym kierunku spełniona jest następująca zależność:

$$\frac{\sigma}{V} = \rho \cdot c \quad (23.7.)$$

gdzie:

- σ – naprężenie (w cieczach i gazach ciśnienie)
- V – prędkość cząstki
- ρ – gęstość ośrodka
- c – prędkość fali

Iloczyn $\rho \cdot c$ określa akustyczne właściwości materiałów i nosi nazwę akustycznej oporności falowej (patrz tabl. 23.5.). Gdy fala nie jest płaska względnie, gdy nie biegnie tylko w jednym kierunku, wówczas stosunek naprężenia (ciśnienia) do prędkości cząstki nie jest równy ρc lecz odpowiada pewnej wielkości zespolonej, będącej funkcją wielu parametrów.

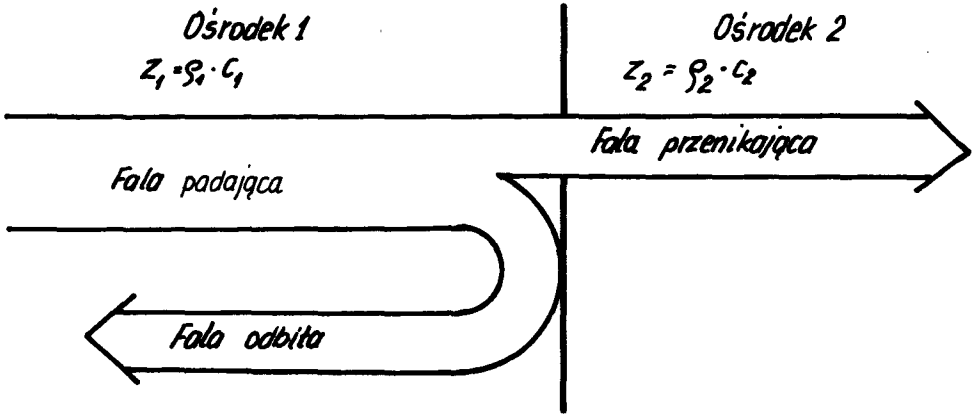
Tablica 23.5.

Charakterystyczne wielkości niektórych ośrodków

Ośrodek	Gęstość ρ [g/cm ³]	Moduł sprężystości wzdłużnej E [N/mm ²]	Współczynnik Poissona ν	Prędkość fali podłużnej C _L [m/s]	Prędkość fali poprzecznej C _T [m/s]
Aluminium	2,7	71000	0,34	6320	3120
Stal	7,8	210000	0,28	5900	3230
Mosiądz	8,1	100500	0,35	4430	2123
Olej min.	0,897	–	–	1425	–
Powietrze	1,2 · 10 ⁻³	–	–	344	–

Odbicie fal ultradźwiękowych

Gdy fala pada na granicę dwóch ośrodków, wówczas zachodzi zjawisko odbicia i przenikania (rys. 23.8.). Część fali odbija się od granicy i wraca w kierunku fali padającej, część natomiast rozchodzi się dalej w następnym ośrodku.



Rys. 23.8. Odbicie i przenikanie fali na granicy dwóch ośrodków

Jeżeli płaska fala pada na granicę dwóch ośrodków prostopadle do płaszczyzny granicznej, wówczas zjawisko to charakteryzują najlepiej współczynniki odbicia k_1 i przenikania q_1 . Współczynniki te określone są wzorami:

$$k_1 = \frac{I \text{ odb.}}{I \text{ pad.}} = \left(\frac{Z_2 - Z_1}{Z_2 + Z_1} \right)^2 \quad (23.8.)$$

$$q_1 = \frac{I \text{ przen.}}{I \text{ pad.}} = \frac{4 Z_1 Z_2}{(Z_1 + Z_2)^2} \quad (23.9.)$$

gdzie:

$I \text{ pad.}$ – natężenie fali padającej,

$I \text{ odb.}$ – natężenie fali odbitej,

$I \text{ przen.}$ – natężenie fali przenikającej,

$Z_1 = \rho_1 \cdot c_1$ – akustyczna oporność falowa pierwszego ośrodka,

$Z_2 = \rho_2 \cdot c_2$ – akustyczna oporność falowa drugiego ośrodka.

W tabl. 23.6. zestawiono współczynniki odbicia dla różnych materiałów obliczone

Tablica 23.6.

Współczynniki odbicia k_1 fali podłużnej padającej prostopadłe na granicę dwóch ośrodków [%]

Ośrodek	Akustyczna oporność falowa $\rho \cdot C_L \times 10^4$ [g/cm ² sek]	Aluminium	Stal	Mosiądz	Olej min.	Powietrze
Aluminium	170	0	21	14	74	100
Stal	456	21	0	1	89	100
Mosiądz	361	14	1	0	87	100
Olej min.	12,8	74	89	87	0	100
Powietrze	0,0041	100	100	100	100	0

ze wzoru (23.8.). Z przedstawionej tablicy wynika, że współczynnik odbicia jest szczególnie duży przy przejściu fali z ośrodka stałego lub z cieczy do gazu lub na odwrót. Tak więc fale ultradźwiękowe rozchodzące się w ciałach stałych lub w cieczach praktycznie nie przenikają do otaczającego ich powietrza.

Załamania fal ultradźwiękowych

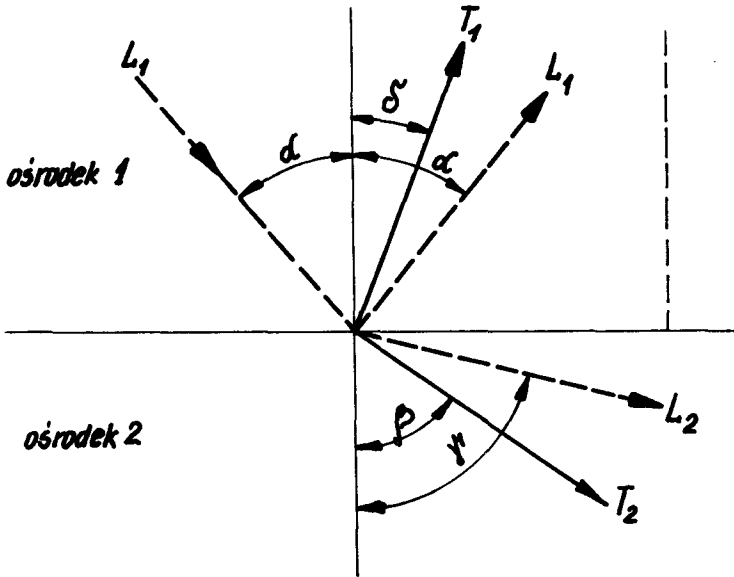
Jeżeli fala podłużna lub poprzeczna pada ukośnie na granicę dwóch ośrodków, wówczas na granicy tej powstają dwa typy fal: podłużna i poprzeczna, które w najogólniejszym przypadku rozchodzą się w obu ośrodkach (rys. 23.9.) Kierunki rozchodzenia się tych fal związane są z ich prędkościami prawem Snelliusa

$$\frac{\sin \alpha}{C_{L_1}} = \frac{\sin \delta}{C_{T_1}} = \frac{\sin \gamma}{C_{L_2}} = \frac{\sin \beta}{C_{T_2}} \quad (23.10.)$$

Jeśli prędkości fal ultradźwiękowych w ośrodku 2 są większe niż w ośrodku 1, wówczas kąty β , γ są większe od odpowiednich kątów δ , α . Zwiększając kąt padania α fali podłużnej L_1 możemy doprowadzić do takiej sytuacji, że kąt γ osiągnie wartość 90° . Jeżeli kąt α jeszcze zwiększymy, wówczas fala L_2 w ogóle nie wniknie do ośrodka 2 i mamy do czynienia z całkowitym wewnętrznym załamaniem fali.

Zjawisko załamania fal ultradźwiękowych wykorzystywane jest do:

- a/ Wytwarzania fal poprzecznych



Rys. 23.9. Załamanie fali padającej ukośnie na granicę dwóch ośrodków

Dobierając odpowiednio kąt α możemy przekształcić falę podłużną L_1 w poprzeczną T_2 i wprowadzić ją do ośrodka 2 pod kątem β .

b/ Wytwarzania fal powierzchniowych

Dobieramy taką wartość kąta α aby $\beta = 90^\circ$, wówczas fala T_2 będzie biegła wzdłuż granicy obu ośrodków. Jeżeli ośrodek 1 odetniemy wzdłuż linii przerywanej, pokazanej na rys. 23.9. z prawej strony, wówczas fala ta będzie się poza tą linią rozchodziła po powierzchni drugiego ośrodka jako fala powierzchniowa.

