Fryderyk Staub, Jan Bubliński

Katedra Metaloznawstwa

Badania mikroskopowe przełomów

Omówiono systematykę przełomów oraz znaczenie i metodykę badań fraktograficznych. Podano wyniki badań własnych, których celem było powiązanie struktury metalu z obrazem mikroskopowym przełomu, głównie na przykładzie żelaza Armco. Wnioski, dotyczące struktury warstwy powierzchniowej przełomu. uzupełniono wynikami badań rentgenograficznych.

1. Wstęp

Badanie stopów metali ma na celu określanie jakości materiału oraz jego przydatności do pracy. Poszczególne metody badań nadają się tylko do określania jednej lub paru własności, stąd dążność do stosowania coraz to innych metod określających dalsze cechy materiału.

Ostatnio jedną z metod badania, będącą dopiero w początkowej fazie rozwoju, stanowi mikroskopowe badanie przełomów. Praca niniejsza ma na celu zaznajomienie szerszego ogółu techników z tą metodą, a więc opisanie jej wraz ze sposobami praktycznego zastosowania oraz z podkreśleniem zalet i wad.

Jednym z najstarszych i najbardziej rozpowszechnionych sposobów badania metali jest technologiczna próba przełomu, posiadająca również szereg zalet i wad. Jako jej główne zalety wymienić trzeba fakt, że przełom przebiega przez miejsca najsłabsze i ujawnia tym samym charakter niektórych wad materiałowych, a także, że nie powstaje zatarcie szczelin a nawet pęknięć, jak to się dzieje w razie przygotowywania zgładu mikroskopowego.

Wiadomo z dotychczasowej praktyki, że niekiedy analiza chemiczna i badania mikroskopowe mogą sugerować pozornie dobrą jakość stali, dopiero anormalny wygląd przełomu całkowicie potwierdza ujemne wyniki prób wytrzymałościowych. Gorzej jest, jeśli anormalny wygląd przełomu odpowiada dodatnim wynikom prób wytrzymałościowych. Jednak należy zaznaczyć, że wynik dodatni jest umowny i zależy od uzyskania własności wytrzymałościowych i plastycznych, określonych warunkami technicznymi, lecz nie koniecznie własności najwyższych, możliwych do osiągnięcia dla danego gatunku stali.

Obserwacja wyglądu przełomu jest prosta i łatwa, a pozwala w pewnej mierze na ocenę wewnętrznej budowy metali i stopów. W większości przypadków drobnoziarnisty przełom świadczy o lepszych własnościach mechanicznych i jakości danego metalu lub stopu.

Powierzchnia przełomu może być błyszcząca o wyraźnie widocznych ziarnach lub też matowa, niekiedy o wyraźnych włóknach. Materiały bezpostaciowe (amorficzne), jak np. szkło, kalafonia, ebonit, nie posiadające budowy krystalicznej, wykazują po złamaniu przełom muszlowy o nieregularnych powierzchniach. Z wyglądu powierzchni przełomu błyszczącego ziarnistego można określić ziarno przełomu i ocenić jego wielkość. Natomiast z przełomu matowegc, włóknistego nie można określić wielkości ziarn, ponieważ kształt ich uległ zniszczeniu przez odkształcenia plastyczne zachodzące podczas łamania próbki.

Na powierzchni przełomu błyszczącego ziarnistego można stwierdzić, że każda pojedyncza ścianka przełomu przedstawia płaszczyznę odrębnego ziarna.

Na charakter przełomu wywiera znaczny wpływ obróbka cieplna warunkująca strukturę oraz sposób przeprowadzania próby. W zależności od obróbki cieplnej można uzyskać dla tych samych stali przełom matowy włóknisty albo błyszczący ziarnisty. Przełom ciągliwy jest przeważnie matowy z widocznymi wyraźnie włóknami, a powstaje przy znacznych odkształceniach plastycznych próbki. Natomiast przełom kruchy o ziarnach błyszczących występuje przy nieznacznych odkształceniach.

Doświadczenie wykazuje, że w miarę obniżania temperatury badania lub pracy poniżej zera (°C) wzrasta skłonność do występowania przełomu kruchego, który przebiega po uprzywilejowanych płaszczyznach krystalograficznych, zanim jeszcze wystąpią odkształcenia plastyczne. Zjawisko to występuje w metalach i stopach posiadających sieć sześcienną przestrzennie centryczną albo heksagonalną, dla których w niskich temperaturach poślizg po płaszczyznach krystalograficznych jest utrudniony. Dlatego metale takie cechuje skłonność do tworzenia przełomu kruchego. W stalach konstrukcyjnych wyżarzonych i ulepszonych cieplnie decydującym o własnościach składnikiem strukturalnym jest roztwór stały węgla i dodatków stopowych w Fe — α , posiadający sieć sześcienną przestrzennie centryczną. Z tego względu należą one do grupy stopów wykazujących skłonność do tworzenia przełomu kruchego. Metale oraz stopy o sieci sześciennej płaskocentrycznej (miedź, stopy miedzi i aluminium oraz stale austenityczne) nie wykazują przełomu kruchego, przy prawidłowo przeprowadzonej próbie w temperaturach poniżej zera.

Przełomy ziarniste błyszczące (kruche) można podzielić na: przełomy międzykrystaliczne, to jest przebiegające między ziarnami — po ich granicach — oraz transkrystaliczne przebiegające poprzez ziarna. Rozróżnienie przełomu międzykrystalicznego od transkrystalicznego jest czasami utrudnione, zwłaszcza w metalach o bardzo drobnym ziarnie. Przełomy transkrystaliczne otrzymuje się, gdy ziarna są ze sobą mocno połączone (związane). Przełomy międzykrystaliczne występują, gdy spójność między ziarnami jest słabsza niż spójność wewnątrz ziarn. Powodem osłabienia spójności międzyziarnistej mogą być między innymi wtrącenia niemetaliczne, pęcherze gazowe lub szczeliny mikroskopowej wielkości.

