

EMIL OLEWICZ, BARBARA RAUSZER  
Katedra Metaloznawstwa

## ZASTOSOWANIE PIECYKA MIKROSKOPOWEGO "VACUTHERM" DO BADAŃ STRUKTUR METALI W PODWYŻSZONYCH TEMPERATURACH

**Streszczenie.** Opisano mikroskopowy piecyk próżniowy do badań struktur metali w podwyższonych temperaturach (do 1600°C). Badano wpływ trawienia termicznego na powstawanie obserwowanego obrazu struktury. Zestawiono wyniki obserwacji kinetyki rozrostu ziarn, przemian alotropowych przy nagrzewaniu oraz wolnym i szybkim chłodzeniu. Wymieniono możliwości zastosowania, wady i zalety tej metody badań.

### Wstęp

Metałograficzne badania struktur metali przeprowadza się zazwyczaj w temperaturze otoczenia. Pozwalają one na badanie wewnętrznej budowy stopów metali w skali makroskopowej i mikroskopowej przy powiększeniach do 1500 x. W tym celu opracowano szereg metod przygotowania zglądów sposobem mechanicznym, chemicznym lub przez polerowanie elektrolityczne oraz chemiczne i elektrolityczne trawienia. Dotychczasowe badania mikroskopowe, jakkolwiek bardzo pomocne, mają tę zasadniczą wadę, że nie pozwalają na bezpośrednią obserwację zmian jakie zachodzą w metalach w czasie zabiegów cieplnych.

Jeden ze sposobów badania struktur w temperaturach podwyższonych polega na tym, że przygotowany zgląd podgrzewa się w próżniowym piecyku do żądanej temperatury, a następnie trawi się go przez wprowadzenie odpowiednich dawek par lub gazów działających aktywnie na powierzchnię zglądu. Po natrawieniu, próbkę studzi się wraz z piecem do temperatury otoczenia i poddaje obserwacji mikroskopowej. Powstała na powierzchni warstwa tlenków lub innych produktów reakcji chemicznych ujawnia

budowę ziarnistą lub składniki fazowe przez powstanie warstwy nalotowej różnej grubości. Metody te określa się jako metody termiczne albo metody utleniania powierzchniowego i stosuje się je głównie do badań wielkości ziarna austenitu lub obecności różnych faz. Nie rozwiązuje to jednak całkowicie zagadnienia badań strukturalnych w podwyższonych temperaturach, ponieważ obserwacji dokonuje się po oziębieniu próbek co może spowodować pewne zmiany stanu, który istniał w temperaturze badania. Metody te nie pozwalają także na obserwację kinetyki zmian zachodzących w metalach w czasie podgrzewania i chłodzenia.

To ostatnie zagadnienie rozwiązuje częściowo tzw. metalografia wysokotemperaturowa. Polega ona na nagrzewaniu próbki w piecyku próżniowym, dostosowanym do mikroskopu metalograficznego w ten sposób, że możliwa jest ciągła obserwacja powierzchni zglądu w czasie nagrzewania [1].

Pierwsze próby tego rodzaju badań prowadzono już w latach 1900 i ciągle je udoskonalano. W 1930 r. Esser posługiwał się piecykiem próżniowym do badań metali przy małych powiększeniach i już wtedy zdołano ujawnić niektóre zmiany, a w szczególności: granice ziarn i ich rozrost oraz przemiany alotropowe. Wadą urządzeń z tego okresu było zbyt małe powiększenie mikroskopowe oraz ograniczony zakres temperatur nagrzewania. Ograniczenie to wynikało z pokrywania się okienka skondensowanymi parami metalu co uniemożliwiało dalszą obserwację struktury [2]. Ostatnie lata przyniosły nowe rozwiązanie tego rodzaju urządzenia w wykonaniu Zakładów Optycznych Reicherta w Austrii. Ulepszenia polegają na: uzyskiwaniu większych powiększeń, możliwości wymiany zadymionych szkiełek, dogodnym pomiarze temperatury próbki oraz osiągnięciu wysokich temperatur do 1600°C. Przeprowadzone badania wstępne w Katedrze Metaloznawstwa wykazały możliwość prowadzenia wielokrotnych badań z pomocą tego urządzenia, a w szczególności: obserwacji rozrostu ziarn, przemian przy nagrzewaniu i studzeniu z różnymi szybkościami. Ponadto urządzenie umożliwia śledzenie procesów dyfuzyjnych i wydzieleniowych, kinetyki spiekania i innych. Nie-

które wyniki z przeprowadzonych badań wstępnych zreferowano w dalszym ciągu pracy.

### Opis urządzenia

Urządzenie do badań strukturalnych w podwyższonych temperaturach, w wykonaniu firmy Reichert, otrzymało nazwę "Vacutherm". Podstawowe zespoły tego urządzenia stanowią: piecyk grzewczy, pompy próżniowe i urządzenia do pomiaru próżni i temperatury.