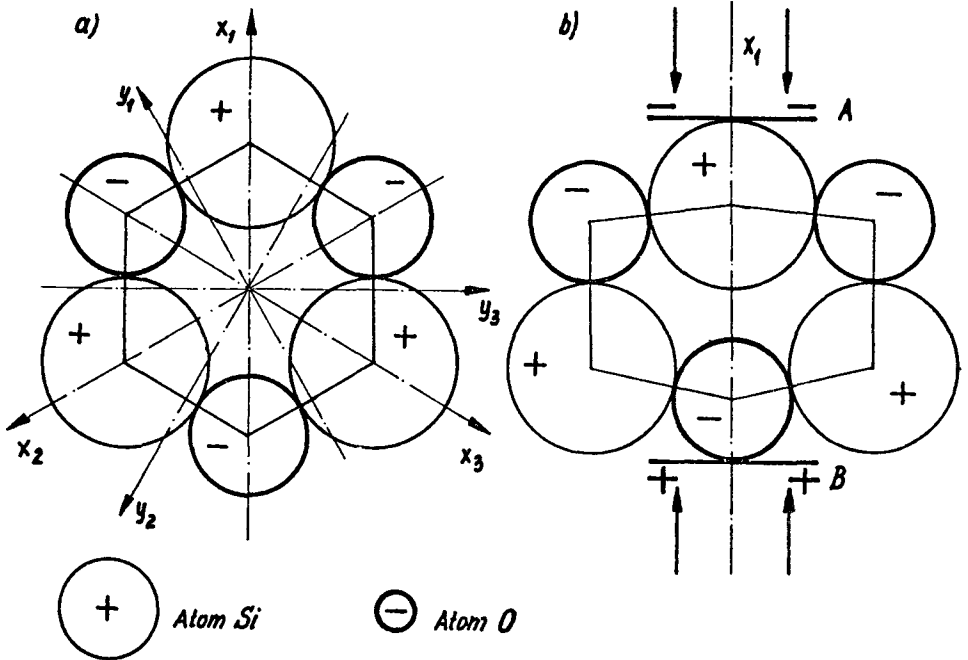
23.3.2. Wytwarzanie fal ultradźwiękowych

Fale ultradźwiękowe wytwarzamy przy pomocy przetworników ultradźwiękowych, które umożliwiają zamianę energii drgań elektrycznych w energię drgań mechanicznych i odwrotnie.

W zakresie drgań ultradźwiękowych stosowane są dwa rodzaje przetworników:

- magnetostrykcyjne, stosowane w zakresie częstotliwości do 100–200 kHz, ponieważ przy wyższych częstotliwościach szybko rosną straty ciepłne,
- piezoelektryczne, stosowane przy wyższych częstotliwościach.

Obecnie stosowane są prawie wyłącznie przetworniki piezoelektryczne. Wykonujemy je z materiałów wykazujących własności piezoelektryczne. Zaliczamy do nich: kwarc SiO_2 , siarczan litu LiSO_4 , tytanian baru BaTiO_3 , cyrkonian ołowiu PbZrO_3 , tytanian ołowiu PbTiO_3 .



Rys. 23.10. Mechanizm zjawiska piezoelektrycznego

Mechanizm zjawiska piezoelektrycznego można wyjaśnić poglądowo na podstawie rys. 23.10. Strukturę krystaliczną kwarcu, którego skład chemiczny określony jest wzorem SiO_2 , można przedstawić jako układ 3 atomów krzemu oraz 6 atomów tlenu. Atomy krzemu mają po 4 dodatnie elektryczne ładunki elementarne, natomiast atomy tlenu po 2 ładunki ujemne. Na rys. 23.10a. przedstawiono uproszczony rozkład atomów. Pod trzema atomami tlenu leżą pozostałe 3 atomy tlenu, których w przedstawionym widoku z góry nie widać. Ładunki elektryczne atomów krzemu i tlenu znoszą się wzajemnie. Jeśli wzdłuż osi X ściśniemy kryształ (rys. 23.10.b), wówczas atom krzemu zostanie wciśnięty między atomy tlenu, a atom tlenu między atomy krzemu. W ten sposób powstaną na okładkach metalicznych AB pokazane tam ładunki elektryczne. I odwrotnie, napięcie przyłożone do okładek AB wytworzy w kryształcie pole elektryczne pod wpływem którego przesuną się atomy tlenu i krzemu, kryształ zatem się odkształci.

Przetworniki ultradźwiękowe mają najczęściej kształt cienkich płytek lub krążków. Przetworniki takie pracują najlepiej przy częstotliwości rezonansowej. Dla płytki o równoległych ścianach rezonans zachodzi wówczas gdy grubość płytki g jest równa wielokrotności połowy długości fali

$$g = n \cdot \frac{\lambda}{2} \tag{23.11.}$$

Zasadnicze wielkości fali ultradźwiękowej związane są ze sobą następującą zależnością

$$c = \lambda \cdot f \quad (23.12.)$$

i wobec tego po podstawieniu $n = 1$, otrzymujemy

$$f = \frac{c}{2g} \quad (23.13.)$$

gdzie:

f – podstawowa częstotliwość rezonansowa

c – prędkość rozchodzenia się fali w materiale przetwornika.

Wyrażając grubość przetwornika w milimetrach otrzymujemy:

$$f = \frac{2,88}{g} \quad [\text{MHz}]$$

– dla przetworników wykonanych z kwarcu przy wytwarzaniu fal podłużnych (cięcie X),

$$f = \frac{1,92}{g} \quad [\text{MHz}]$$

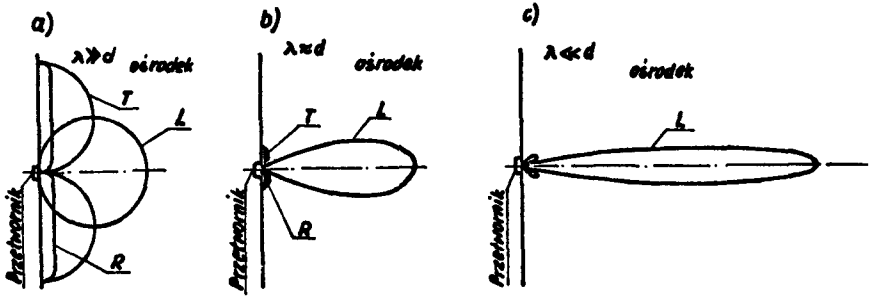
– dla przetworników wykonanych z kwarcu przy wytwarzaniu fal poprzecznych (cięcie Y),

$$f = \frac{2,20}{g} \quad [\text{MHz}]$$

– dla przetworników wykonanych z BaTiO_3 (otrzymujemy tylko fale podłużne)

Jak już uprzednio wspomniano obszar ośrodka, w którym rozchodzą się fale ultradźwiękowe nazywamy polem ultradźwiękowym. Pole ultradźwiękowe, którego kształt jest uzależniony od kształtu i wymiarów przetwornika oraz od długości powstającej fali, dzielimy na dwa obszary różniące się zasadniczo między sobą: pole dalekie i pole bliskie. Granica między tymi polami biegnie w odległości $d^2/4 \lambda$ od przetwornika.