Bardzo często przy próbach technologicznych oraz na próbkach udarnościowych występują przełomy mieszane, w środku próbki przełom błyszczący ziarnisty, a na krawędziach matowy włóknisty. Przez obniżanie temperatury przeprowadzania próby można dla tej samej stali uzyskać wszystkie trzy rodzaje przełomów, tj. matowy włóknisty, mieszany albo ziarnisty błyszczący. Przełomy mieszane można uzyskać także przez nierównomierne rozłożenie naprężeń w próbce (np. nacięcie karbu z trzech stron na próbce). Wygląd przełomów mieszanych otrzymanych w niskich temperaturach oraz przez nacięcie z trzech stron karbu nie wykazuje praktycznie różnic.

Dotychczasowe sposoby makroskopowej oceny przełomów stali [1, 2, 3] zachowały nadal swoje pełne znaczenie, pomimo że w ostatnich latach opracowano szereg nowych metod badania struktury metali. Polegają one obecnie jedynie na makroskopowej ocenie przełomów.

Dla złomów zmęczeniowych Eving i Humfrey [4] wykazali, że grube ziarna widoczne na przełomach nie zależą od rzeczywistej wielkości ziarn, lecz głównie od warunków, w jakich przełom nastąpił.

Eving i Rosenhain [5] stwierdzili, że nawet w najbardziej włóknistym przełomie pękanie zachodzi wzdłuż krystalograficznych płaszczyzn łupliwości. Stwierdzono, że zasadniczą różnicę między przełomem matowym włóknistym a błyszczącym ziarnistym stwarza sposób rozprzestrzeniania się pęknięcia (udział w nim płaszczyzny łupliwości).

Około 1945 r. opracowana została przez Zapffego [6] nowa metoda badania przełomów przy użyciu mikroskopu metalograficznego i dużych powiększeń, nazwana przez autora fraktografią. Terminem tym określono mikroskopowe badania ścianek łupliwości na przełomach metali.

Badanie mikroskopowe przełomu pozwala na bezpośrednią obserwację płaszczyzn łupliwości poszczególnych ziarn metalu przy dużych powiększeniach. Płaszczyzna łupliwości staje się w ten sposób polem obserwacji i skupia zainteresowanie metaloznawców, bowiem odzwierciadla zmiany zachodzące w wewnętrznej budowie ziarn, których nie można wykryć przy obserwacji wypolerowanego i wytrawionego zgładu.

Współczesne badania mikroskopowe przełomów znalazły rozpowszechnienie głównie.dla metali kruchych, ponieważ duże ścianki poszczegól nych ziarn na powierzchni przełomu pozwalają na łatwe ustawianie ich prostopadle do kierunku padających promieni świetlnych. Natomiast materiały ciągliwe, wykazujące przełomy matowe włókniste, ujawniają małe płaszczyzny łupliwości i ustawienie ich do obserwacji jest bardzo utrudnione.

Trzeba jednak podkreślić, że ani makroskopowa obserwacja, ani badania metalograficzne nie wyjaśniają mechanizmu powstawania kruchego lub ciągliwego przełomu i nie dają pełnego obrazu jego fizycznej natury. Wydaje się, że badania fraktograficzne i rentgenograficzne są bliższe rozwiązania tego zadania, chociaż metodyka postępowania nie została dotychczas należycie opracowana.

Praca obecna stanowi próbę powiązania wyników badań fraktograficznych z badaniami mikroskopowymi.

2. Przegląd historyczny badań przełomów oraz stosowane spcisoby

Po raz pierwszy badania mikroskopowe ścianek przełomu stali zostały przeprowadzone przez Reaumura w 1772 r. [7]. Podobnie jak w mineralogii, płaskie ścianki odpowiednie do badań mikroskopowych uzyskiwano przez wykorzystanie skłonności metalu do rozdzielania się po uprzywilejowanych płaszczyznach.

Z końcem ubiegłego stulecia Martens [8] przeprowadzał badania mikroskopowe na przełomach, lecz niestety zniechęcił się trudnościami ustawiania na ostro nieregularnych powierzchni przy dużych powiększeniach.

Dopiero Zapffe w latach czterdziestych bieżącego stulecia zajął się tym zagadnieniem ponownie, a celem pokonania trudności ustawienia ścianek przełomu zaprojektował specjalny uchwyt przystosowany do badań mikroskopowych. Umożliwiło to przeprowadzenie bieżących badań oraz uzyskanie powtarzalności wyników.

Według Zapffego [6] badania fraktograficzne wykazują następujące zalety:

a) Na skutek pękania rozdzielczego próbka wielokrystaliczna wykazuje szereg cech właściwych pojedynczym kryształom, badania zaś mikroskopowe przy odpowiednim ustawieniu próbki umożliwiają abserwację budowy krystalograficznej; b) ścianki przełomu nie są naruszone przez polerowanie i trawienie, przeto ujawniają rzeczywiste wnętrze ziarna, bez wpływów ubocznych;

c) poznaje się szczegóły budowy wewnętrznej metali wielokrystalicznych dotąd niedostatecznie zbadanych, przez co osiąga się pewien postęp w metaloznawstwie. Trzeba jednakże dodać, że otrzymane wyniki wymagają jeszcze ostrożnej interpretacji;

d) płaszczyzny o mniejszej odporności na zniszczenie (płaszczyzny osłabienia), które decydują o zachowaniu się metalu w czasie pracy, stają się płaszczyznami obserwacji;

e) istnieje praktyczna możność stosowania próbek o różnych wymiarach i kształtach, jak odcinki, odłamki, wióry itp., nie nadających się do badań metodami, na ogół używanymi w metaloznawstwie.

