Mechanika 7

1960

E. Olewicz i E. Rudy Katedra Metaloznawstwa

BADANIE KINETYKI ODPUSZCZANIA EUTEKTOIDALNEJ STALI WEGLOWEJ NA MIKROSKOPIE ELEKTRONOWYM

STRESZCZENIE

W pracy przedstawiono wyniki badań struktur odpuszczonych stali węglowej, obserwowanych za pomocą mikroskopu elektronowego. Badania przeprowadzono na próbkach zahartowanych z dwóch temperatur 1000° C 780 °C i odpuszczanych w zakresie temperatur od 100° C $\div 600^{\circ}$ C przy zmiennych czasach. Stwierdzeno wpływ tych parametrów na zmiany strukturalne oraz zaobserwowano początek procesów wydzielania i koagulacji cementytu. Ujawniono także hamujący wpływ temperatury hartowania na przebieg odpuszczania.

1. Wstęp

Zjawiska zmian strukturalnych przy odpuszczaniu stali zahartowanych polegają głównie na procesach wydzieleń dyspersyjnych i dlatego trudne są do obserwacji za pomocą mikroskopu optycznego. Odnosi się to szczególnie do niskiego i średniego zakresu odpuszczania, gdzie zachodzące zmiany zostały stwierdzone metodami pośrednimi przez pomiar wielkości parametru sieci przestrzennej lub naprężeń, względnie zmian własności fizycznych, czy mechanicznych. Jakkolwiek wielkości te pod wpływem odpuszczania ulegają znacznym zmianom, to jednak obraz mikroskopowy nie doznaje w pewnych zakresach temperatur odpuszczania prawie żadnych zmian. Zjawisko to bardzo wyraźnie daje się zaznaczyć w stalach stopowych, gdzie iglasty charakter struktury martenzytycznej pozostaje przez cały zakres odpuszczania, a wpływ tego zabiegu cieplnego zaznacza się tylko zmianami różnych własności np. spadkiem twardości.

Dla tego rodzaju stali określenia struktur troostyt, sorbit, praktycznie tracą znaczenie, bo obraz na mikroskopie optycznym nie posiada charakterystycznych cech związanych z tymi pojęciami.

Poznanie kinetyki odpuszczania stali zahartowanych ma znaczenie zarówno teoretyczne jak i praktyczne. Ze względu na submikroskopowy charakter zjawisk zachodzących przy odpuszczaniu stali wydaje się celowym badanie ich za pomocą mikroskopu elektronowego, który góruje nad mikroskopem optycznym znacznie większą zdolnością rozdzielczą.

25

Celem tej pracy było stwierdzenie praktycznej przydatności mikroskopu elektronowego do obserwacji zjawisk wydzieleniowych w czasie odpuszczania. Zawodność bowiem urządzenia w tych badaniach może się okazać nie ze względu na jego zasadę działania, i konstrukcję, lecz zasadniczym czynnikiem w tym przypadku może być wykonanie preparatu repliki, która nie zatraciłaby szczegółów struktury.

Badania kinetyki odpuszczania postanowiono przeprowadzić na eutektoidalnej stali węglowej, ponieważ charakter przemian przy odpuszczaniu tej stali był wielokrotnie badany metodami pośrednimi i na ten temat istnieje w' literaturze technicznej szereg t orii. Badanie tego zjawiska za pomocą mikroskopu elektronowego miało na celu wizualne ujawnienie wydzieleń, które na mikroskopie optycznym nie są dostrzegalne oraz przeprowadzenie obserwacji ich zmian.

2. Plan badań

Do badań zmian strukturalnych zachodzących przy odpuszczaniu użyto stali narzędziowej węglowej o oznaczeniu N8E wg PN. Analiza chemiczna wykazała, że zawartość węgla w tej stali wynosiła 0,82%, zaś pozostałe składniki mieściły się w tolerancjach przewidzianych normami.