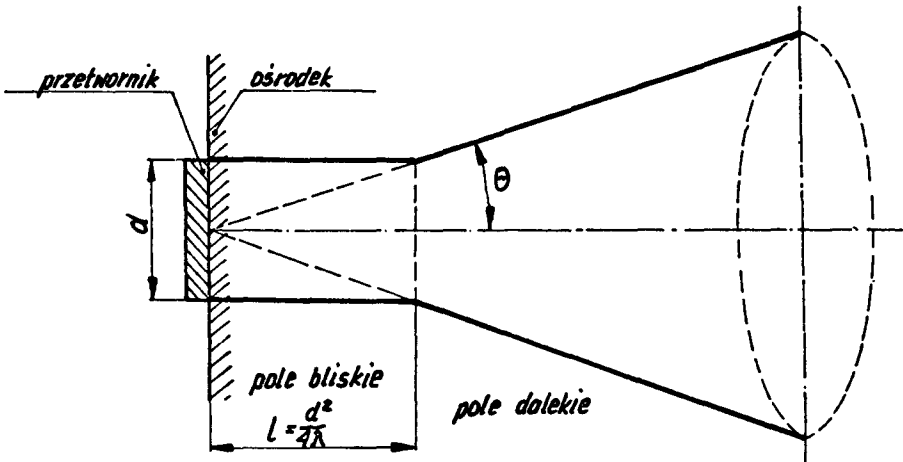
Pole dalekie określone jest przez charakterystykę kierunkowości. Charakterystyka taka jest krzywą narysowaną we współrzędnych biegunowych w ten sposób, że na współrzędnej r poprowadzonej pod kątem θ odkłada się stosunek amplitudy fali wysyłanej przez źródło w danym kierunku do amplitudy fali wysyłanej w kierunku $\theta = 0^\circ$. Charakterystyki kierunkowości są dość proste, gdy przetwornik ultradźwiękowy drga w cieczy, bowiem występuje wtedy wyłącznie fala podłużna. W ośrodkach stałych charakterystyki kierunkowości są bardziej złożone wskutek występowania różnych rodzajów fal (rys. 23.11.). Gdy długość fali przewyższa znacznie średnicę przetwornika ($\lambda \gg d$), wówczas w polu ultradźwiękowym występują fale L, T i R (rys. 23.11.a). Prostopadłe do powierzchni przetwornika powstaje tylko pole fal podłużnych. Pole fal poprzecz-



Rys. 23.11. Przybliżone charakterystyki kierunkowości przetwornika kwarcowego o cięciu X wytwarzającego fale ultradźwiękowe w ośrodku stałym: L – fale podłużne, T – fale poprzeczne, R – fale powierzchniowe

nych przechodzi w pobliżu powierzchni materiału w pole fal powierzchniowych. Na powierzchni materiału występują wyłącznie fale powierzchniowe. Przy $\lambda \approx d$ (rys. 23.11.b) pola fal poprzecznych i powierzchniowych zanikają względem pola fal podłużnych. Gdy $\lambda \leq d$ (rys. 23.11.c), wówczas zupełnie zanika pole fali poprzecznej i powierzchniowej, natomiast pole fali podłużnej stopniowo się wydłuża. W polu dalekim amplituda fali maleje odwrotnie proporcjonalnie do odległości rozpatrywanego punktu od źródła. Natężenie fali maleje wówczas odwrotnie proporcjonalnie do kwadratu odległości, co odpowiada rozprzestrzenianiu się energii w stożku o kącie rozbieżności θ (rys. 23.12.). Kąt ten najczęściej wyznaczamy z wzoru:

$$\sin \theta = 1,22 \cdot \frac{\lambda}{d} \quad (23.14.)$$



Rys. 23.12. Pole bliskie i dalekie

Inaczej przebiegają zjawiska w polu bliskim. W polu tym natężenie wytworzonych przez przetwornik fal nie jest stałe: zmienia się ono z miejsca do miejsca dając szereg minimów i maksimów rozłożonych wzdłuż i w poprzek wiązki.

Pole ultradźwiękowe wytworzone przez przetwornik w kształcie krążka o średnicy d możemy przedstawić schematycznie tak, jak to pokazuje rysunek 23.12. Pole bliskie ma kształt walca o średnicy d i w odległości równej $d^2/4 \lambda$ przechodzi w stożek o wierzchołku położonym w środku przetwornika i kącie rozwarcia θ .

23.3.3. Metody defektoskopowych badań ultradźwiękowych

Ultradźwiękowe metody wykrywania nieciągłości materiałów dzielimy na:

- a/ metodę echa,
- b/ metodę cienia zwaną metodą przepuszczania,
- c/ metodę rezonansu.

Podział taki ma uzasadnienie praktyczne ze względu na stosowaną aparaturę i na różne możliwości wykrywania wad tymi metodami. Każda z tych metod może być realizowana sposobem kontaktowym lub zanurzeniowym. O sposobie kontaktowym mówimy wówczas gdy głowica ultradźwiękowa z wbudowanym przetwornikiem oddzielona jest od badanego przedmiotu tylko cienką warstewką substancji sprzęgającej, natomiast w przypadku sposobu zanurzeniowego badany element jest całkowicie zanurzony w cieczy.

Metoda echa

Metoda echa polega na wytworzeniu i wprowadzeniu do badanego materiału impulsów fal ultradźwiękowych oraz ich odbiorze po odbiciu od wady materiałowej lub od powierzchni ograniczającej. Wada materiałowa jest obszarem o akustycznej oporności falowej różniącej się na ogół znacznie od akustycznej oporności falowej badanego materiału. Jeśli zatem stwierdzimy, że w badanym materiale występuje zjawisko odbicia fal, możemy wnioskować o występowaniu nieciągłości.

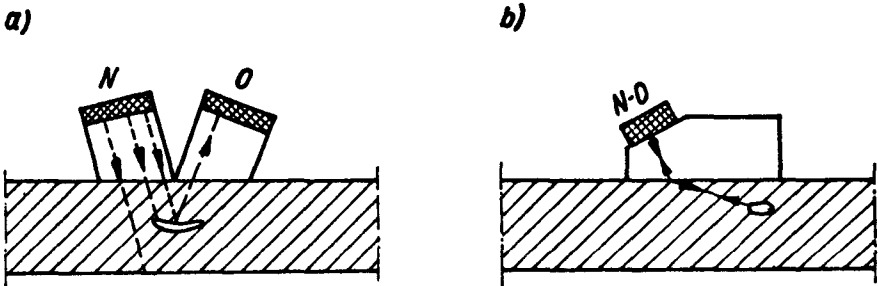
W defektoskopie ultradźwiękowym (rys. 23.13.) nadawanie impulsów fal odbywa się przy pomocy głowicy, która wytwarza krótki sygnał, składający się z kilku drgań o określonej częstotliwości. Czas trwania tego sygnału, zwany szerokością impulsu, wynosi od kilku do kilkunastu mikrosekund. Wytworzona przez głowicę fala ultradźwiękowa rozchodzi się w badanym materiale, odbija od wad lub powierzchni ograniczających przedmiotu i powraca do przetwornika, który zamienia ją na impulsy elektryczne. Impulsy te po wzmacnieniu doprowadzane są na płytki odchylenia pionowego lampy oscyloskopowej. Jednocześnie z nadawanym impulsem ultradźwiękowym zostaje wyzwolona podstawa czasu lampy oscyloskopowej i wobec tego w momencie odbioru przez głowicę impulsu odbitego od wady plamka podstawy czasu znajduje się w określonym miejscu i zostaje w tym miejscu odchylna do góry. Otrzymane odchylenie plamki, mające postać wyraźnego piku, nazywamy echem wady lub echem powierzchni ograniczającej (rys. 23.13.). Nadawanie impulsu ultradźwiękowego jest powtarzane np. kilkaset razy w ciągu

gdzie:

l_x, l stal – długość poziomego odcinka znacznika odległości odpowiednio dla badanego materiału i stali,

C_x, C stal – prędkości fali ultradźwiękowej odpowiednio w badanym materiale i stali.

W badaniach metodą echa istnieje możliwość stosowania jednej głowicy nadawczo-odbiorczej lub dwóch niezależnych głowic nadawczej i odbiorczej. Przy stosowaniu głowicy pojedynczej występuje tzw. strefa martwa spowodowana faktem, że proces nadawania sygnału ultradźwiękowego trwa pewien czas, czyli sygnał posiada pewną szerokość. Jeżeli w czasie nadawania tego sygnału dotrze do głowicy fala odbita od wady umieszczonej dość blisko powierzchni badanego przedmiotu, wówczas echa wady nie uda się odróżnić od nadawanego impulsu, bowiem ten ostatni jest zawsze znacznie większy od echa wady. Zasięg strefy martwej można orientacyjnie ocenić wartością iloczynu czasu trwania impulsu nadawanego i prędkości rozchodzenia się fali ultradźwiękowej w badanym materiale. Strefa martwa może być zlikwidowana przez zastosowanie dwóch oddzielnych głowic nadawczej i odbiorczej, nachylonych względem siebie (rys. 23.14.a) lub przez zastosowanie osłony skośnej przetwornika nadawczo-odbiorczego na fale poprzeczne (rys. 23.14.b).