Technika badań fraktograficznych jest na ogół prosta i wymaga przeprowadzenia następujących czynności

a) uzyskanie kruchego przetorau,

b) zorientowanie ścianki przełomu prostopadle do osi mikroskopu za pomocą specjalnego uchwytu,

c) odpowiedniego zbliżenia ścianki przełomu do obiektywu dla uzyskania ostrego obrazu.

Uzyskanie kruchego przełomu stanowi odrębne zagadnienie. Dla tego celu próbkę należy złamać w taki sposób, aby poszczególne ścianki przełomu znalazły się w polu widzenia mikroskopu przy żądanym powiększeniu.

Metale kruche, jak bizmut, cynk. antymon itp., można badać fraktograficznie bez specjalnego przygotowania próbek, wykorzystując ich skłonność do tworzenia przełomu rozdzielczego.

Dla metali ciągliwych otrzymanie przełomu kruchego wymaga dalszych czynności, polegających na:

- a) zastosowaniu dostatecznie dużej szybkości łamania, jak przy próbie udarności,
- b) złamaniu próbki uprzednio zaopatrzonej w karb nacięty z trzech stron
- c) złamaniu próbki nasyconej wodorem.

Doświadczenia wykazały, że przełomy w stalach nasyconych wodorem lub azotem wykazały znaczne zmiany w budowie krystalicznej. Badania przeprowadzone przez Zapffego i Moore'a [10] wykazały, że wodór wywiera znaczny wpływ na ukształtowanie ścianek łupliwości. Stwierdzili oni, że wodór okluduje pod bardzo wysokim ciśnieniem na tych samych powierzchniach, które następnie przede wszystkim uczestniczą w zjawiskach deformacji.

Wiadomo, że wodór z żelazem nie tworzy związków, lecz tylko hamuje poślizg wewnątrz kryształu przez wywieranie ciśnienia. Zjawisko to wykorzystano więc w badaniach fraktograficznych.

3. Badania własne

3.1. Materiał i próbki do badań

Pojedyncze kryształy metali lub stopów stanowiły może najodpowiedniejszą postać próbek do badań fraktograficznych. Jednakże ze względów praktycznych przeprowadza się je na pojedynczych kryształach znajdujących się wewnątrz próbki wielokrystalicznej. Przy metalach nie wykryto istotnej różnicy pomiędzy obserwacją na próbkach wielokrystalicznych i na specjalnie przygotowanych próbkach jednokrystalicznych.

W pracy zbadano fraktograficznie przełomy próbek kryształów Na Cl, bizmutu, antymonu, żelaza Armco i stali krzemowej. Odcinki próbne z żelaza Armco obrabiano cieplnie i przerobiono plastycznie na zimno.

Warunki i sposób przeprowadzenia obróbki cieplnej i przeróbki plastycznej zamieszczono w tablicy 1.

3.2. Porównanie struktury przełomów metali i niemetali

Wiadomo, że metale posiadają zdolność do odkształceń plastycznych. Jednakże można stworzyć takie warunki, w których otrzyma się przełom kruchy, a wówczas wykazują one podobieństwo do niemetali. Dlatego przełom żelaza Armco wykazuje dobrze rozwinięte cechy krystalograficzne upodobniające go do przełomu kryształu NaCl.

W żelazie Armco w niektórych przypadkach na przełomie można zaobserwować znaki (cechy) krystalograficzne przechodzące prawdopodobnie przez granicę ziarna. Podobne cechy krystalograficzne można zaobserwować na przełomie kryształu NaCl. Są one prawdopodobnie wynikiem niedoskonałości w budowie sieci przestrzennej.

Rysunek 1 przedstawia fraktografię przełomu kryształu NaCl. Z obliczeń teoretycznych wynika, że wytrzymałość na rozciąganie kryształu NaCl powinna wynosić około 200 kG/mm², lecz w rzeczywistości wynosi ona tylko 4 kG/mm². Usunięcie karbów i zmniejszenie nieciągłości przez zanurzenie kryształów w wodzie podwyższa wytrzymałość na rozciąganie z 4 kG/mm² do 158 kG/mm².

Rzeczywista wytrzymałość na rozciąganie metali nie przekracza jednej setnej wartości otrzymanych z obliczeń teoretycznych. Istnieje przeto pewna analogia z wytrzymałością kryształów NaCl, która może doprowadzić do ciekawych wniosków.

Wiadomo, że w wyniku utwardzenia dyspersyjnego stopów wytrzymałość znacznie wzrasta. Wzrost ten jest jednak nieznaczny w porównaniu z teoretycznmi obciążeniami, które siatka metalu powinna wytrzymać. Zaznaczyć należy, że mechanizm utwardzenia nie został dotychczas za-