Celem przeprowadzenia obserwacji zjawisk, zachodzących przy odpuszczaniu przyjęto dla próbek z tej stali następujące parametry obróbki cieplnej: hartowanie próbek z dwóch temperatur 1000 °C i 780 °C oraz odpuszczanie w zakresie od 100 °C \div 600 °C przy zmiennych czasach od 15 \div 120 minut. Szczegółowy plan obróbki cieplnej przedstawia się następująco:

- 1. hartowanie próbek z wysokiej temperatury 1000 °C i odpuszczanie w zakresie od 100 °C \div 600 °C w odstępach co 100 °C, przy stałym czasie 20 minut.
- 2. Hartowanie próbek z wysokiej temperatury 1000 °C i odpuszczanie w 600 °C w zmiennych czasach od $15 \div 120$ min.
- 3. Hartowanie z temperatury 780 °C i odpuszczanie w zakresie od 100 °C \div 600 °C w odstępach co 50 °C przy stałym czasie 20 minut.
- Hartowanie z temperatury 780 °C i odpuszczanie w zakresie od 100 °C ÷ 600 °C w odstępach co 100 °C, w stałym czasie 120 minut.

Oznaczenie próbek oraz zestawienie parametrów obróbki cieplnej podaje tablica 1.

Przy doborze tych parametrów kierowano się następującymi względami: hartowanie z wysokiej temperatury miało na celu uzyskanie dużych i wyraźnych igieł martenzytu, w których późniejsze zmiany zachodzące przy odpuszczaniu byłyby łatwo dostrzegalne. Jednakowoż hartowanie z wysokiej temperatury nie ma zastosowania praktycznego i z tych względów przeprowadzono hartowanie drugiej serii próbek z właściwej temperatury 780 °C.

Zmienność parametrów obróbki cieplnej przygotowanych do badań próbek miała na celu uzyskanie różnych wariantów strukturalnych celem możności ich porównywania i prześledzenia zmian.

Та	b 1	ic	a	1
----	-----	----	---	---

Oznaczenie próbek, parametry obróbki cieplnej oraz twardość po obróbce

Lp.	Nr próbki	i Temperat. hartowania °C	Temperat. odpuszcza- nia °C	Czas min.	Twardość		Ilmodi
					HRC	HB	Uwagi
1	A. 0	1000	-	_	62	685	1413.1
2	A. 1. 2	1000	100	20	66	760	
3	A. 2. 2	1000	200	20	65	740	
4	A. 3. 2	1000	300	20	54	540	
5	A. 4. 2	1000	400	20	47	444	
6	A. 5. 2	1000	500	20	40	370	
7	A. 6. 2	1000	600	20	_	293	
8	A. 6. 1	1000	600	15	_	321	
9	A. 6. 3	1000	600	30		311	
10	A. 6. 6	1000	600	60	-	300	
11	A. 6. 12	1000	600	120	- 1	285	and, all
12	B. 0	780	-	1 -	66	760	
13	B. 1. 2	780	100	20	67	780	
14	B. 1. X. 2	780	150	20	62	685	and the second second
15	B. 2. 2	780	200	20	62	685	
16	B. 2. X. 2	780	250	20	57	620	and a line
17	B. 3. 2	780	300	20	51	495	AFTIC OF C
18	B. 3. X. 2	780	350	20	46	435	
19	B. 4. 2	780	400	20	46	435	
20	B. 4. X. 2	780	450	20	40	370	
21	B. 5. 2	780	500	20	39	360	
22	B. 6. 2	780	600	20	30	301	
23	B. 1. 12	780	100	120	64	715	
24	B. 2. 12	780	200	120	50	639	1
25	B. 3. 12	-780	300	120	55	525	
26	B. 4. 12	780	400	120	47	444	
27	B. 5. 12	780	500	120	37	350	
28	B. 6. 12	780	600	120	-	270	

3. Przygotowanie próbek i replik

Po przeprowadzeniu obróbki cieplnej z próbek wykonano zgłady sposobem mechanicznym, szlifując je uprzednio na szlifierce magnetycznej i papierach ściernych. Następnie zgłady polerowanie mechanicznie na tarczy filcowej zwilżanej zawiesiną Al₂O₃. Po wypolerowaniu, zgłady trawiono w 2% alkoholowym roztworze NHO₃ do obserwacji struktury pod mikroskopem optycznym. Po stwierdzeniu przydatności struktury do dalszych badań na mikroskopie elektronowym, zgłady polerowano ponownie bardzo starannie i poddawano odpowiedniemu trawieniu celem wykona-

23

nia replik. Próbki w zależności od obróbki cieplnej i rodzaju struktury trawiono jednym z trzech następujących odczynników:

- 1. 4% roztwór kwasu pikrynowego w alkoholu metylowym (Pikral),
- 2. 2% roztwór kwasu azotowego w alkoholu n-amylowym (Nital),
- Roztwór chlorku żelazowego i kwasu solnego w alkoholu metylowym (1 g FeCl₃ + 2 cm³ HCl + 98 cm³ CH₃OH).