Piecyk grzewczy (rys. 1) ustawiony jest bezpośrednio na mikroskopie optycznym. Otwór (6) w dolnej części piecyka zamknięty szybką kwarcową umożliwia mikroskopową obserwację powierzchni badanej próbki. Wewnątrz piecyka znajduje się wkładka centrująca (5), w której umieszcza się pierścień kwarcowy, co razem tworzy podstawę do ustawienia próbki (4). W czasie nagrzewania próbka paruje i okienko pokrywa się nalotem uniemożliwiającym obserwację. Aby temu zapobiec w dolnej części piecyka znajduje się urządzenie pozwalające wsuwać płytki kwarcowe pomiędzy okienko obserwacyjne a próbkę. Czynności tej dokonuje się z zewnątrz za pomocą mimośrodowego mechanizmu (3), przy czym możliwe jest wymienienie kilkunastu szkiełek bez otwierania piecyka. Ponadto, w dolnej części piecyka znajdują się jeszcze trzy wloty rurowe, służące do: podłączenia piecyka do pompy próżniowej, zamontowanie czujnika do pomiaru próżni i wprowadzenia termopary, której końcówkę umieszcza się w odpowiednim otworze próbki. Górna część piecyka ma szczelnie zamontowane pręty (1), do których mocuje się molibdenowe taśmy grzejne (2). Są one tak uformowane, że tworzą przestrzeń cylindryczną, w której po złożeniu piecyka znajduje się próbka. Zasilanie elementów grzejnych odbywa się ze specjalnego transformatora prądowego o natężeniu 200 A, zasilanego z sieci prądu zmiennego przez transformator regulacyjny, umożliwiający podgrzewanie próbki z dowolną prędkością do temperatury 1600°C. Aby uniknąć nagrzewania całego urządzenia piecyk ma podwójne ścianki, między którymi przepływa woda chłodząca. Urządzenie pozwala również na uzyskiwanie różnych prędkości chłodzenia przez wdmuchiwanie gazu obojętnego (argonu) bezpośrednio na próbkę.

Wymaganą próżnię wytwarza się za pomocą dwóch pomp próżniowych: wstępnej pompy obrotowej oraz olejowej pompy dyfuzyjnej. Z pompy wstępnej uzyskuje się ciśnienie rzędu  $10^{-2}$  mm Hg, a z pompy dyfuzyjnej  $10^{-5}$  mm Hg. Do pomiaru próżni zastosowano dwa rodzaje czujników działających: jeden na zasadzie zmiany oporności oraz drugi jonizacyjny, systemu "Penninga".

Przed włożeniem próbki, wnętrze piecyka należy dokładnie oczyścić od wszelkiego rodzaju nalotów i pyłów przez przemycie jego powierzchni oraz wszelkich części ruchomych tj. mostka, szkiełek przykrywkowych i próbki odpowiednim rozpuszczalnikiem. Po osadzeniu próbki w pierścieniu kwarcowym i założeniu termopary sprawdza się jej właściwe ustawienie, po czym nakłada się górną część piecyka i dokręca śrubami. Kolejną czynność stanowi wytworzenie odpowiedniej próżni. W tym celu uruchamia się wpięrkę pompę wstępną, a po uzyskaniu próżni rzędu  $10^{-2}$  mmHg załącza się pompę dyfuzyjną. Podgrzewanie próbki rozpoczyna się przy próżni lepszej niż  $10^{-4}$  mm Hg. Całkowity czas przygotowania piecyka do badań, łącznie z wytworzeniem próżni, wynosi około 2 godz.

### Zjawisko termicznego trawienia

Zjawisko trawienia termicznego zostało stwierdzone przy nagrzewaniu metali w próżni już na początku tego stulecia. Mianowicie, podczas obserwacji wypolerowanej powierzchni próbki zauważono, że w pewnych temperaturach pojawia się samorzutnie obraz struktury, który w początkowym stadium zawiera tylko subtelny zarys ziarn. Dalsze wygrzewanie w tej temperaturze prowadzi do wyraźniejszego występowania ich granic oraz wzrostu ilości szczegółów obserwowanych na powierzchni zglądu. Jeszcze intensywniej na przebieg trawienia wpływa wzrost temperatury, co szczególnie uwydatnia się na wyglądzie granic ziarn doznających pogłębienia i poszerzenia. Oprócz tego, na powierzchni zglądu tworzy się wyraźny relief ziarn wyżej i niżej położonych oraz pojawiają się nowe szczegóły w postaci delikatnej siatki a także cząstek o budowie punktowej lub wydłużonej. Wyraźniej także zaznaczają się wtrącenia niemetaliczne. Szybkość trawienia jest zależna od wysokości temperatury. Jeżeli w po-

czątkowym okresie, przy niższych temperaturach, trawienie wymaga stosunkowo długich czasów, wynoszących od kilkunastu do kilkudziesięciu minut, to w temperaturach wysokich obraz strukturalny ujawnia się w ciągu kilku minut, a nawet sekund. Na przebieg trawienia wywiera wpływ nie tylko temperatura lecz także rodzaj stopu i wielkość próżni. Czynniki te są wielkościami charakterystycznymi, związanymi z badanym metalem.