Badania	mikroskopow	e przełomów
---------	-------------	-------------

Oznaczenie próbki	Materiał	Stan	Warunki uzyska- nia prze- łomu *)	Rodzaj badania
4/1	Armco	normalizowany po wal- cowaniu	A	fraktograficzne
4/2			B	metalograficzne
4/3			A	rentgenograficzne
5/1		wyżarzono 1000°C po	в	fraktograficzne
		50% zgniocie		
5/2			В	metalograficzne
6/1		wyżarzono 1250°C po	A	fraktograficzne
		50% zgniocie		
6/2			A	metalograficzne
6/3		33	A	rentgenograficzne
7/1	22	wyżarzono 1250°C	C	fraktograficzne
7/2	93	**	В	23
7/3		,,	В	rentgenograficzne
8/1	,,	wyżarzono 1250 °C po	В	fraktograficzne
		50% zgniocie	Sala Parti Sa	aler i san se i sa i si s
8/2	,,,	93	В	metalograficzne
8/3	13	23	A	rentgenograficzne
9/1	39	po 50% zgniocie	C	fraktograficzne
10/2	99	wyżarzono 1350 °C	B	metalograficzne
10/21	39	33	С	23
11/2	33	wyżarzono 1350°C po	В	37
The second second		50% zgniocie	6.246	and the second second
12/1		"	C	fraktograficzne
12/3	37	23	C	rentgenograficzne
12/31	23	**	A	93
13/1	99	39	В	fraktograficzne
14/1	stal krze-	wyżarzona	A	19
	mowa			1
15/1	0,1% C	91	B	"
15/2	4,2% Si	99	B	metalograficzne

Zestawienie próbek i rodzaj przeprowadzonych badań

*) A — na próbce nacięto z 3 stron karby i złamano w temperaturze otoczenia; B — próbkę poddano działaniu wodoru przez wygrzanie w temperaturze 90 °C przez 1/2 godz. w 10% roztworze wodnym H₂SO₄ i złamano w temperaturze otoczenia;

C — próbkę oziębiono w ciekłym azocie, następnie szybko złamano.

dowalająco wyjaśniony. Być może, że utwardzenie dyspersyjne stopów metali jest spowodowane wydzielaniem się drugiej fazy w nieciągłościach struktury stopu, przy czym wydzielająca się faza powoduje obniżenie własności plastycznych przez zaklinowanie sąsiednich bloków i wzrost wytrzymałości przez częściowe wypełnienie tych nieciągłości.

Tablica I



Rys. 1. Przełom kryształu NaCl. \times 100

Rys. 2. Przełom kryształu bizmutu. imes 100



Rys. 3. Przełom kryształu antymonu. \times 100

3. 3. Badanie fraktograficzne bizmutu i antymenu

Na rysunku 2 przedstawiono strukturę przełomu bizmutu. Czarne grube linie są to szczeliny (pęknięcia), których ułożenie krystalograficzne podobne jest do układów występujących w kryształach NaCl. W skali makroskopowej szczeliny te charakteryzują linearną strukturę kryształu.

Według Greningera [9] linearna struktura kryształu jest to struktura ciągła złożona z rozgałęzień wybiegających pod stałym kątem. Rozgalęzienia te są rozdzielone przez nieciągłości, przy których występuje zmiana orientacji krystalograficznej.

Szare wiązki linii można zaliczyć do utworów bliźniaczych. Jasne wiązki wyraźnie zaznaczonych linii, ułożone pod kątem 60° , są trudne do zidentyfikowania. Gdyby w bizmucie występował poślizg, wówczas linie te można by traktować jako linie poślizgu. Utożsamiono je również z utworami bliźniaczymi, pomimo że wykazują one małe podobieństwo pod względem wymiarów, kształtu i ułożenia.

Rozpatrując bliżej rozdzielanie się kryształów przy łamaniu bizmutu, można wiązki te oraz przemieszczenia pod kątem 60° na płaszczyźnie podstawowej uważać jako zależne od pryzmatycznych lub piramidowych płaszczyzn. Przy powstawaniu przełomu może zachodzić również podwójny poślizg albo mogą to być niedoskonałe płaszczyzny strefy {111}.

Usiłowano również wykazać, że linie takie zależne są od naprężeń pochodzących od wstrząsów falistych lub efektu dźwiękowego, który towarzyszy łamaniu próbki. Dokładne badania wykazały, że linie te są zawsze symetryczne z orientacją kryształów, a nie względem kierunku działania sił łamiących.

Istnieją poglądy, że — być może — linie te są typowe dla próbek wielokrystalicznych w odróżnieniu od kryształu idealnego i odzwierciedlają dostosowanie się kryształów do niejednorodnej budowy oraz naprężeń wewnętrznych.

Antymon, podobnie jak bizmut, posiada sieć romboedryczną. Najczęściej rozdzielanie kryształów antymonu zachodzi na podstawowej płaszczyźnie krystalograficznej [0001], wyznaczonej przez osie heksagonalne, poza tym występuje łupliwość wtórna.

Jeśli próbkę antymonu podda się ściskaniu przy powolnie wzrastającym obciążeniu, wówczas siły niszczące posiadają minimalną wartość wskutek rozproszenia się na ich najsłabszych płaszczyznach, a rozdzielanie się następuje po płaszczyźnie podstawowej. Natomiast gdy próbka zostanie szybko złamana (np. na młocie udarnościowym), lokalne siły mogą spowodować, że naruszona zostanie spójność innych płaszczyzn



Rys. 4. Przełom próbki 4/1 z żelaza Armco w stanie normalizowanym. × 300



Rys. 5. Przełom próbki 54 z żelaza Armco, wyżarzonej w temperaturze 1000 °C po 50% zgniocie, poddanej następnie działaniu wodoru. × 300



Rys. 6. Przełom próbki % z żelaza Armco wyżarzonej w temperaturze 1250 °C po 50% zgniocie. × 300

Badania mikroskopowe przełomów

i wówczas czas prawdopodobnie wystąpi łupliwość na płaszczyznach piramidowych.