Z tak przygotowanych zgładów wykonano repliki mowitalowe oraz matrycowe węglowe, używając kollodium jako matrycy. Zwiększenie kontrastu w obu rodzajach replik uzyskiwano przez cieniowanie chromem pod kątem 30°. Tak przygotowane preparaty poddano obserwacjom pod mikroskopem elektronowym.

4. Wyniki badań

Struktury próbek zahartowanych z temperatury 1000 °C i odpuszczanych w zakresie od 100 \div 600 °C przy stałym czasie 20 minut obserwowane na mikroskopie elektronowym przedstawiają się następująco:

Próbki zahartowane i nieodpuszczone posiadają gruboziarnistą strukturę martenzytyczną z wyraźnymi dużymi utworami iglastymi. Miejscami dostrzega się nieznaczną ilość austenitu szczątkowego. Struktura ta pod mikroskopem elektronowym wykazuje lekkie zmatowienie martenzytu z zaznaczającym się płytkim reliefem. W igłach martenzytu występują podłużne pasma leżące w osi geometrycznej igły i posiadające niekiedy ciemną linię przypominającą mikropęknięcie. Są to tzw. linie symetrycznego podziału igły martenzytu — rys. 1 [1]. Jasny utór iglasty o gładkiej powierzchni i poszarpanej budowie wyraźnie odcinający się od osnowy martenzytycznej jest austenitem szczątkowym.

Odpuszczanie próbek w zakresie niskich temperatur, mimo że nie zmienia obrazu struktury oglądanej pod mikroskopem optycznym, powoduje wyraźne zmiany strukturalne dostrzegalne pod mikroskopem elektronowym. Próbki odpuszczane w 100 °C wykazują nadal iglastą budowę, lecz na osnowie i igłach martenzytu zaobserwowano wzrost zmatowienia i drobne zgrubienia — rys. 2. Zgrubienia te szczególnie wyraźnie występują wzdłuż krawędzi igieł martenzytu oraz linii ich symetrycznego podziału. Odpuszczanie w tej temperaturze zwiększa podatność struktury na trawienie, na co wskazuje wzrost reliefu powierzchni.

Wzrost temperatury odpuszczania do 200 °C powoduje, że struktura zatraca nieznacznie iglastość budowy, a występujące zgrubienia nadal wzrastają. Odmienny charakter i wzrost intensywności przemian strukturalnych pojawia się dopiero przy odpuszczaniu w zakresie temperatur ok. 300 °C. Jakkolwiek struktura zachowuje nadal układ iglasty to jednak na krawędziach igieł pojawiają się wyraźne płytkowe wydzielenia powodujące zgrubienia i tworzące jasne, przerywane pasma. W całym polu widzenia dostrzega się charakterystyczną płytkowatą budowę struktury — rys. 3. Utwory płytkowe tworzą się zarówno w igłach jak i w pozostałych obszarach, przy czym wyraźnie zaznacza się rgżnica wielkości wydzieleń w' igłach — mniejsze, a poza nimi — większe. Wydzielenia te pojawiajy się także na linii symetrycznego podziału igieł martenzytu. Dalszy wzrost temperatury odpuszczania wywołuje wzrastające nagromadzenie płytkowych wydzieleń, przy równoczesnym ich dzieleniu się na części mniejsze o kształtach bardziej zwartych. Ilustruje to rys. 4, który przedstawia strukturę próbki odpuszczanej w 400 °C. Płytki upodabniają się do łusek, tkwiących w jednorodnej osnowie.

Odpuszczanie w temperaturze 500°C powoduje nową charakterystyczną zmianę struktury. Wielkość wydzieleń wydatnie się zmniejsza na skutek ich koagulacji.

Występujące jeszcze miejscami utwory pasmowe, ulegają zwężeniu a cząstki o narożach ostrych — zaokrągleniu — rys. 5. Pojawiają się także drobne nieliczne wydzielenia kulkowe, a osnowa przybiera postać bardziej jednorodną. Zachowane jeszcze w strukturze wydzielenia podłużne występują na granicach nie istniejących już igieł martenzytu.