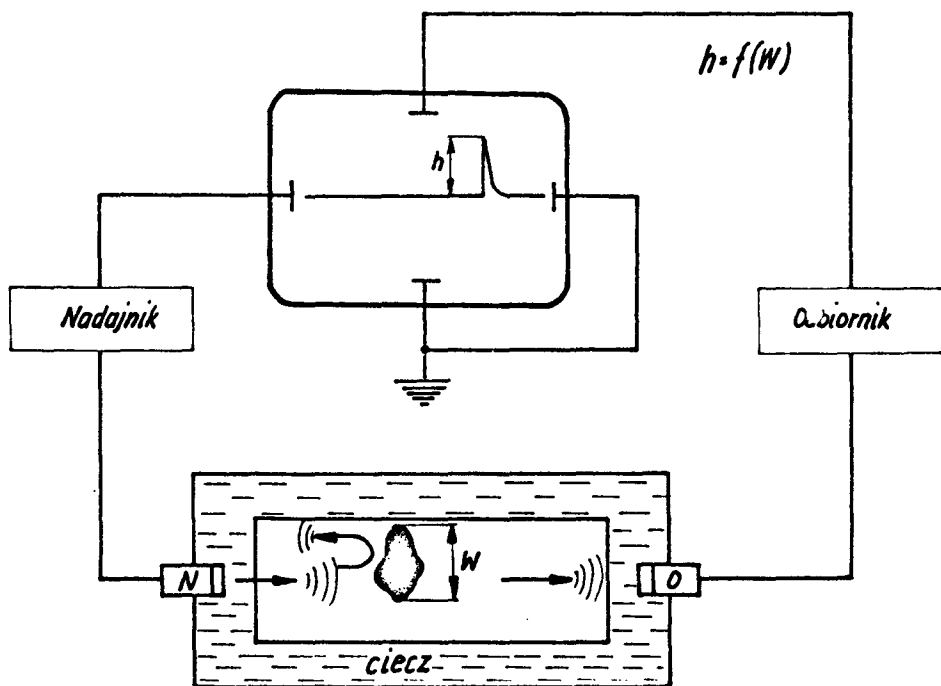
Rys. 23.14. Eliminowanie strefy martwej w metodzie echa: a/ przy pomocy dwóch oddzielnych nieco nachylonych przetworników; nadawczego i odbiorczego, b/ przy pomocy osłony skośnej przetwornika nadawczo-odbiorczego na fale poprzeczne

Dużą zaletą metody echa jest duża czułość, pozwalająca na wykrywanie bardzo małych wad nawet w dużych obiektach. W przypadku tylko jednostronnego dostępu do badanego elementu jest to praktycznie jedyna metoda możliwa do zastosowania. Warunkiem koniecznym skuteczności tej metody jest drobne ziarno badanego materiału, znacznie mniejsze od poszukiwanych wad. Wadą metody echa jest jej rozdzielczość ograniczona szerokością nadawanego impulsu, co utrudnia zastosowanie tej metody do badania małych elementów.

Metoda cienia

Metoda cienia, zwana również metodą przepuszczania, polega na wprowadzeniu fal

ultradźwiękowych z jednej strony badanego przedmiotu i na odbieraniu ich z drugiej strony po przejściu przez ten przedmiot. Każda wada materiałowa odbija fale ultradźwiękowe, tworząc za sobą jak gdyby cień, co powoduje osłabienie natężenia fal przechodzących przez obszar z wadą. W metodzie tej stosuje się dwie oddzielne głowice, z których jedna jest nadawczą, natomiast druga odbiorczą (rys. 23.15.).



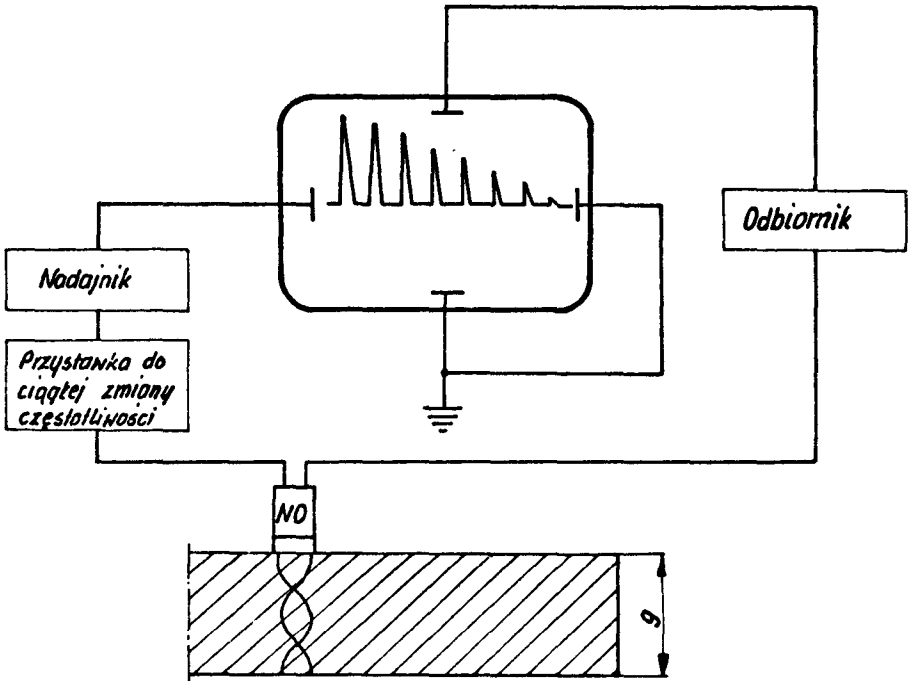
Rys. 23.15. Schematyczne przedstawienie metody cienia

Sygnaty powstające w głowicy odbiorczej są doprowadzane albo do elektrod lampy oscyloskopowej albo też do wskaźnika wychyłowego. O obecności wady w badanym przedmiocie wnioskujemy na podstawie zmniejszenia sygnału odbieranego przez głowicę odbiorczą. Wadą metody cienia jest niewątpliwie, w porównaniu z metodą echa, konieczność dwustronnego dostępu do powierzchni badanego elementu oraz konieczność umieszczenia głowic dokładnie naprzeciw siebie co znacznie utrudnia badania. Prócz tego metodą cienia nie można ustalić, w jakiej odległości od głowicy znajduje się wada. Najmniejsze wady, jakie mogą być wykryte metodą cienia, nie są mniejsze niż w przypadku metody echa, ale wykrywanie ich jest możliwe tylko w cienkich warstwach materiału o grubości rzędu kilku milimetrów. Jest to spowodowane uginaniem się fal ultradźwiękowych za wadą, której cień ultradźwiękowy ma kształt stożka i zanika w pewnej odległości od wady. Metoda cienia ma jednak zalety, które w pewnych przypadkach decydują o jej zastosowaniu. Przy metodzie tej nie ma często dolnego ograniczenia grubości bada-

nego materiału, co umożliwia badanie rozwarstwień w cienkich blachach. Dużą zaletą metody cienia jest to, że umożliwia badanie materiałów o gruboziarnistej strukturze oraz materiałów o nierównej powierzchni, w których silne odbijanie fal ultradźwiękowych na granicach ziarn lub nierówności uniemożliwia otrzymanie obrazu odbicia od wady przy metodzie echa.

Metoda rezonansu

Metoda rezonansu oparta jest podobnie jak metoda echa na zjawisku odbicia fal ultradźwiękowych od wady materiałowej lub powierzchni ograniczającej, jednak podczas gdy w impulsowej metodzie echa odbicie od wady obserwuje się oddzielnie od obrazu fal wysyłanych, to w metodzie rezonansu ma miejsce nakładanie się na siebie fal padających i odbitych. Jeżeli fala wysyłana jest zgodna w fazie z falą odbitą od wady lub powierzchni ograniczającej, wówczas wytwarza się fala stojąca i obserwujemy rezonans (patrz wzór 23.11.). Zjawisko rezonansu możemy wykorzystać do pomiaru grubości warstwy, w której zachodzi rezonans (rys. 23.16.), co pozwala np. określić grubość materiału jednostronnie dostępnego lub odległość rozwarstwienia od powierzchni materiału.



Rys. 23.16. Schematyczne przedstawienie metody rezonansu

W celu obliczenia odległości wady od powierzchni materiału lub jego grubości na-

leży znać prędkość c rozchodzenia się w nim fal ultradźwiękowych oraz należy zmierzyć częstotliwość drgań, dla których zachodzi rezonans. Jeżeli przy pomiarach grubości materiału posługujemy się dwoma dowolnymi częstotliwościami f_1 i f_2 , między którymi zawarty jest k rezonansów, wówczas

$$g = k \cdot \frac{c}{2(f_2 - f_1)} \quad (23.16.)$$

Z przedstawionego wzoru wynika, że im większa jest grubość materiału g , tym więcej występuje rezonansów w określonym przedziale częstotliwości.