Rysunek 3 przedstawia fraktografię przełomu antymonu, która wykazuje, że na podstawowych płaszczyznach łupliwości widoczne są ciemne równoległe linie (smugi), które uważa się za pierwszą rodzinę utworów bliźniaczych. Poza tym na fraktografii występuje druga i trzecia rodzina utworów bliźniaczych, jako jasne linie wykazujące prawie niewidoczne trójkątne ukształtowanie, przewidywane dla tego układu krystalograficznego. Należy zaznaczyć, że linie te przechodzą przez obszar w znacznym stopniu odkształcony oraz że w antymonie o siatce romboedrycznej utwory bliźniacze powstają na rodzinie płaszczyzn {0112}. Omawiana fraktografia na rys. 3 przedstawia ziarno, w którym najpierw powstały utwory bliźniacze przy plastycznym odkształceniu i które następnie uległo rozdzieleniu.

3.4. Badania fraktograficzne próbek żelaza Armco i stali krzemowej

Rysunek 4 przedstawia zdjęcie fraktograficzne próbki wykonanej z żelaza Armco w stanie normalizowanym.

Na powierzchni przełomu widoczne są wyraźnie ciemne linie, które przecinają jasne linie pod kątem 45°. Są to prawdopodobnie wiązki Neumanna występujące na rodzinie płaszczyzn {112}. Występują tu również tzw. "linie krzepkości"¹ o charakterystycznym układzie podobnym do liści palmowych.

Rysunek 5 przedstawia zdjęcie fraktograficzne próbki wykonanej z żelaza Armco, wyżarzonej w temperaturze 1000°C, po 50% zgniocie i następnie poddanej działaniu wodoru. Na powierzchni przełomu widoczne jest ukształtowanie struktury blokowej (mozaikowej). Wyznaczenie kątów jest utrudnione, ponieważ występujące na zdjęciu linie przebiegają schodkowo.

Rysunek 6 przedstawia zdjęcie fraktograficzne próbki wykonanej z żelaza Armco, wyżarzonej w temperaturze 1250°C, po 50% zgniocie. Na powierzchni przełomu widoczna jest typowa struktura linearna, wykazująca rozgałęzienia. Powierzchnia ścianki jest nieco sfalowana, co wskazuje na zmianę orientacji w tych kierunkach. Ciemne, wyraźnie zaznaczone linie można utożsamic z nieciągłościami lub szczelinami. Natomiast wtrącenia niemetaliczne są omijane przez liniowe nieciągłości.

3

¹ Dotychczas dla określenia tej własności używano terminu "ciągliwość", który jest raczej synonimem plastyczności. Wyrażenie "krzepkość" jest bardziej odpowiednie na określenie tej własności i odpowiada bardziej terminom używanym w językach obcych: "wiązkość", "Zähigkeit" i "toughness".



Rys. 7. Przełom próbki 7/1 z żelaza Armco, wyżarzonej w temperaturze 1250 °C. × 3



Rys. 8. Przełom próbki $\frac{7}{2}$ z żelaza Armco, wyżarzonej w temperaturze 1250 °C i poddanej działaniu wodoru. \times 300



Rys. 9. Przełom próbki ¾ z żelaza Armco, wyżarzonej w temperaturze 1250 °C po 50% zgniocie i następnie poddanej działaniu wodoru. × 300

Rysunek 7 przedstawia zdjęcie fraktograficzne próbki wykonanej z żelaza Armco, wyżarzonej w temperaturze 1250°C. Powierzchnia przełomu wykazuje nieznaczną ilość znaków krystalograficznych występujących głównie w jednym kierunku. Ziarno jest zniekształcone, tak że pomiar kątów jest bardzo utrudniony.

Rysunek 8 przedstawia zdjęcie fraktograficzne próbki z żelaza Armco, wyżarzonej w temperaturze 1250°C, 50% zgniocie i następnie poddanej po doru. W tym przypadku dyslokacje nie ograniczają się do pojedynczego zespołu płaszczyzn, lecz przebiegają w różnych kierunkach. Liczne linie występujące w pobliżu szczelin sugerują zakrzywienia, które można wykryć przy dużych powiększeniach. Linie te prawdopodobnie przebiegają schodkowo wokół małych bloków o regularnym układzie krystalograficznym.

Rysunek 9 przedstawia zdjęcie fraktograficzne próbki z żelaza Armco, wyżarzonej w temperaturze 1250 °C, 50% zgniocie i następnie poddanej działaniu wodoru. Na powierzchni przełomu widać ślady odkształceń plastycznych wewnątrz ziarna. Poza tym występuje charakterystyczne ukształtowanie linearne oraz bardzo drobne pasma, które trudno wykryć na zdjęciu.

Rysunek 10 przedstawia zdjęcie fraktograficzne próbki wykonanej z żelaza Armco po 50% zgniocie. Na powierzchni przełomu widoczne są wyraźne linie przebiegające równolegle oraz jasne linie ułożone do nich pod kątem 45°. Są to znaki krystalograficzne występujące na rodzinie płaszczyzn {112}.

Rysunek 11 przedstawia zdjęcie fraktograficzne próbki wykonanej z żelaza Armco, wyżarzonej w temperaturze 1350 °C, po 50% zgniocie.

Na powierzchni przełomu są widoczne jasne linie ułożone pod kątem 90° oraz ciemniejsze, mniej wyraźne, ułożone pod kątem 45°. Linie ułożone pod kątem 90° posiadają wskaźniki [100] i [010], przecinają one płaszczyzny rozdzielcze kryształów sześciennych.

Poza tym na powierzchni występują też kąty 37° i 18°, lecz są one raczej wynikiem schodkowego rozdzielania się kryształu sześciennego. Na zdjęciu są widoczne również drobne wgłębienia, które częściowo można zaliczyć do wtrąceń obcych faz, częściowo zaś do pęcherzy umiejscowionych pomiędzy kryształami.