Podwyższenie temperatury odpuszczania do 600 °C powoduje już tylko dalszą koagulację wydzielonych cząstek. Wydzielenia podłużne ulegają podziałowi na cząstki o kształtach globulitycznych, z zachowaniem jednak niejednorodnych ugrupowań. Tego rodzaju strukturę przedstawia rys. 6, na którym występują bardzo wyraźnie strefy zgrupowań cząstek drobnych i grubych. Odgraniczona środkowa strefa drobnych węglików powstała w miejscu istniejącej po zahartowaniu igły martenzytu, zachowując w ten sposób iglasty charakter struktury.

Opisane dotychczas struktury otrzymano w wyniku odpuszczania przy stosunkowo krótkim czasie 20 minut. Celem prześledzenia zmian, zachodzących w czasie, zbadano szereg próbek zahartowanych i odpuszczonych w stałej temperaturze 600 °C, lecz przy zmiennych czasach od kilku minut do 2 godzin.

Przy odpuszczaniu w krótkich czasach (kilku do kilkunastu minut) zaobserwowano równoczesne występowanie zjawiska tworzenia się wydzieleń utworów płytkowych oraz koagulację wydzielonych cząstek. To zjawisko charakteryzuje rys. 7, przedstawiający strukturę próbki po odpuszczaniu w temperaturze 600 °C i czasie 15 minut. W strukturze uwydatniają się utwory płytkowe oraz skoagulowane drobne cząstki. Charakterystyczne jest, że wydzielenia płytkowe występują na granicach poprzednich igieł, natomiast między nimi pojawiają się skoagulowane drobne cząstki cementytu. Przedłużenie czasu odpuszczania zmienia ilościowy udział w strukturze wydzieleń płytkowych na korzyść cementytu. Już po 30 min. odpuszczania, wydzielenia płytkowe znikają w znacznym stopniu, a w ich miejsce zwiększa się ilość wydzieleń cementytu — rys. 8.

Z dalszych obserwacji wynika, że całkowity zanik wydzielen płytkowych, które przekształcają się w cząstki cementytu następuje po ok. 1 godzinnym odpuszczaniu.

Odpuszczanie przy jeszcze dłuższych czasach nie wnosi już zasadniczych zmian w strukturze, wpływając tylko na rozrost i koagulację cementytu. Rysunek 9 przedstawia strukturę próbki odpuszczanej przez 2 godziny w temperaturze 600 °C, gdzie na tle ferrytycznej osnowy występują wydzielenia cementytu różnej wielkości i kształtu, przy czym struktura zatraca charakter iglastej budowy. Dłuższe odpuszczanie przy tej temperaturze powoduje już tylko przechodzenie cementytu do wyraźnej postaci globulitycznej. Przeprowadzane obserwacje kinetyki odpuszczania na próbkach hartowanych w temp. 1000 °C miały na celu ułatwienie poznania ogólnego charakteru tego zjawiska. Sprzyjała temu bowiem gruboziarnistość martenzytu. Ponieważ jednak właściw'a temperatura hartowania tej stali jest niższa, przeprowadzono zasadniczą serię badań na próbkach hartowanych w temperaturze 780 °C, a następnie odpuszczanych w różnych warunkach.

Badania na mikroskopie optycznym próbek zahartowanych w temp. 780 °C wykazały drobnoiglastą strukturę martenzytyczną miejscami przypominającą martenzyt bezpostaciowy. Strukturę tę obserwowaną pod mikroskopem elektronowym, przedstawia rys. 10, na którym widoczne są miejscami występujące igły martenzytu na zmatowanym tle.

Ciemna siatka rozgranicza poszczególne ziarna i niezupełnie wykształcone utwory iglaste martenzytu.

Wpływ odpuszczania zaznacza się już w zakresie temperatur 100 do 150 °C. Ciemna siatka ulega jakby pogrubieniu oraz miejscami przerwaniu, jednakowoż nadal zachowuje się iglasta budowa martenzytu. Osnowa martenzytyczna doznaje wyraźniejszego zmatowania, przy czym pojawiają się na niej zgubienia nadające powierzchni charakter chropowatości — rys. 11.

Ze wzrostem temperatury odpuszczania chropowatość powierzchni zwiększa się aż do temperatury ok. 250 °C, kiedy w strukturze pojawiają się płytkowe wydzielenia nakładające się częściowo na siebie. Zjawiska te potęgują się przy odpuszczaniu w temperaturze 300 — 350 °C, a struktura doznaje znacznej zmiany. Charakterystyczną cechą odpuszczania w tym zakresie temperatur jest występowanie płaskich, jasnych, nietrawiących się płytek o poszarpanych krawędziach. Natomiast obszary przylegające do płytek mają dużą podatność na działanie odczynnika trawiącego, tworząc czarne, nieregularne otoczki płytek zmiennej szerokości — rys. 12.