Metodą rezonansu można również wykrywać rozwarstwienia, braki przyczepności w połączeniach lutowanych, platerowanych i klejonych a także występowanie korozji.

23.3.4. Głowice ultradźwiękowe i dobór częstotliwości drgań

Skuteczność wykrywania wad metodami ultradźwiękowymi zależy w dużym stopniu od konstrukcji i wyboru odpowiedniego rodzaju głowicy. Ze względu na wielkość kąta, pod którym wprowadzamy wiązkę fal ultradźwiękowych do badanego materiału różniamy dwa podstawowe rodzaje głowic ultradźwiękowych: głowice normalne i głowice skośne. Głowice normalne są głowicami uniwersalnymi, wytwarzającymi fale podłużne wprowadzane prostopadle do powierzchni badanego materiału. Mogą być one używane jako głowice nadawczo-odbiorcze albo jako niezależne głowice nadawcze i odbiorcze. Budowane są głowice normalne wytwarzające fale ultradźwiękowe o różnych częstotliwościach, np. defektoskop typu Dur-20 wyposażony jest w głowice normalne wytwarzające fale podłużne o częstotliwościach: 0,8; 1,5; 2; 3; 6; 8; 10 MHz, przy czym często głowice wytwarzające fale ultradźwiękowe o tej samej częstotliwości mogą mieć przetworniki o różnych średnicach. Stosowanie dużej powierzchni przetwornika powoduje zmniejszenia kąta rozbieżności wysyłanej wiązki fal (patrz wzór 23.14.) oraz zwiększa moc odbieraną przez głowicę odbiorczą. Przetworniki o dużej powierzchni należy stosować szczególnie w tych przypadkach, gdy wskutek stosowania małej częstotliwości rozbieżność stosowanej wiązki jest duża.

Głowice skośne służą do wytwarzania fal poprzecznych wprowadzanych pod różnymi kątami do badanych materiałów. Głowica taka w porównaniu z głowicą normalną różni się w zasadzie jedynie klinową nasadką wykonaną najczęściej z polimetakrylanu metylu. Głowice skośne wykonywane są dla różnych częstotliwości fal poprzecznych oraz o różnych kątach załamania fali, np. dla stali – 30° , 40° , 50° , 60° , 70° , 80° . Podczas badań przy pomocy głowic skośnych należy pamiętać, że zmienia się odległość wskazywana przez znaczniki na ekranie lampy oscyloskopowej, ponieważ prędkość fal poprzecznych jest około dwa razy mniejsza od prędkości fal podłużnych (tabl. 23.5.)

Dla materiałów innych niż stal zmianie ulega również kąt załamania β wiązki wprowadzanej do badanego materiału (patrz wzór 23.10.) Głowice skośne znajdują zastosowanie przy wykrywaniu wad w połączeniach spawanych, blachach oraz w miejscach trudno dostępnych.

Przy wyborze głowicy do badań defektoskopowych istotną rolę odgrywa częstotliwość fal ultradźwiękowych. Ze wzrostem stosowanej częstotliwości maleje długość fali w badanym ośrodku dzięki czemu wzrasta możliwość wykrywania wad. Na ogół przyjmuje się, że przy pomocy metody echa można wykryć wady, których wymiar jest równy co najmniej połowie długości fali. Wpływowi temu przeciwstawia się tłumienie fal ultradźwiękowych w badanym ośrodku, które wzrasta ze wzrostem częstotliwości szczególnie szybko, gdy długość powstającej fali zbliża się do wielkości ziarna. Z tego względu dla materiałów o strukturze gruboziarnistej i chropowatej powierzchni należy wybierać mniejsze częstotliwości fal. Orientację w zakresach częstotliwości fal ultradźwiękowych stosowanych w badaniach defektoskopowych umożliwia tablica 23.7.



Tablica 23.7.

Zakres częstotliwości fal ultradźwiękowych stosowanych w badaniach defektoskopowych

Częstotliwość [MHz]	Materiał
0,025–0,5	beton, drewno, skały, materiały o gruboziarnistej strukturze
0,2–4	miedź, stal austenityczna, żeliwo
0,2–2	tworzywa sztuczne, materiały proszkowane, bazalt, laminaty
1–5	wyroby walcowane
2–10	wyroby prasowane
1–10	odkuwki, szkło, ceramika
2–6	połączenia spawane

Zgodnie z normą PN–77/M–70055 stosowane w badaniach głowice winny być opisane z podaniem ustalonej charakterystyki. I tak należy kolejno podawać:

- częstotliwość wytwarzanych fal ultradźwiękowych (w MHz),
- rodzaj fal (L – podłużne, T – poprzeczne, R – powierzchniowe),
- kąt załamania w stopniach,
- wymiary przetwornika w milimetrach,
- rodzaj przetwornika (C – ceramiczny, K – kwarcowy).

Np. symbol $2l \cap^0 - 16C$ oznacza głowicę wytwarzającą fale podłużne o częstotliwości 2 MHz, kącie załamania 0° , zaopatrzoną w przetwornik ceramiczny o średnicy 16mm. Miejsce wprowadzenia fal ultradźwiękowych zaznacza się symbolem , przy którym dodatkowo podaje się oznaczenia głowic, np. , zawierające częstotliwość i rodzaj fal oraz kąt załamania.

Poza powyższymi oznaczeniami i symbolami są stosowane szczególnie przez producentów pewne inne symbole ogólne. I tak np. ZZG "Inco" i Spółdzielnia Pracy "Radiotechnika" znakują głowice następującymi symbolami:

- pierwsza litera: G – głowica, O – osłona,
- druga litera podaje rodzaj głowicy: N – normalna, S – skośna,
- trzecia litera podaje rodzaj wytwarzanych fal ultradźwiękowych: L – fale podłużne, T – fale poprzeczne, Z – zmienne rodzaje fal.

Dalsze symbole oznaczają kolejny typ konstrukcji i kąt wprowadzenia wiązki fal ultradźwiękowych do stali. Tak więc głowica fal podłużnych ma zawsze symbol GNL, podobnie jak głowica fal poprzecznych symbol GST (osłona–OST).

23.3.5. Badanie złączy spawanych

Badania połączeń spawanych stanowią odrębne zagadnienie w defektoskopii ultradźwiękowej. Możliwość określenia rodzaju wady na podstawie obrazu oscyloskopowego a w szczególności jej położenia i wielkości zależy w dużej mierze od doświadczenia pracownika wykonującego badanie. Do badań złączy spawanych używa się z reguły fal poprzecznych wprowadzanych skośnie do badanego materiału. Najczęściej stosujemy metodę echa z jedną głowicą nadawczo-odbiorczą (rys. 23.17.). Pewną odmianą tego sposobu jest praca dwoma oddzielnymi głowicami nadawczą i odbiorczą, dzięki czemu eliminujemy strefę martwą.

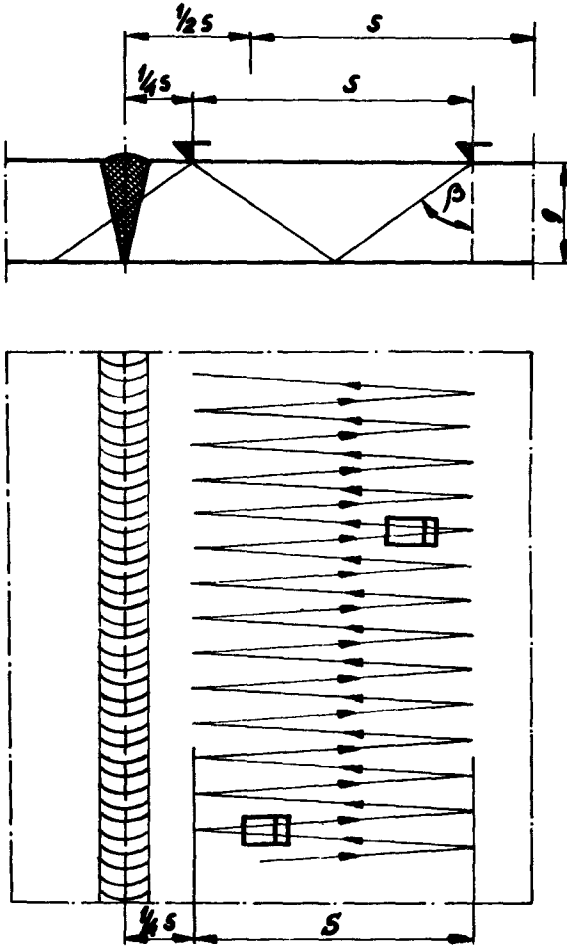
W celu zbadania całego przekroju spoiny, należy zmieniać położenie głowicy skośnej w obszarze ograniczonym przez dwie linie równoległe do osi spoiny, położone w odległości $1/4 S$ i $5/4 S$ od tej osi. Wielkość S oznacza tzw. skok głowicy skośnej:

$$S = 2g \cdot \operatorname{tg} \beta \quad (23.17.)$$

gdzie:

- g – grubość blachy,
- β – kąt załamania fali.