Rysunek 12 przedstawia zdjęcie fraktograficzne próbki wykonanej z żelaza Armco, wyżarzonej w temperaturze 1350°C, po 50% zgniocie i następnie poddanej działaniu wodoru. Na powierzchni przełomu widoczne ukształtowanie struktury blokowej wywołanej działaniem wodoru i rozwiniętej wewnątrz sieci krystalicznej rodziny płaszczyzn {112}. Ślady odkształceń są podobne jak na rys. 10. Powierzchnia przełomu jest nieco zniekształcona, prawdopodobnie zarówno przez zgniot, jak i dzia-

3*



Rys. 10. Przełom próbki ¾ z żelaza Armco, poddanej zgniotowi 50%. × 300



Rys. 11. Przełom próbki ¹²/1 z żelaza Armco,, wyżarzonej w temperaturze 1350 °C po 50% zgniocie × 300



Rys. 12. Przełom próbki ¹³/₁ z żelaza Armco, wyżarzonej w temperaturze 1350 °C po 50% zgniocie i następnie poddanej działaniu wodoru. × 300

łanie wodoru. Poza tym na zdjęciu widoczne są wgłębienia, z których metal został usunięty.

Rysunek 13 przedstawia zdjęcie fraktograficzne próbki wykonanej ze stali krzemowej wyżarzonej. Na powierzchni przełomu występują znaki prostokątne (ciemne linie). Co najmniej jeden układ tych znaków może być zidentyfikowany jako wtórna łupliwość na rodzinie płaszczyżn {100}.

Prostopadły układ cieńszych linii można także zaliczyć do płaszczyzn łupliwości na rodzinie {100}, pośligu na rodzinie {110} i utworów bliźniaczych na rodzinie {112}. W pewnych obszarach elementy kryształów wykazują wzrost liniowy. Elementy te prawdopodobnie istniały uprzednio, co wskazuje na niedoskonałość budowy kryształu.

Rysunek 14 przedstawia zdjęcie fraktograficzne próbki wykonanej ze stali krzemowej, wyżarzonej i następnie poddanej działaniu wodoru. Na powierzchni przełomu widoczne są ciemne prostoliniowe wgłębienia, z których kryształy metalu zostały wyrwane przy łamaniu. Obraz widoczny na fraktografii jest tak zniekształcony działaniem wodoru, że wyznaczenie kątów było niemożliwe.

3.5. Badania metalograficzne

Badania metalograficzne przeprowadzono na zgładach pobranych z probek uprzednio zbadanych fraktograficznie, trawiąc je 2% roztworem alkoholowym HNO₃. Wyniki przedstawiono na rys. 15 - 22.

3.6. Badania rentgenograficzne

Dla uzupełnienia wyników badań fraktograficznych przeprowadzono badania rentgenograficzne z zamiarem ustalenia struktury ziarn metalu w obszarach przyległych do płaszczyzn łupliwości, obserwowanych na przełomie. Chodziło tu przede wszystkim o stwierdzenie obecności zgniotu w warstwie powierzchniowej ziarn.

Ze względu na rodzaj badanych próbek zastosowano w tym celu metodę odbić wstecznych, przy czym użyto promieniowania charakterystycznego K α kobaltu ($\lambda = 1,785$ Å).

Przy znacznym ograniczeniu przekroju wiązki promieni, tak aby obejmowała ona tylko jedno ziarno przełomu, należało oczekiwać, że w ogólnym przypadku znajdzie się niewiele płaszczyzn krystalograficznych, których usytuowanie i parametry spełniałyby warunki odbicia według prawa Bragga

$$n\,\lambda=2\,d\,\sin\Theta.$$



Rys. 13. Przełom próbki ¹⁴⁄₁ ze stali krzemowej w stanie wyżarzonym. × 300



Rys. 14. Przełom próbki 15 ti ze stali krzemowej, wyżarzonej i poddanej działaniu wodoru. \times 300



Rys. 15. Struktura próbki ½ z żelaza Armco w stanie wyżarzonym. Różnej wielkości ziarna ferrytu. Liczne drobne wtrącenia tlenków i azotków. Trawione kwasem azotowym.

imes 300

Rys. 16. Struktura próbki 3/2. Różnej wielkości ziarna ferrytu. Liczne drobne wtrącenia tlenków. Trawione kwasem azotowym. \times 100





Rys. 17. Struktura próbki %. Różnej wielkości ziarna ferrytu. Liczne drobne wtrącenia tlenkowe. Trawione kwasem azotowym. \times 100

Rys. 18. Struktura próbki 3/2. Wielkie ziarna ferrytu. Liczne drobne wtracenia tlenków oraz nieliczne azotków. Charakterystyczne wiązki linii Neumanna występujące na rodzinie płaszczyzn {112}. Trawione kwasem azotowym. \times 100





Rys. 19. Struktura próbki ¹%. Bardzo wielkie ziarna ferrytu. Liczne drobne wtrącenia tlenków oraz nieliczne igielkowe wtrącenia azotków. Trawione kwasem azotowym. × 100

Rys. 20. Struktura próbki $1\%_{21}$. Wielkie ziarna ferrytu. Liczne drobne wtrącenia tlenkowe oraz nieliczne igiełkowe wtrącenia azotków. Trawione kwasem azotowym. \times 100

Tym samym nie stworzono warunków do uzyskania ciągłych pierścieni dyfrakcyjnych, otrzymywanych przy metodzie Debye-Scherrera dla materiałów wielokrystalicznych. Zamiast tego, przy braku jakichkolwiek zmian w ziarnach przełomu, obraz dyfrakcyjny powinien w danym przypadku składać się z nielicznych plamek, odpowiadających odbiciom od odpowiednio usytuowanych płaszczyzn. Możliwe było również pojawienie się słabych obrazów Lauego, wywołanych obecnością padającej na próbkę wiązki promieni ("promieniowania białego") o różnych długościach fali, odmiennych od długcści fali promieniowania charakterystycznego.