Przy dalszym wzroście temperatur odpuszczania wspomniane płytki doznają jakby "kurczenia się" przy zachowaniu jednak iglastego układu charakterystycznego dla struktury martenzytycznej. Strukturę tego rodzaju przedstawia rys. 13, próbki odpuszczanej w temperaturze 400 °C w czasie 2-ch godzin.

Wzrost temperatury odpuszczania o 50 °C powoduje obok zjawiska zwężania się wydzieleń płytkowych występowanie bardzo drobnych i nielicznych kulistych wydzieleń cementytu.

Równocześnie przy odpuszczaniu w tej temperaturze rozpoczyna się dzielenie płytek, które wykazują tendencję do koagulacji — rys. 14.

Wyraźne wydzielenia cząstek cementytu pojawiają się dopiero przy odpuszczaniu w temperaturze 500 °C. Strukturę próbki odpuszczanej w tej temperaturze przez 2 godziny przedstawia rysunek 15. Obserwuje się tu prawie całkowity zanik utworów płytkowych, których miejsce zajmują wydzielenia cementytu o różnej wielkości i kształcie. Charakterystyczne jest, że wydzielenia cementytu w igłach pomartenzytycznych są znacznie drobniejsze, aniżeli w pozostałym obszarze. Dalszą cechą charakterystyczną są skupienia cementytu w miejscach odpowiadających poprzednim granicom igieł martenzytu.

Odpuszczanie w wyższych zakresach temperatur nie ujawnia już żadnych procesów wydzieleniowych, a zachodzi jedynie koagulacja cząstek. Rysunek 16 przedstawia strukturę próbki odpuszczanej w 600 °C przez 20 minut, gdzie w osnowie ferrytycznej występują wydzielenia cementytu różnej wielkości oraz kształtu, od drobnych, globulitycznych do pasmowych, wydłużonych.

Analogiczną serię badań przeprowadzono na próbkach hartowanych z tej samej temperatury — 780 °C, lecz odpuszczanych przez 2 godziny. Struktury te na ogół nie odbiegają wyglądem od opisanych poprzednio, z tym jednak, że różnice pomiędzy strukturami próbek odpuszczanych przy sąsiednich przedziałach temperatur wykazują większe zróżnicowanie aniżeli w czasie 20 minut.

5. Dyskusja wyników

Przeprowadzone badania i ich wyniki pozwalają na wyciągnięcie szeregu wniosków odnośnie przydatności mikroskopu elektronowego do obserwacji struktur ulepszanych cieplnie i śledzenia zjawisk jakie zachodzą w czasie hartowania i odpuszczania stali.

Otrzymane wyniki najlepiej jest rozpatrzyć w zestawieniu struktur hartowanych z różnych temperatur, a także z uwzględnieniem temperatury i czasów odpuszczania. Już bowiem struktury hartowane z różnych temperatur — 1000 i 780 °C wykazują dosadne różnice. Struktura próbki hartowanej z wysokiej temperatury na mikroskopie elektronowym ujawnia nie tylko budowę iglastą, ale także szczegóły w budowie samej igły. Igła martenzytu nie jest tworem jednorodnym, lecz składa się jakby z pakietów, przebiegających równolegle do osi symetrii igły. Przebieg ten ujawnia się szczególnie wyraźnie w próbkach hartowanych z wysokich temperatur i jest widoczny na rys. 1, 2, 3. W osi symetrii igły widoczne jest pasmo, zawierające często jakgdyby mikrorysę. W literaturze technicznej szczegół ten często określany jest jako "linia symetrycznego podziału" igły martenzytu [1]. Jej powstawanie związane jest z kinetyką przemiany martenzytycznej. Linie symetrycznego podziału igły widoczne są jedynie w próbkach hartowanych z wysokiej temperatury, co związane jest z wielkością naprężeń występujących w czasie tej przemiany.

Obok igły martenzytycznej widocznej na rys. 1 dostrzega się przylegający do niej jasny utwór iglasty austenitu szczątkowego, który łatwo daje się odróżnić od struktury martenzytycznej.