Jeżeli wielkość głowicy nie pozwala na takie zbliżenie jej do spoiny, ażeby środek wiązki fal przechodził przez środek spoiny, to odległość obu równoległych linii można powiększyć do $1/2 S$ i $3/2 S$ (rys. 23.17.). W tak wyznaczonym obszarze przesuwu głowicę prowadzi się ruchem zygzakowatym. Przy przesuwaniu głowicy między zaznaczonymi liniami równoległymi fala ultradźwiękowa przechodzi dwukrotnie przez cały przekrój spoiny. Jeżeli fala pada bezpośrednio na wadę bez odbicia od powierzchni blachy,



Rys. 23.17. Przykład badania złącza spawanego falą poprzeczną za pomocą jednej głowicy nadawczo-odbiorczej

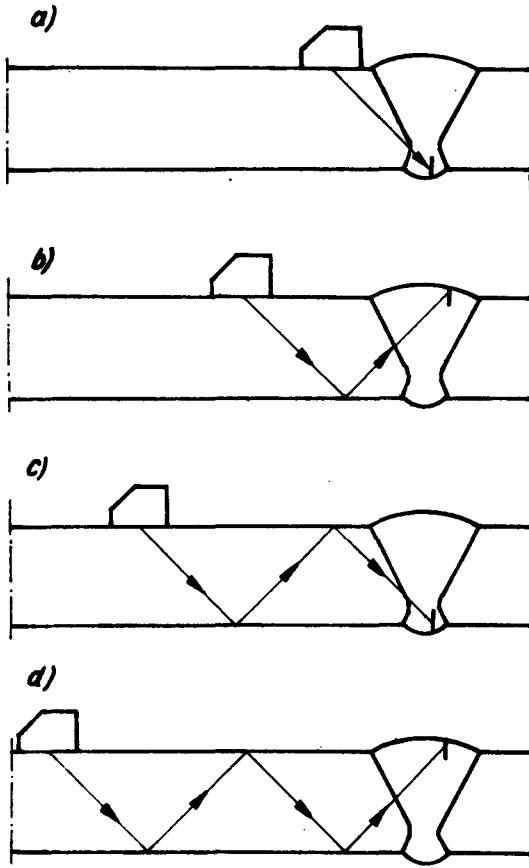
wówczas mówimy o wykrywaniu wad falą bezpośrednią. Jeżeli natomiast fala ultradźwiękowa dociera do wady po jednokrotnym, dwukrotnym, trzykrotnym itd. odbiciu od powierzchni blachy, wówczas mówimy o wykrywaniu wad falą odbitą jedno-, dwu-, trzykrotnie (rys. 23.18.). Kąt załamania fali poprzecznej dobieramy w zależności od grubości spoiny (tab. 23.8.).

O rodzaju wad występujących w złączach spawanych można wnioskować na podstawie kształtu impulsu oraz zmiany jego wielkości przy obrocie głowicy dookoła wady: przy wadach płaskich (C, Da, Db, E, Fc według PN-74/M-69771) echo jest wąskie i zanika przy obrocie, natomiast w przypadku wad przestrzennych (Aa, Ab, Ba, Bd) echo jest bardziej postrzępione i nie zanika tak szybko przy obrocie.

Tablica 23.8.

Wartości kątów załamania głowic skośnych stosowanych do badań spoin

Grubość blachy g [mm]	Kąt załamania β [stop]
do 15 mm	70°–80°
15–30	60°–70°
30–50	45°–60°
ponad 50 mm	35°–45°



Rys. 23.18. Badanie spoin fałą: a/ bezpośrednią, b/ odbitą jednokrotnie, c/ odbitą dwukrotnie, d/ odbitą trzykrotnie

23.3.6. Przebieg ćwiczenia

A. Cel ćwiczenia

Praktyczne zapoznanie się z metodami defektoskopowych badań ultradźwiękowych i zakresem ich stosowania.

B. Urządzenia i materiały do badań

Przedmiotem badań są następujące elementy: doczołowe złącze spawane, wał wy-

korbyony, blok stalowy z wadami sztucznymi, blok aluminiowy z wadami naturalnymi, odcinki rur o różnych grubościach ścianek. Do wykonania ćwiczenia niezbędne są następujące urządzenia i materiały pomocnicze:

- defektoskop ultradźwiękowy typu DUR–20 lub DI–22,
- zestaw głowic ultradźwiękowych normalnych i skośnych,
- grubościomierz ultradźwiękowy typ 545 H z odczytem cyfrowym,
- instrukcje obsługi w/w aparatury,
- olej wrzecionowy, suwmiarka, przymiar milimetryowy,
- próbki wzorcowe wykonane z różnych materiałów do kalibrowania podstawy czasu.

C. Przebieg badań

Podczas wykonywania ćwiczenia studenci realizują jeden z niżej wymienionych wariantów badań:

1. Wykrywanie wad w złączy spawanym przy pomocy głowicy skośnej.
2. Wykrywanie wad metodą echa jedną głowicą nadawczo-odbiorczą.
3. Wykrywanie wad metodą cienia przy pomocy dwóch niezależnych głowic nadawczej i odbiorczej.
4. Wykrywanie rozwarstwień w blachach oraz pomiar grubości elementów stalowych jednostronnie dostępnych.

Przydziału obiektu badań dokonuje prowadzący zajęcia. Przed przystąpieniem do badań należy zapoznać się z budową, zasadą działania oraz warunkami bezpiecznej obsługi aparatury ultradźwiękowej. Przy wyborze głowicy należy kierować się rodzajem i kształtem badanego przedmiotu oraz rodzajem wad, które należy wykryć. Uruchomienie defektoskopu i podłączenie głowic odbywa się pod kierunkiem prowadzącego ćwiczenia lub pracownika inż.-technicznego. Regulację defektoskopu należy prowadzić zgodnie z zaleceniami podanymi w instrukcji obsługi.

Uwaga: przed przystąpieniem do pracy defektoskop należy koniecznie uziemić.

Powierzchnia badanego przedmiotu, do której przykładamy przetwornik, winna być dokładnie oczyszczona i pokryta warstewką cieczy (np. olejem). Zasięg pomiarowy defektoskopu dobieramy w zależności od wymiarów badanego elementu. W metodzie echa impuls nadany (rys. 23.13.) powinien być widoczny na skrajnej lewej działce, a impuls odbity od dna na skrajnej prawej działce płytki z naniesioną skalą. Przesuwając głowicę po powierzchni badanej próbki należy obserwować położenie pojawiających się impulsów. Na podstawie uzyskanego oscylogramu oraz wyskalowanych dla badanego materiału znaczników odległości możemy dokładnie określić położenie wady i oszacować jej wielkość.

W metodzie cienia głowice przykładamy z dwóch stron badanej próbki i ustalamy wysokość impulsu dla materiału bez wad. Przesuwając jednocześnie obie głowice po powierzchniach próbki (zachowując cały czas współosiowość ustawienia głowic) obserwujemy wysokość odbieranego impulsu. Brak wad uwidacznia się na ekranie lampy oscylo-

skopowej niezmienioną wysokością impulsu. Zmniejszenie się impulsu świadczy o obecności wady. Zanik impulsu świadczy o całkowitym odbiciu fal ultradźwiękowych od wady tj. o występowaniu bardzo dużej wady.

W przypadku wykrywania wad w złączu spawanym przy pomocy głowicy skośnej ogólne zasady, pozwalające na orientację co do rodzaju wady, są następujące:

- duża amplituda odbitego sygnału: brak przetopu, pęknięcia,
- mała amplituda odbitego sygnału: pęcherze, żuźle.