Trawienie termiczne polega na zjawisku parowania substancji w stanie stałym zwanym sublimacją. Intensywność parowania określa się prężnością pary nasyconej w danej temperaturze zwaną prężnością sublimacji. Dla metali prężność sublimacji w temperaturach otoczenia wynosi około  $10^{-20}$  mm Hg i szybko wzrasta z temperaturą tak, że w temperaturze  $1000^{\circ}\text{C}$  wynosi dla niektórych metali  $10^{-7} + 10^{-3}$  mm Hg, zależnie od ich temperatury topnienia.

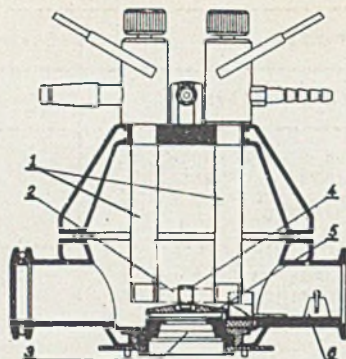
Parowanie metalu nie jest jednakowe na całej powierzchni, ponieważ zależy ono od sił wzajemnego przyciągania się atomów. Siły przyciągania atomów powierzchniowych są różne i zależą od doskonałości budowy krystalograficznej, gęstości obsadzenia i uporządkowania. Siły te znajdują wyraz w napięciu powierzchniowym i wielkości energii swobodnej. Najniższą energię wiązania posiadają atomy na granicach ziarn, ponieważ granice ziarn charakteryzują się dużą niedoskonałością budowy krystalograficznej oraz małym wpływem napięcia powierzchniowego przylegających do siebie ziarn. Dlatego szybkość odparowywania metalu w tych miejscach jest największa oraz tym tłumaczy się fakt, że podczas trawienia termicznego najwcześniej na powierzchni zglądu ujawniają się granice ziarn. Procesy te zachodzą na styku różnych faz lub ziarn tej samej fazy różnie zorientowanych krystalograficznie oraz w miejscach występowania wtrąceń.

Różna orientacja krystalograficzna powoduje także różną szybkość odparowywania powierzchni poszczególnych krystalitów, tworząc w ten sposób relief na zglądzie. Podobne przebiegi występują wokół wydzielen lub w miejscach defektów budowy krystalograficznej, takich jak: pustki, wyjścia dyslokacji na powierzchnię, bloków mozaiki oraz niskokątowych granic ziarn.

## Przemiany alotropowe przy nagrzewaniu i rozrost ziarn austenitu

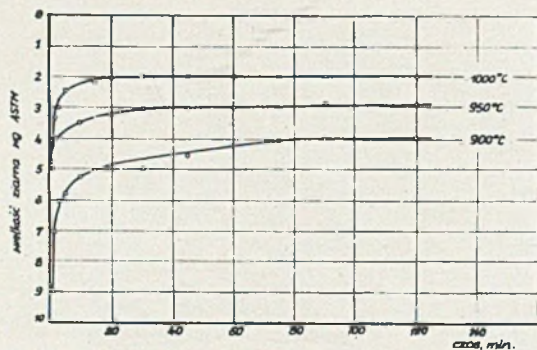
Przy powolnym podgrzewaniu stali węglowych o różnej zawartości węgla, subtelny zarys granic ziarn pojawia się w temperaturach  $400^{\circ} + 500^{\circ}\text{C}$ . Wzrost temperatury powoduje dalsze trawienie granic, tak że po pewnym czasie tworzą one wyraźne bruzdy. Początek przemiany fazy  $\alpha$  (alfa) w  $\gamma$  (gamma) zaznacza się powyżej temperatury  $A_1$  występowaniem na tle struktury pierwotnej licznych drobnych "punktów", które przy dalszym wygrzewaniu rozrastają się w drobne ziarna fazy  $\gamma$  (gamma). Ilość powstałych ziarn austenitu jest różna w zależności od zawartości węgla i nie ulega zmianie tak długo dopóki temperatura jest stała. Wzrost temperatury powoduje zwiększenie intensywności zarysu granic ziarn, które rozrastają się kosztem ziarn fazy pierwotnej. W tym okresie ziarna fazy  $\alpha$  (alfa) zanikają a układ jednofazowy występuje dopiero po wyraźnym przekroczeniu temperatury końca przemiany. Przy dalszym podgrzewaniu ponad  $A_3$  następuje rozrost ziarn austenitu. W ziarnach pojawiają się utwory bliźniacze, które ze wzrostem temperatury podgrzewania częściowo zanikają względnie pojawiają się nowe. Zwrócić tu należy uwagę, że granice ziarn ferrytu mogły ulec tak głębokiemu natrawieniu, że widoczne są jeszcze nawet po przemianie i zanikają dopiero po dłuższym czasie wygrzewania względnie przy dalszym wzroście temperatury. Szybki rozrost ziarn austenitu w stalach obserwuje się dopiero w temperaturach powyżej  $800^{\circ} + 900^{\circ}\text{C}$ . Możliwość ciągłej obserwacji mikroskopowej rozrostu ziarna na Vacuthermie pozwala nie tylko na określenie samej wielkości lecz także szybkości jego rozrostu pod wpływem zmian temperatury, szybkości nagrzewania i czasu wygrzewania.