Austenit jest bardziej odporny na działanie czynnika trawiącego, aniżeli martenzyt, stąd powierzchnia ziarna austenitu szczątkowego jest jasna i gładka, podczas gdy struktura martenzytu ulega znacznemu nadtrawieniu i na mikroskopie elektronowym przedstawia się jako powierzchnia zmatowana. Silniejszemu nadtrawieniu ulegają natomiast granice ziarn struktury martenzytycznej — rys. 10. Jest to wynikiem niedoskonałej budowy granic ziarn i przez to zmniejszonej odporności na działanie czynnika trawiącego. Aktywność odczynnika zależy od jego rodzaju; granice ziarn najłagodniej atakuje roztwór HNO₃ w alkoholu n-anylowym, natomiast najenergiczniej roztwór FeCl₃ i HCl, co miałe miejsce w opisanym przypadku. Odpuszczanie w niskim zakresie temperatur nie wywołuje na ogół zmian strukturalnych dostrzegalnych na mikroskopie optycznym. Inaczej sprawa przedstawia się przy badaniu tych zjawisk na mikroskopie elektronowym. W tym przypadku podgrzewanie zahartowanej próbki do temperatur 100 ÷ 150 °C powoduje wzrost zmatowienia obserwowanej powierzchni i jej sfałdowanie, chropowatość oraz pogrubienie granic igieł martenzytu — rys. 2 i 11. Zjawisko to ma wiele przyczyn spośród których jako najważniejsze należy wymienić:

- przemianę martenzytu tetragonalnego w kubiczny i związane z tym efekty objętościowe oraz spadek odporności na działanie odczynnika trawiącego,
- 2. spadek naprężeń,
- 3. wydzielenie węgla z martenzytu tetragonalnego i tworzenia się submikroskopowych cząstek Fe_xC , (Fe_2C) o budowie heksagonalnej, zwanego węglikiem ε (epsilon) na skutek podobieństwa do fazy ε (epsilon) układu żelazo-azot.

Jakkolwiek sprawa ta nie została w pełni wyjaśniona, to jednak podkreślić należy fakt, że na mikroskopie elektronowym występują wyraźne różnice między strukturą nieodpuszczoną a odpuszczoną we wspomnianym zakresie temperatur.

Podwyższenie temperatury odpuszczania do 300 °C znacznie wzmaga efekt zmian strukturalnych. Zmiany te polegają na występowaniu charakterystycznych, płytkowych wydzieleń, rys. 3, 4, 12, wyraźnie odcinających się od tła. Posiadają one bardzo dużą odporność na działanie odczynnika trawiącego i na obrazie elektronowym występują jako jasne, gładkie płaszczyzny o nieregularnych kształtach. Płytki te tworza się z węglika ε (epsilon) poprzez fazę pośrednią o przybliżonym składzie $Fe_{20}C_9$, aby w końcu przejść w normalny węglik żelaza Fe_3C , zwany cementytem [3], [5], [8], [9]. Przemiana ta nie jest związana z określoną temperaturą, lecz przebiega w jej szerszym zakresie i zaczyna się już w temperaturze ok. 250 °C, a kończy w ponad 500 °C. Wydzielenie węglika ɛ (epsilon) także nie ma określonej górnej granicy temperatur. Oba te zjawiska wydzielanie się węglika i późniejszego formowania płytek wzajemnie na siebie zachodzą i mają miejsce w poprzednio określonym zakresie temperatur. Może tylko wspomnieć należy, że najintensywniejsze formowanie się płytek węglika żelaza zachodzi w wąskim zakresie temperatur przy 350 °C. To zjawisko dosadniej ilustrują grupy rysunków 3, 4, 5 oraz rys. 12, 13 i 14. Zaawansowanie przemiany jest oczywiście zależne nie tylko od temperatury, lecz także od czasu wygrzewania i jego wpływ uwydatnia się również na wymienionych rysunkach. Niższa temperatura i dłuższy czas powoduje podobny efekt "kurczenia się" płytek jak odpuszczanie w temperaturze wyższej, a w krótszym czasie.