Jeżeli jednak w warstwie powierzchniowej ziarn przełomu występują odkształcenia i fragmentacja (podział ziarn), rozmaita orientacja poszczególnych bloków może tak ułatwić warunki odbicia, że w wyniku otrzyma się na rentgenogramie ciągłe pierścienie dyfrakcyjne. Ze względu na Rys. 21. Struktura próbki ¹¹/₂.
Bardzo liczne wtrącenia tlenków i azotków. Azotki w postaci igieł, ułożonych wzajemnie pod kątem 60°, występują na rodzinie płaszczyzn {210}. Charakterystyczne wiązki linii Neumanna na rodzinie płaszczyzn {112}. Trawione kwasem azotowym. × 100



Rys. 22. Struktura stali krzemowej (próbka ¹⁵/₂). Wielkie ziarna ferrytu i pasma drobnego perlitu. Wtrącenia tlenków. Trawione kwasem azotowym. \times 100

zniekształcenie siatki krystalicznej pierścienie te są jednak zawsze mniej lub więcej rozmyte.

Przy założonej metodzie badań można było więc uważać wystąpienie ciągłych pierścieni dyfrakcyjnych za dowód istnienia zgniotu w objętych polem wiązki ziarnach przełomu.

Rysunek 23 przedstawia zdjęcie rentgenograficzne próbki, wykonanej z żelaza Armco w stanie normalizowanym. Z obecności wyraźnego pierścienia, odpowiadającego odbiciom od płaszczyzn {310}, można wnioskować, że na powierzchni ziarn przełomu wystąpiły odkształcenia plastyczne.

Na rysunku 24 przedstawiono zdjęcie tej samej próbki, lecz po uprzednim wytrawieniu jej 10% roztworem wodnym HNO₃ (czas trawienia 5 min.). Nierównomierna intensywność pierścienia wskazuje, że w wyniku trawienia powierzchni przełomu usunięto częściowo warstwę



Rys. 23. Zdjęcie rentgenograficzne probki ½ z żelaza Armco w stanie normalizowanym. Odbicie wsteczne pochodzi od płaszczyzn (310). Promienio-wanie K α kobaltu



Rys. 24. Zdjęcie próbki ¼ po wytrawieniu powierzchni przełomu 10% roztworem wodnym HNO₃. Widoczne częściowe usunięcie warstwy materiału zgniecionego



Rys. 25. Zdjęcie próbki %. Ciągły pierścień dyfrakcyjny wskazuje na obecność odkształceń plastycznych na powierzchni przełomu



Rys. 26. Zdjęcie próbki % po wytrawieniu przełomu 10% roztworem HNO₃. Jako skutek trawienia występuje częściowe usunięcie warstwy zgniecionej

materiału stwarzającą warunki dla otrzymania dyfrakcji Debye-Scherrera.

Rysunek 25 przedstawia zdjęcie rentgenograficzne próbki wykonanej z żelaza Armco, wyżarzonej w temperaturze 1250 °C. Zdjęcie to podobnie jak na rys. 23 wykazuje, że na powierzchni przełomu wystąpiły odksztalcenia plastyczne.

Rysunek 26 przedstawia zdjęcie tej samej próbki po wytrawieniu 10% roztworem wodnym HNO₃ (czas trawienia 1 min.). Ze zdjęcia moż-



Rys. 27. Zdjęcie próbki ¹⁹/₃₁. Nierównomierna intensywność pierścienia wskazuje na obecność cienkiej warstwy zgniecionej

Rys. 28. Zdjęcie próbki 55. Nieliczne i nieregularnie rozmieszczone odbicia świadczą o prawie zupełnym braku warstwy zgniecionej w przełomie

na wnioskować, że trawienie powierzchni przełomu (podobnie jak na rys. 24) częściowo usunęło warstwę materiału, co stworzyło warunki dla otrzymania dyfrakcji Debye-Scherrera.

Na rysunku 27 podano zdjęcie rentgenograficzne próbki wykonanej z żelaza Armco, wyżarzonej w temperaturze 1350 °C, po 50% zgniocie. Podobnie jak na rys. 26 obserwuje się częściowe usunięcie zgniotu, przy czym pierścień Debye-Scherrera jest mniej wyraźny i częściowo rozmyty.

Rysunek 28 przedstawia zdjęcie rentgenograficzne próbki wykonanej z żelaza Armco, wyżarzonej w temperaturze 1350 °C, po 50% zgniocie. Widoczne są tu tylko nieliczne odbicia, brak jest natomiast obserwowanego poprzednio ciągłego pierścienia. Analogiczne wyniki otrzymano dla próbki Armco, wyżarzonej po 50% zgniocie w temperaturze 1350 °C (rys. 29). Przeprowadzone badania wskazują więc, że zgniot, występujący w ziarnach badanych przełomów i powodujący powstawanie pierścieni dyfrakcyjnych na rentgenogramach, nie charakteryzuje ziarna jako całości, lecz ogranicza się do warstw powierzchniowych przyległych do płaszczyzn łupliwości poszczególnych ziarn i może być usunięty przez trawienie.