Jako przykład tych możliwości rys. 2 przedstawia zmiany wielkości ziarna austenitu w stali węglowej o zawartości około 0,4% C w temperaturach  $900^{\circ}$ ,  $950^{\circ}$ ,  $1000^{\circ}\text{C}$ . Podobne obserwacje przeprowadzono dla stali 40 HNM. Zmiany wielkości ziarna tej stali w czasie wygrzewania w temperaturze  $900^{\circ}\text{C}$  przedstawia rys. 3. Po osiągnięciu temperatury występują drobne ziarna au-

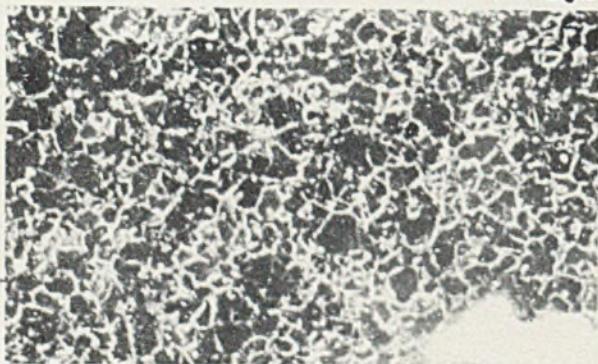


- 1 - pręty doprowadzające prąd
- 2 - taśmy grzejne
- 3 - okienko obserwacyjne
- 4 - próbka
- 5 - wkładka centrująca
- 6 - mechanizm wymiany szkiełek