W świetle otrzymanych wyników można obecnie łatwo wyjaśnić wygląd obrazu struktury troostytycznej na mikroskopie optycznym. Wymiary uformowanych płytek oraz wytrawionej wokół nich osnowy, leżą znacznie poniżej zdolności rozdzielczej mikroskopu optycznego i dlatego obraz struktury przedstawia się jako jednolite ciemne tło bez jakichkolwiek szczegółów. Wysokie odpuszczanie w temperaturach powyżej 500 °C wywołuje w początkowej fazie równoczesne nałożenie się trzech procesów: wydzielanie się węglika ε (epsilon), formowanie się płytek i koagulację cementytu. Tego rodzaju struktura jest widoczna na rys. 7, otrzymana z próbki odpuszczanej w 600 °C przez 15 minut. Dalsze przedłużenie czasu powoduje tylko koagulację cementytu, który zależnie od temperatury i czasu odpuszczania przyjmuje postać większych lub mniejszych utworów rys. 6, 8, 9. Temperatura odpuszczania warunkuje jednak jednorodność rozmieszczenia cząstek cementytu. Ilustrują to rysunki 9, 15 i 16. Najbardziej charakterystyczną jest struktura próbki odpuszczanej w temp. 500 °C rys. 15, gdzie zachowała się budowa iglasta i niejednorodna wielkość wydzieleń cementytu struktury sorbitycznej, mimo przedłużenia czasu odpuszczania do dwóch godzin. Wynika stąd, że wygląd i charakter struktury sorbitycznej jest uzależniony od szybkości procesów dyfuzyjnych.

6. Wnioski

Przeprowadzone badania zjawisk zachodzących przy odpuszczaniu stali węglowych wykazały, że zastosowanie mikroskopu elektronowego do obserwacji zmian strukturalnych przy odpuszczaniu posiada pełne uzasadnienie i umożliwia śledzenie zmian niedostrzegalnych za pomocą mikroskopu optycznego.

W szczególności badania wykazały, że:

- w zakresie niskich temperatur odpuszczania w strukturze następuje pogrubienie granic faz i ziarn oraz wzrost chropowatości osnowy w wyniku rozpadu martenzytu tetragonalnego i początku wydzielania się węglika ε (epsilon).
- 2. W zakresie średnich temperatur odpuszczania węglik przekształca się w płytkowe utwory o nieregularnych kształtach i dużej odporności na działanie odczynników trawiących. Te wydzielenia płytkowe są przejściową fazą złożonego węglika żelaza Fe₂₀C₉.
- 3. Wydzielenia płytkowe posiadają ciemną otoczkę, która powstaje w wyniku podatności osnowy na trawienie. Submikroskopowa wielkość wydzieleń płytkowych i ciemnych otoczek daje przy obserwacji na mikroskopie optycznym obraz struktury zw. troostytem.
- 4. W temperaturach powyżej 350 °C wydzielenia płytkowe ulegają podziałowi i koagulacji oraz powstają pierwsze dyspersyjne cząstki cementytu.
- 5. Wydzielenia płytkowe posiadają różną wielkość. Charakterystycznym jest, że ich skupienia występują na granicach ziarn oraz linii symetrycznego podziału igły martenzytycznej.
- 6. W początkowej fazie, przy odpuszczaniu w wysokim zakresie temperatur zjawiska wydzielania się węglika ε (epsilon), płytek i koagulacji zachodzą jednocześnie; dalsze przedłużenie czasu powoduje jedynie koagulację wydzielonych cząstek.
- 7. Rozmieszczenie cząstek w strukturze sorbitycznej jest uzależnione od temperatury i czasu odpuszczania; przy niższych temperaturach i krótszych czasach struktura sorbityczna zachowuje charakter iglasty.

Przedstawiony przebieg zjawisk przy odpuszczaniu odnosi się do stali węglowej. Wyjaśnienie zjawisk zachodzących przy odpuszczaniu stali stopowych wymaga dalszych badań i prace te są kontynuowane w Katedrze Metaloznawstwa Politechniki Ślaskiej.

PIŚMIENNICTWO

[1] A. Gulajew — Mietałłowiedienije. Moskwa 1956.

[2] L. Habraken — Sur la Metallogrophie Electronique, Liege 1953.

[3] E. Houdremont — Handbuch der Sonderstahlkunde, Berlin 1956.

[4] G. Masing — Lehrbuch der Allgemeinen Metallkunde, Berlin 1950.
 [5] J. Umański — Fiziczeskoje mietałłowiedienije, Moskwa 1955.

[6] F. Staub, E. Olewicz — Mikroskop metalograficzny, PWT W-a 1956.
[7] W. Grube — Journees de la Microscopie Electronique, Oct. 1956.

[8] S. Modin — Metal Treatment. April-may 1960.

[9] J.Nutting - Journees de la Microscopie Electronique. Oct. 1956.