Przy obrocie głowicy wokół wady wziętej za środek obrotu:

- gwałtowny zanik echa wady świadczy o braku przetopu, względnie o pęknięciu (prostym i długim),
- echo nie zanika przy obrocie w przypadku pęcherzy kulistych,
- echo wykazuje szereg maksimów w przypadku wtrąceń żuźlowych.

D. Opracowanie wyników i sprawozdania

Sprawozdanie z badań powinno zawierać następujące punkty:

- cel badań, opis przedmiotu badań, spis literatury pomocniczej,
- schemat sposobu badania,
- dane dotyczące stosowanej aparatury: częstotliwość i rodzaj fal, kąt załamania, wymiary i rodzaj przetwornika, kąt rozbieżności wiązki, szerokość impulsu, strefa martwa.
- oscylogramy wykrytych wad oraz pomiary głębokości ich zalegania,
- opis wyników badania ze szkicem pokazującym miejsca wadliwe obiektu,
- wnioski odnośnie możliwości i ograniczeń zastosowanej metody oraz skuteczności wykrywania wad metodami ultradźwiękowymi.

Pytania kontrolne

1. Własności fal ultradźwiękowych.
2. Fale podłużne, poprzeczne i powierzchniowe.
3. Rozchodzenie się fal ultradźwiękowych w ciałach stałych: odbicie, załamanie i ugięcie fal.
4. Jak wykorzystujemy zjawisko załamania fali?
5. Od czego zależy akustyczna oporność falowa ośrodka?
6. Zjawisko piezoelektryczne i jego wykorzystanie do wytwarzania fal ultradźwiękowych.
7. Pole dalekie i bliskie.
8. Metody wykrywania nieciągłości materiałów.
9. Budowa i zasada działania defektoskopu ultradźwiękowego.
10. Metoda echa.
11. Ograniczenia metody cienia.

12. Pomiar grubości elementów jednostronnie dostępnych.
13. Jak eliminujemy strefę martwą w metodzie echa?
14. Jakie są zasady doboru głowic ultradźwiękowych?
15. Od czego zależy wykrywalność wad w metodzie echa?
16. Badanie złączy spawanych.

Literatura

1. Filipczyński L., Pawłowski Z., Wehr J. – Ultradźwiękowe metody badań materiałów, WNT, Warszawa 1963
2. Senczyk D. – Defektoskopia i kontrola techniczna. Wyd. Politechniki Poznańskiej, Poznań, 1976
3. Polska Norma PN–77/M–70055
4. Instrukcja obsługi defektoskopu DUR–20, DI–22 oraz grubościomierza 545H

Wzór sprawozdania z badań – strona tytułowa

Politechnika Lubelska Wydział Mechaniczny i Organizacji	Protokół badań mikroskopowych	Student:	
		Grupa:	Data wykonania:
LABORATORIUM MATERIAŁOZNAWSTWA		Data i podpis:	Oceny:

I. Przedmiot badań: (krótki opis materiału doświadczalnego, przeprowadzonych procesów technologicznych itp.)

II. Cel badań:

III. Literatura, instrukcje, normy, tablice, inne:

IV. Przygotowanie preparatu:

1. sposoby i miejsca pobrania (szkic i oznaczenia)

Wzór sprawozdania z badań – str. 2.

2. sposób przygotowania (np. rodzaj szlifowania, polerowania powierzchni próbek, wyniki wstępnych obserwacji mikroskopowych)

3. wybór odczynników do trawienia (rodzaj, skład, sposób trawienia)

V. Badania mikroskopowe:

1. aparatura (ideowy schemat biegu promieni, rodzaj mikroskopu)

2. dobór powiększeń (pow. obiektywu i okularu), sposobu oświetlenia itp.

Wzór sprawozdania z badań — str. 3.

VI. Wyniki badań: (rysunki lub zdjęcia mikrostruktur z podaniem rodzaju i stanu materiału, powiększeniem, sposobem trawienia, jakościowym i ilościowym opisem występujących faz i składników mikrostrukturalnych)

Rys. (fot.) 1 Nr próbki

Pow.

Trawiono

Opis mikrostruktury

.....

.....

.....

Rys. (fot.) 2 Nr próbki

Pow.

Trawiono

Opis mikrostruktury

.....

.....

.....

Rys. (fot.) 3 Nr próbki

Opis mikrostruktury

.....

.....

.....

Pow.

Trawiono

Rys. (fot.) 4 Nr próbki

Opis mikrostruktury

.....

.....

.....

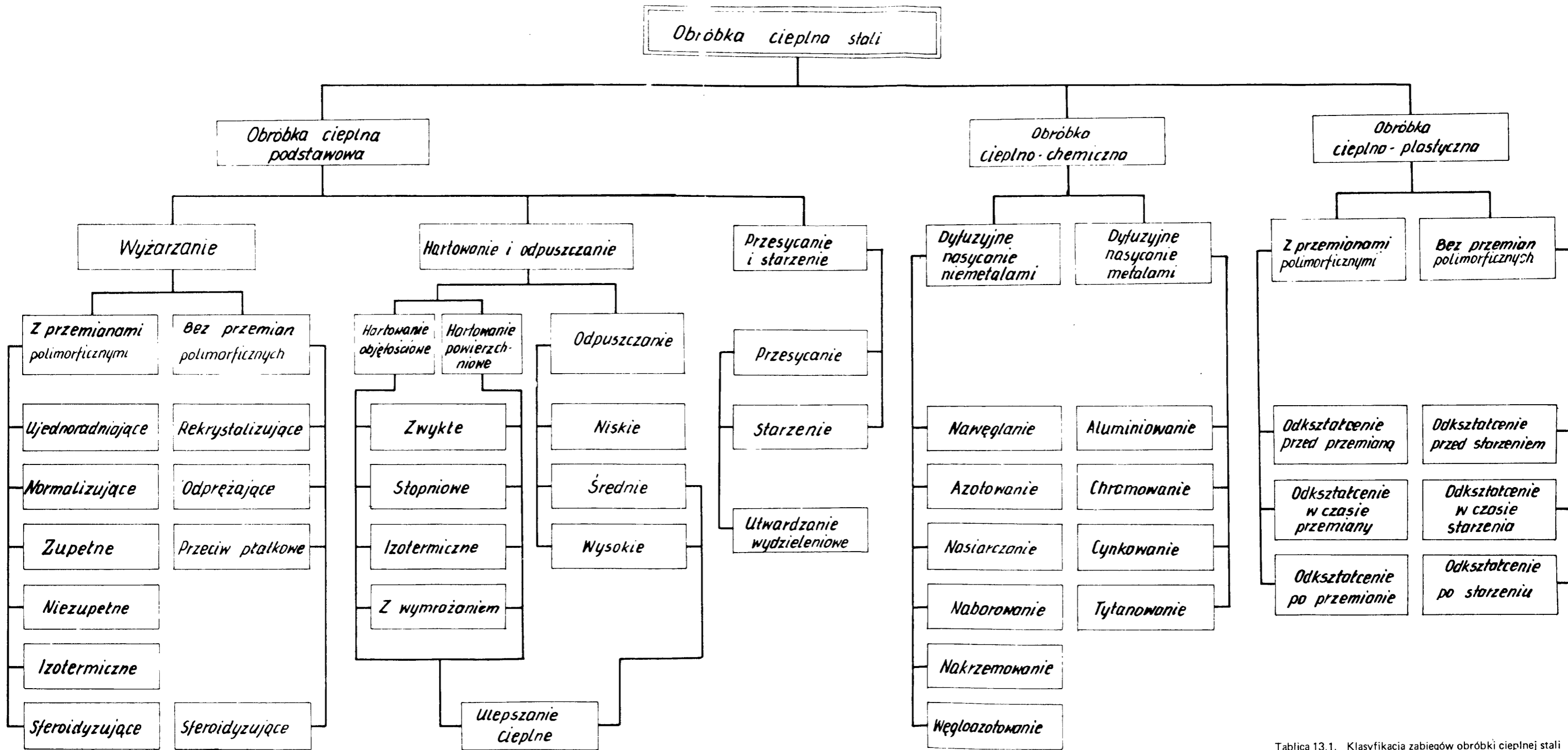
Pow.