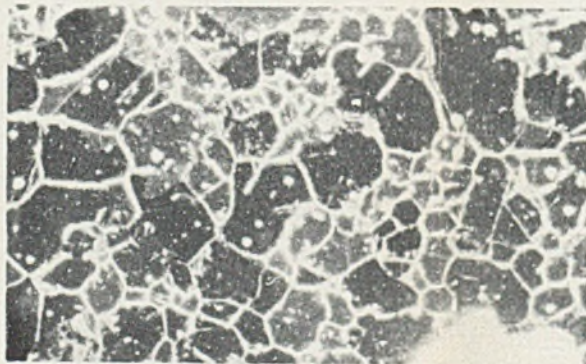
Rys. 1



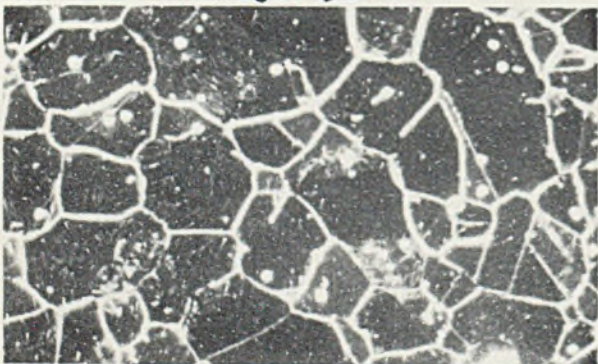
Rys. 2



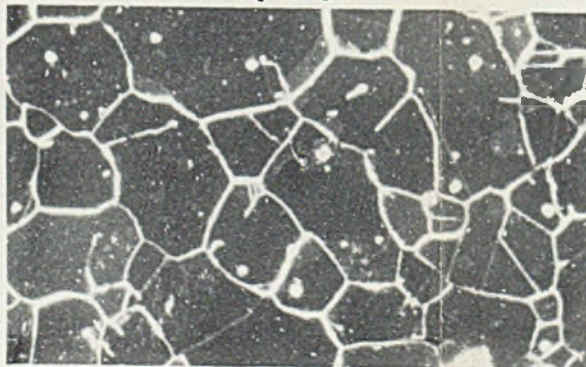
Rys. 3a



Rys. 3b

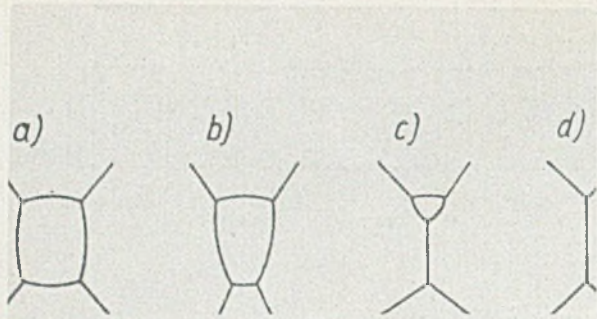


Rys. 3c

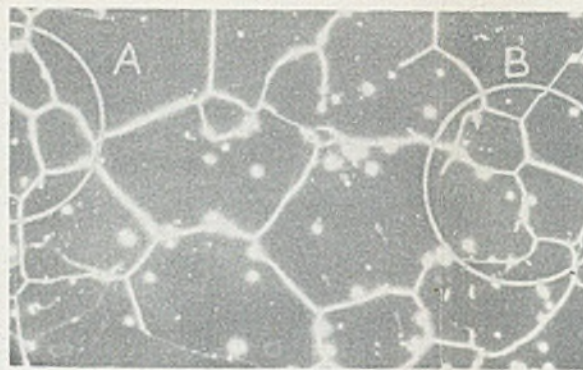


Rys. 3d

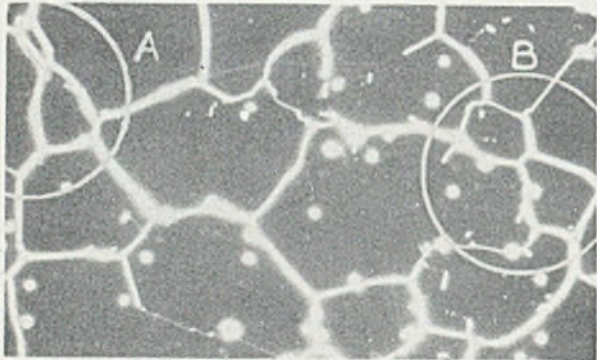
Nr rys.	Opis (struktura)	Wzrost x
1	Schemat piecyka próżniowego	-
2	Krzywe rozrostu ziarna austenitu dla stali węglowej o zawartości około 0,4% C przy stałej prędkości podgrzewania 3°C/sek.	-
3	Rozrost ziarna austenitu w stali 40 HNM w czasie wygrzewania w temperaturze 900°C: a) po uzyskaniu temp. 900°C b) po 15 min. wygrzewania c) po 60 min. wygrzewania d) po 120 min. wygrzewania	200



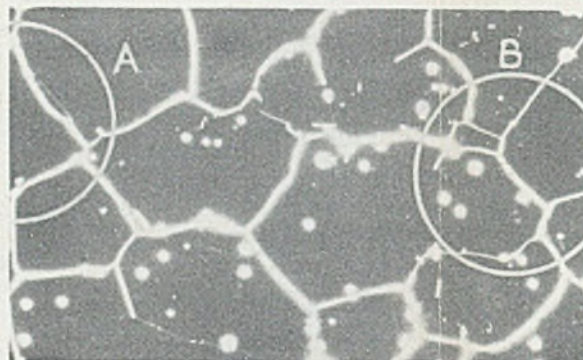
Rys. 4



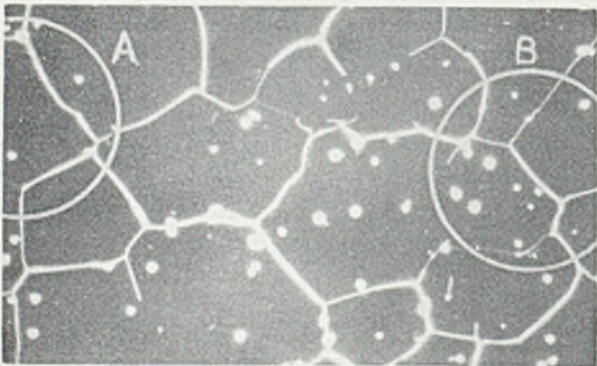
Rys. 5a



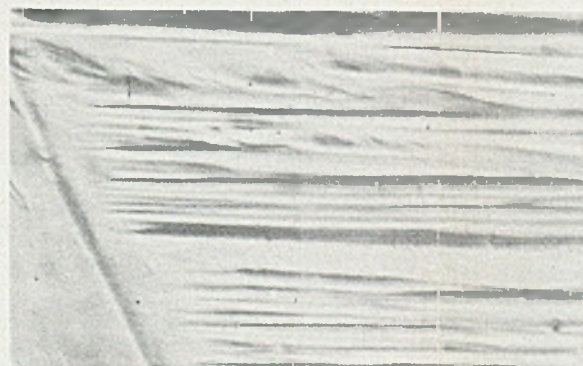
Rys. 5b



Rys. 5c



Rys. 5d



Rys. 6a



Rys. 6b



Rys. 7

Nr rys.	Opis (struktura)	Powiększenie x
4	Schemat zanikania ziarna czworobocznego w czasie rozrostu ziarn sąsiednich.	-
5	Zanikanie ziarn o mniejszej liczbie boków niż 6 (grupy A i B) w czasie wygrzewania stali węglowej 0,4% C w temperaturze 1100°C. Mikrofotografie wykonano: a) po 15 min. wygrzewania b) po 25 min. wygrzewania c) po 45 min. wygrzewania d) po 75 min. wygrzewania	200
6	Struktura stali węglowej 0,4% C <sub>0</sub> po wygrzewaniu w temperaturze 1000°C i wolnym chłodzeniu: a) powierzchnia próbki po trawieniu termicznym b) to samo miejsce po trawieniu 4% HNO <sub>3</sub>	750
7	Struktura stali 40 HNM trawionej termicznie, po wygrzewaniu w temp. 850°C i chłodzeniu argonem.	750