Исследование кинстыки отпуска эвтектоидной углеродистой стали на электронном микроскопе

Проведено исследования с целью определения влияния времени и температуры на кинетику отпуска углеродистой стали составляющей 0,8% С, закаленной из различных температур.

К исследованиям на электронном микроскопе использовано лаковые (мовиталивые) и позитивные углеродные отпечатки, оттененные хромом. При исследовании наблюдается непрерывность смен структуры при отпуске, на образцах закаленных из температуры 780 и 1000 °С.

Констатировано в сущности смены в структуре при ниском, среднем и высоком отпуске, а также установлено много даных относительно методики исследований отпускаемых структур на электронном микроскопе.

Die elektronenoptische Untersuchungen der Gefügeänderungen beim Anlassen eines eutektoidalen Kohlenstoffstahles

Es wurde der Einfluss von Zeit und Temperatur beim Anlassen eines von verschiedenen Temperaturen gehärteten Kohlenstoffstahles durchgeführt. Für Untersuchungen wurden Movital- und Matrizenkohlenstoffabdrücke mit Chrom beschattet, verwendet. Es wurden stetige Strukturänderungen beim Anlassen an gehärteten von 780°C und 1000°C beobachtet. Man hatte wesentliche Strukturveränderungen schon bei niedrigeren und mittleren Anlasstemperaturen festgestellt und eine Diskussion der erhaltenen Ergebnisse durchgeführt.



c. d. Tabl. 2

Nr	Nr Obróbka Tra		a-			Powiększenie X *)	
rys.	cieplna	wienie	Preparat	Struktura		Pef	
1	2	3	4	5	9	7	
9	hart. 1000°C odp. 600°C/ /120 min.	chlorek żelaza	replika mowitalowa, cieniowana Cr	W jednorodnej osnowie ferrytycznej globulityczne wydzie- lenia cementytu różnej wielkości	6000	10000	
10	hart. 780°C nieodp.	kwas azotowy	replika węglowa matrycowa, cieniowana Cr	Struktura drobnoiglastego martenzytu o zmatowanym tle. Ciemna siatka rozgranicza poszczególne ziarna oraz nie- zupełnie wykształcone utwory iglaste martenzytu	6000	10000	
11	hart. 780°C odp. 150°C/ /20 min.	chlorek żelaza	replika węglowa matrycowa, cieniowana Cr	Struktura o iglastej budowie martenzytu z charaktery- stycznym zmatowaniem powierzchni i zgrubieniami. Ciemna siatka ulega pogrubieniu oraz miejscowym przerwom	6000	10000	
12	hart. 780°C odp. 350°C/ /20 min.	chlorek żelaza	replika węglowa matrycowa, cieniowana Cr	Struktura o charakterystycznej budowie płytkowej. Wokół jasnych nietrawiących się płytek o poszarpanych kra- wędziach czarne nieregularne otoczki	6000	10000	
13	hart. 780°C odp. 400°C/ /120 min.	chlorek żelaza	replika mowitalowa, cieniowana Cr	W jednorodnej osnowie widoczne jasne utwory płytkowe w układzie iglastym. Płytki wykazują tendencję do kur- czenia się	6000	10000	
14	hart. 780°C odp. 450°C/ /20 min.	chlorek żelaza	replika mowitalowa, cieniowana Cr	W jednorodnej osnowie zwężone wydzielenia płytkowe oraz drobne cementytu. Widoczny podział płytek i po- czątek ich koagulacji	6000	10000	
15	hart. 780°C odp. 500°C/ /120 min.	chlorek żelaza	replika mowitalowa <u>.</u> cieniowana Čr	W jednorodnej osnowie perlitycznej liczne wydzielenia cementytu o różnej wielkości i kształtach przy zanika- jących utworach płytkowych. Wydzielenia cementytu w igłach pomartenzytycznych są mniejsze niż w pozo- stałym obszarze; duże skupienia cementytu w miejscach odpowiadających poprzednim granicom igieł martenz.	6000	10000	
16	hart. 780°C odp. 600°C/ /20 min.	chlorek żelaza	replika węglowa matrycowa, cieniowana Cr	W jednorodnej osnowie ferrytycznej z granicami ziarn wydzielenia cementytu — drobne globulityczne oraz pasmowe wydłużone	6000	10000	

*) Pe — powiększenie elektronowe, Pef — powiększenie całkowite (elektronowe X fotograficzne).