Trawiono



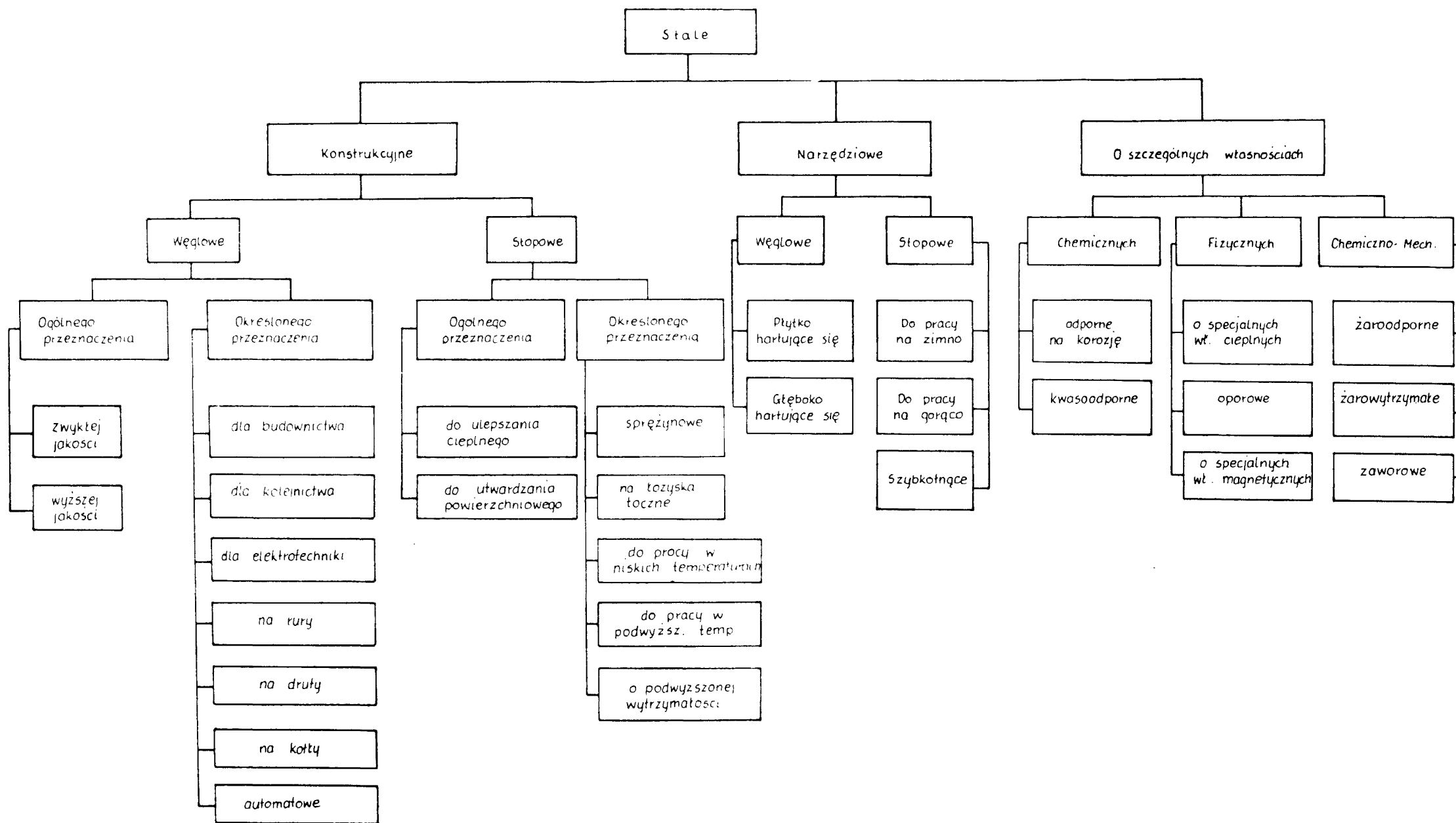
Wzór sprawozdania z badań – str. 4.

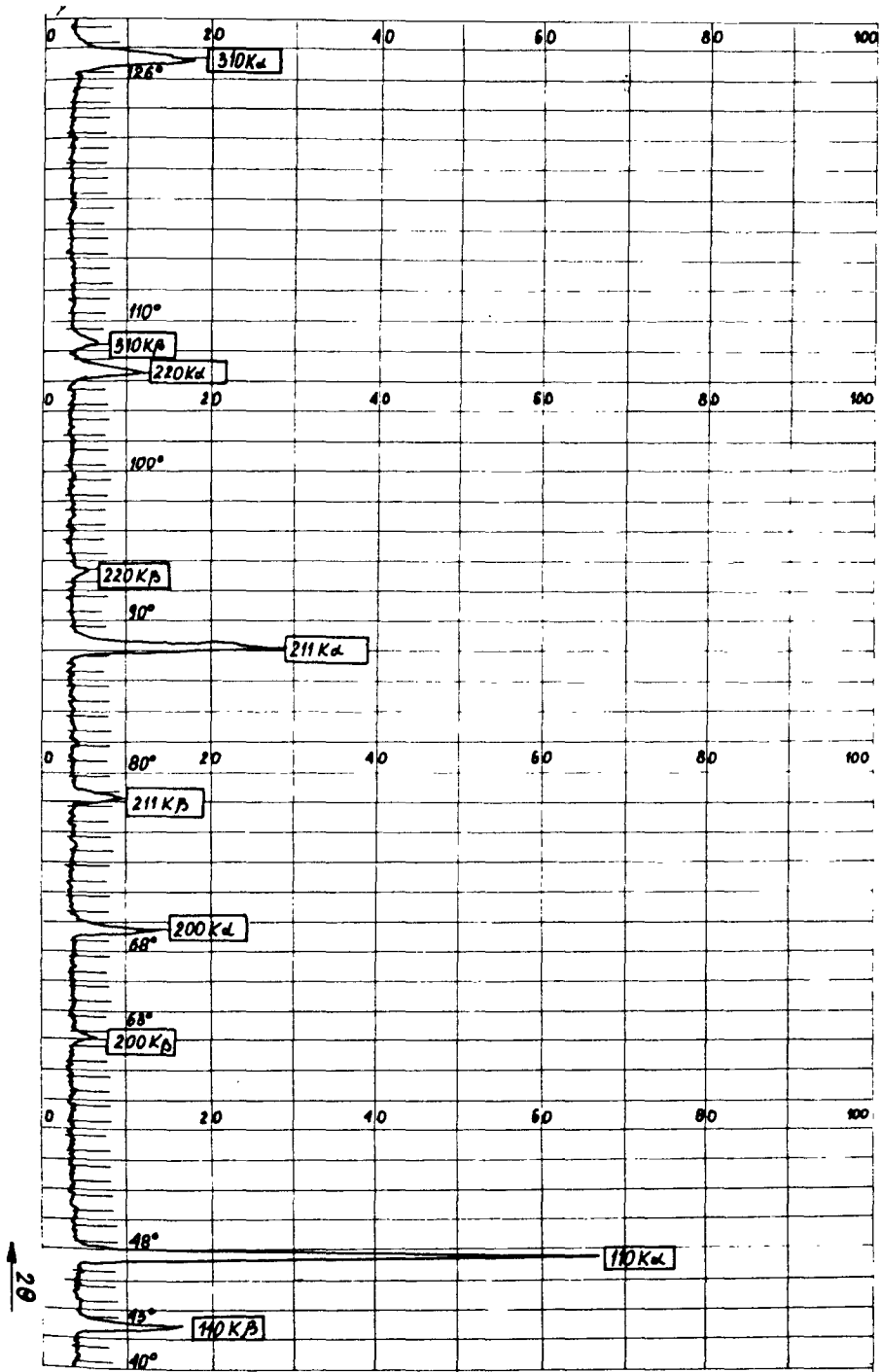
VII. Wnioski dotyczące obserwowanych stopów: (pod kątem związków budowy strukturalnej z technologią i własnościami badanych elementów, przewidywaną i uzyskaną budową strukturalną, zgodnością wyników z wynikami innych badań, np. badaniami twardości i mikro-twardości, badaniami rentgeno-strukturalnymi itp.)



Tablica 13.1. Klasyfikacja zabiegów obróbki cieplnej stali

Tablica 16.1 Podział stali na grupy pod względem zastosowania szczegółowego





Rys. 21.13. Dyfraktogram wolframu. Niefiltrowane promieniowanie anody kobaltowej, 23 kV, 9 mA. Znaczniki kątów co 1°