stenitu - rys. 3a, których rozrost po czasie wygrzewania 15, 60, 120 min. pokazują rys. 3b,c,d. Z zestawionych mikrofoto-  
grafii wynika, że największa szybkość rozrostu występowała w  
ciągu pierwszych 15 min. wygrzewania, lecz w tym czasie rozros-  
towi ulegały tylko niektóre obszary ziarn, a inne nadal pozo-  
stawały drobne. Dopiero po 60 min. wielkość ziarna uległa pew-  
nemu ujednorodnieniu do wielkości Nr 5 (wg ASTM). Wygrzewanie  
w czasie 120 min. spowodowało niewielki rozrost ziarn do wiel-  
kości około Nr 4 (wg ASTM), a przedłużenie nagrzewania do  
4 godz. dało już stosunkowo nieznaczne zmiany.

Charakterystyczne jest, że przemieszczanie się granic pod-  
czas rozrostu ziarn austenitu, odbywa się z różną prędkością  
zależną od ich kształtu [3]. Związane jest to z różnym stanem  
energii granic ziarn. Ziarna o kształcie wieloboków, o wię-  
kszej lub mniejszej liczbie boków, posiadają nadmiar energii  
swobodnej, a tym samym nie są one w równowadze. Granice ziarn  
o mniejszej ilości boków niż 6 są na ogół wypukłe a ziarna o  
większej ilości boków niż 6 - wklęsłe. Wskutek tego ziarna o  
mniejszej ilości boków mają tendencję do zanikania, zaś o wię-  
kszej ilości do rozrostu. W czasie rozrostu trzy stykające się  
w jednym narożu ziarna dążą do tego aby kąty zawarte przez ich  
granice wynosiły  $120^{\circ}$ , jest to bowiem warunek równowagi napię-  
cia powierzchniowego i powierzchniowej energii swobodnej. Układ  
taki jest układem stabilnym i dalszy rozrost ziarn zwolna u-  
staje. Schematycznie zmiany te można przedstawić następująco:  
jeżeli np. ziarno w przybliżeniu prostokątne styka się z czte-  
rema sąsiednimi (rys. 4) to podczas wygrzewania ulega powolne-  
mu zanikowi (stadium b,c rys. 4), aż w końcu następuje układ  
pokazany na rys. 4d, gdzie widoczna jest redukcja liczby gra-  
nic.

W zależności od stanów energetycznych sąsiadujących ziarn  
przemieszczanie się granic ma różny charakter. Jeżeli różnica  
energii jest niewielka a podgrzewanie niezbyt szybkie to na  
zglądzie obserwuje się ich kolejne przesunięcia. Natomiast  
przy dużych różnicach energii szybkość rozrostu może być tak  
wielka, że trawienie termiczne nie zdąży ujawnić kolejnych po-

łożeń granicy w czasie jej przemieszczania się. Położenie początkowe jest jednak przez dłuższy czas widoczne z powodu głębokiej bruzdy, zwolna zapełniającej się wskutek dyfuzji atomów. Czyni to wrażenie jak gdyby dwa ziarna łączyły się ze sobą bezpośrednio na skutek zaniku między nimi granicy rozdziału.

Opisany schemat rozrostu ziarna daje się dokładnie obserwować na mikroskopie przy pomocy piecyka próżniowego. Rys. 5a, b, c, d przedstawia kolejne stadia zachodzących zmian w dwu grupach ziarn A i B. Na rys. 5a występują ziarna o małej ilości boków, które z upływem czasu wygrzewania maleją na korzyść rozrostu ziarn przyległych (rys. 5b), aż w końcu zanikają zupełnie (rys. 5c i d). Granice trzech do siebie przyległych ziarn tworzą kąty w przybliżeniu  $120^\circ$  odpowiadające stabilności układu. Tego rodzaju układy występują jeszcze wyraźniej przy wyższych temperaturach wygrzewania.