Rys. 29. Zdjęcie próbki ¹²%. Obecność warstwy zgniecionej jest jeszcze mniej widoczna niż na rys. 28

Podobne badania przeprowadzone przez Żełdaka [11] i Kliera [12] również wykazały, że odkształcenia metalu przy powierzchni łupliwości powodują wystąpienie pierścieni dyfrakcyjnych. Wykonali oni następujące doświadczenie: próbkę, która wykazywała wyraźny pierścien Debye-Scherrera, przecięli prostopadle do płaszczyzny łupliwości i następnie wykonali zdjęcie rentgenowskie nowej powierzchni. Pierścień Debye-Scherrera nie wystąpił, co świadczyło o braku zgniotu wewnątrz ziarna.

Na podstawie tych samych badań można było ustalić, że cienka warstewka odkształconego metalu, powstająca przy wykonywaniu przełomów w temperaturze otoczenia, posiada grubość około 10^{-5} cm. Natomiast stwierdzono, że w próbkach łamanych po oziębieniu w ciekłym azocie (— 196,7⁵C) powierzchnia przełomu jest wolna od naprężeń. Żełdak [11] wykazał, że przełom krystaliczny różni się od przełomu włóknistego ciągliwego nie tylko wyglądem makro- i mikroskopowym, lecz również mniejszym zniektałceniem siatki krystalicznej w obszarach przyległych do płaszczyzn łupliwości.

4. Wnioski

Praca niniejsza jest pierwszą w naszej nauce próbą oceny przydatności fraktografii do badania struktury metali i jako taka może zarejestrować pewne zjawiska zachodzące na ściankach łupliwości, lecz nie może ich jeszcze należycie objaśnić.

Uzyskane wyniki są na ogół zgodne z wynikami badań przeprowadzonych przez Zapffego, Żełdaka i Kliera. W szczególności uzyskano potwierdzenie następujących zjawisk:

1) Dla metali kruchych, takich jak bizmut i antymon, rozdzielenie kryształów jest poprzedzone odkształceniami plastycznymi, w czasie których powstają utwory bliźniacze.

2) Można wytworzyć takie warunki, w których kryształy metali wykazujących dużą zdolność do odkształceń plastycznych (np. żelazo Armco) zostaną rozdzielone z utworzeniem przełomu kruchego. Obraz fraktograficzny jest wówczas podobny do obrazu rozdzielonego kryształu NaCl.

3) Obróbka cieplna żelaza Armco posiada duży wpływ na obraz fraktograficzny przełomu. W stanie normalizowanym elementarne ścianki przełomu są stosunkowo małe. Wyżarzanie w zakresie temperatur 1000 — -1350 °C z następnym powolnym studzeniem wywołuje znaczny rozrost ziarna i w związku z tym elementarne ścianki łupliwości są również większe i posiadają bardziej regularny kształt.

4) Zgniot niweczy regularność budowy ziarn wyżarzonego żelaza Armco i powoduje, że powierzchnia przełomu ziarna staje się szorstka. Niekiedy na powierzchni przełomu zaznaczone są wyraźnie ślady odkształceń plastycznych, co uwidacznia się występowaniem wiązek Neumanna na rodzinie plaszczyzn {112}.

5) Działanie wodoru na próbki wykonane z metali wykazujących dużą zdolność do odkształceń plastycznych (np. żelazo Armco) powoduje otrzymanie przełomu kruchego. Obraz fraktograficzny wykazuje typowe ukształtowanie struktury blokowej albo linearnej oraz liczne wgłębienia.

6) Badania rentgenograficzne potwierdziły występowanie odkształceń plastycznych w pobliżu powierzchni przełomu. Grubość warstwy odkształconej na powierzchni przełomu wynosi okołe 10^{-5} cm.

7) Zjawiska przy łamaniu ferrytu są bardzo złożone, co powoduje powstawanie łupliwości na rodzinach płaszczyzn {100} i prawdopodobnie {112}. Możliwie, że utwory bliźniacze odgrywają tu poważną rolę. Badania fraktograficzne i rentgenograficzne wykazały, że budowa metalu na powierzchni przełomu nie posiada regularnych układów krystalograficznych wówczas, gdy występują odkształcenia plastyczne. 8) Badania fraktograficzne stali krzemowej (0,1% C i 4,2% Si) wykazały, że w pewnych obszarach elementy kryształów wykazują wzrost liniowy. Elementy te prawdopodobnie istniały uprzednio, co wskazuje na niedoskonałość budowy kryształu.

BIBLIOGRAFIA

- [1] Fr. Staub, Metaloznawstwo, Kraków-Gliwice 1954, PWN.
- [2] Norma PN/H-04509.
- [3] Norma NH/BT-15.
- [4] J. A. Eving, J. C. W. Humfrey, Trans. Roy. Soc. 200 A, 1902, s. 241-250.
- [5] J. A. Eving, W. Rosenhain, Trans. Roy. Soc. 193 A, 1899, s. 353-375.
- [6] C. A. Zapffe, M. J. Clogg, Trans. ASM. 34, 1945, s. 71-97.
- [7] 'R. A. F. Reaumur, The Art of Converting Iron into Steel, Paris 1722, według Zapffego [6].
- [8] A. Martens, V. D. I. T. 21, 1878, s. 8-11 według Zapffego [6].
- [9] A. B. Greninger, Trans. AIME, t. 117, 1935, s. 75-78.
- [10] C. A. Zapffe, G. A. Moore. Trans. AIME, t. 154, 1943, s. 335-352.
- [11] M. P. Żełdak, Izwiestia Akademii Nauk ZSRR. Seria fiziczeskaja XVII, 1953, s. 352-356.
- [12] E. P. Klier, Trans. ASM. 43, 1951, s. 935-953.