Równocześnie z podwyższeniem temperatury powyżej  $1000^\circ\text{C}$  ciśnienie sublimacji jest tak duże, że metal zaczyna intensywnie parować a pary metalu kondensują się na wewnętrznych ściankach urządzenia. Najbardziej niepożądana jest kondensacja na okienku obserwacyjnym, ponieważ warstewka metalu początkowo zaciemnia, a potem całkowicie uniemożliwia obserwację powierzchni zglądu. W opisanym urządzeniu zabezpieczono się przed tym niekorzystnym zjawiskiem przez ochronę okienka obserwacyjnego szkiełkami przykrywkowymi, które po zadymieniu usuwa się i wprowadza nowe nie naruszając przy tym próżni. Drugą możliwością wyeliminowania zaparowywania szkiełek jest wprowadzenie do piecyka obojętnego gazu ochronnego (argonu), lecz wzrost ciśnienia powoduje równocześnie zahamowanie intensywności parowania, a co za tym idzie, ujawniania szczegółów struktury. W dodatku ślady zanieczyszczeń gazu parą wodną i tlenem powodują tworzenie się cienkiej warstewki tlenków, które również wpływają hamująco na przebieg trawienia termicznego.

### Przemiany podczas chłodzenia

Studzenie wytrawionej termicznie powierzchni zglądu pozwala na śledzenie charakterystycznych procesów zachodzących przy obniżeniu temperatury.

Podczas chłodzenia próbki z temperatury austenitizacji na powierzchni wytrawionych ziarn pojawiają się nowe szczegóły w postaci bliźniaków, których powierzchnia ulega pewnej deformacji, co w polu ciemnym uwidacznia się poszarzeniem tych fragmentów ziarna. Ponadto, na powierzchni występują pojedyncze drobne wydzielenia w kształcie igieł, przecinków lub punktów. Ich rodzaj i ilość związana jest ze składem chemicznym stali.

Efekty przemiany w stalach podczas chłodzenia ujawniają się dopiero poniżej temperatury  $A_{T_1}$ , a ich postać zależy od szybkości studzenia. Przy powolnym studzeniu, w temperaturach poniżej  $700^{\circ}\text{C}$  pojawiają się granice fazy  $\alpha$  (alfa), które nie pokrywają się z widocznymi granicami ziarn austenitu. Nowe granice są subtelniejsze, niż granice fazy poprzedniej, na skutek zmniejszonej intensywności parowania metalu, spowodowanej spadkiem temperatury. Wielkość ziarn fazy  $\alpha$  (alfa) jest uzależniona od wielkości ziarn fazy  $\gamma$  (gamma), lecz wizualnie nie daje się wyraźnie zauważyć zarodkowania nowej fazy i jej wzrostu. Przyczyną tego jest zbyt krótki okres czasu, w którym chwilowe położenie granic nowej fazy mogłyby się ujawnić przez sublimację. Ujawnienie nowej fazy następuje dopiero po osiągnięciu pewnego stanu stabilnego, podczas którego nie zachodzi przemieszczanie się granic ziarn. Ten okres równowagi stwarza możliwość odparowania metalu po granicach. Niekiedy oprócz pojawienia się ziarn nowej fazy zachodzi zjawisko innych zmian w ich obrębie. Zmiany te polegają na powstawaniu w ziarnach swoistego obrazu w postaci struktury pasmowej (rys. 6) lub wzniesień posiadających niekiedy charakterystyczne kształty geometryczne. Obok opisanych szczegółów na powierzchni ziarn występuje także nieregularny relief w postaci wzniesień i zagłębień. Efekty te są związane ze zmianami objętościowymi jakie zachodzą podczas stygnięcia i są wywołane, najprawdopodobniej, zjawiskami anizotropii rozszerzalności poszczególnych bloków o różnej orientacji krystalograficznej.

Wzrost szybkości chłodzenia zmienia wyraźnie charakter obserwowanych przemian na powierzchni zglądu. Przechłodzenie austenitu do niższych temperatur wywołuje zahamowanie przemiany  $A_{r_1}$  i jej późniejszy przebieg o charakterze przemiany bainitycznej. Przemiana ta charakteryzuje się powstawaniem utworów iglastych, które wyraźnie się rozrastają z pewną prędkością.

Powstające igły mają często orientację równoległą, a także układają się względem siebie pod dowolnymi kątami. Na ogół wzrost igieł rozciąga się tylko w obrębie jednego ziarna i hamowany jest przez jego granice.

Przy dużych szybkościach stygnięcia, uzyskiwanych za pomocą chłodzenia strumieniem argonu, osiąga się prędkości krytyczne co prowadzi w efekcie do wystąpienia przemiany martenzytycznej. Łatwo można ją odróżnić od opisanej poprzednio przemiany bainitycznej, nagłym pojawieniem się igieł o wielkości nie ulegającej późniejszym zmianom ani w kierunku długości ani szerokości. Skokowy charakter przemiany obserwuje się w czasie spadku temperatury w pewnym przedziale a ujawniające się igły układają się względem siebie w charakterystycznej sześćdziesięciostopniowej orientacji (rys. 7).

Obraz struktury bainitycznej i martenzytycznej powstaje na skutek zmian objętościowych, tworzących relief na powierzchni ziarn austenitu. Granice ziarn austenitu pozostają po przemianie nadal widoczne, ponieważ powstałe w czasie trawienia termicznego bruzdy nie zdołają się zapełnić wskutek zmniejszonej szybkości dyfuzji atomów.

#### Uwagi na temat przeprowadzonych badań

Z przeprowadzonych badań wynika, że metoda mikroskopii wysokotemperaturowej stwarza możliwości obserwacji zachodzących zmian w czasie nagrzewania i chłodzenia metali, a w szczególności: ujawniania granic ziarn, kinetyki ich rozrostu oraz przemian.

Zagadnienie rozrostu ziarna jest ważne z punktu teoretycznego jak i praktycznego. Ujawnianie wielkości ziarna metodą trawienia termicznego może mieć także poważne znaczenie w prze

myśle. Problem ten jest bowiem ciągle aktualnym zagadnieniem praktycznym dla określenia skłonności stali do rozrostu ziarna. Do tego celu opracowano dotychczas szereg metod, lecz wspólną ich wadą jest to, że są one między sobą nieporównywalne [4,5,6].

Możliwość ciągłej obserwacji rozrostu ziarna niezależnie od warunków i sposobów nagrzewania pozwala na uzyskanie dokładniejszych danych z zakresu kinetyki i wyników badań tego problemu.

Drugą, nie mniej ważną cechą tej metody jest możliwość obserwacji kinetyki przemian przy podgrzewaniu, wygrzewaniu i chłodzeniu. Przy chłodzeniu metali możliwe jest śledzenie kinetyki przemian w zależności od szybkości chłodzenia oraz zmian objętościowych w czasie przemiany. Te ostatnie najdogoniej obserwuje się na taśmie kinematograficznej, ponieważ procesy te można przedstawić w tempie przyspieszonym lub opóźnionym. Przeprowadzone próby kinematograficznej rejestracji przemian wykazały ogromną przydatność tego sposobu badań. W szczególności przemiany alotropowe przy nagrzewaniu bardzo dokładnie ujawniają czas inkubacji oraz dalszy przebieg przemiany.

Z dalszych korzystnych efektów tej metody należy wymienić: ujawnianie struktury powierzchni zglądu bez efektów wtórnych, wywołanych często przez mechaniczne polerowanie i chemiczne trawienie oraz obserwację procesów wydzieleniowych i dyfuzyjnych występujących przy rozpuszczaniu się składników fazowych podczas spiekania i innych.

Jednak przy wyciąganiu wniosków z otrzymanych wyników badań jak przy każdej metodzie, należy brać pod uwagę jej szczególne cechy, a mianowicie, że obserwowane zjawiska zachodzą na powierzchni i mogą się różnić od zmian zachodzących wewnątrz metalu. Wiadomo jest bowiem, że siłą napędową wszelkich przemian są zmiany stanu energetycznego układu, który jest inny na powierzchni niż wewnątrz metalu. Odnosi się to przede wszystkim do zjawisk dyfuzyjnych. Oprócz tego na powierzchni mogą wystąpić zaburzenia, z których trzeba uwzględnić możliwość tworzenia się tlenków. Pomimo wysokiej próżni, rzędu  $10^{-5}$  mm Hg, istnieje wewnątrz piecyka jeszcze duża ilość cząstek

tlenu, które mogą wchodzić w reakcję z metalem. Obecność tlenu wywołuje także powierzchniowe odwęglenie przez co przebieg zjawisk powierzchniowych może być inny. Na zjawiska te może również wpływać selektywne parowanie poszczególnych składników stopu zmieniające skład chemiczny warstwy powierzchniowej.

Wpływ próżni na obserwowane zjawiska kinetyki przemian może wywołać także odmienny przebieg zmian objętościowych - wolna powierzchnia oddziałując na zarodkowanie nowych faz, np. przy procesach wydzieleniowych, może spowodować różnice ilościowe pomiędzy powierzchnią a wnętrzem próbki.

W przeprowadzonych badaniach stwierdzono, że na powierzchni obserwowanego zglądu niektóre składniki strukturalne są niezbyt wyraźnie widoczne. Odnosi się to np. do perlitu w stalach węglowych, który jest jak gdyby przykryty cienką powłoką metalu. Ten efekt może być wywołany zarówno odwęgleniem lub utlenieniem warstwy powierzchniowej albo dyfuzją względnie kondensacją par na powierzchni. Tym zjawiskom można przypisać fakt zanikania granic i przypadkowych lub celowo wykonanych rys na powierzchni zglądu.

Jednak przy ostrożnym prowadzeniu badań wydaje się, że wymienione czynniki mają drugorzędne znaczenie. Za dowód tego przypuszczenia mogą służyć wyniki przeprowadzonych badań porównawczych wielkości ziarna w stalach konstrukcyjnych na powierzchni i wewnątrz próbki. Badania te wykazały, że wielkość ziarna na powierzchni na ogół nie różni się od ziarna wewnątrz próbki.

Praca niniejsza ujmuje tylko syntezę przeprowadzonych obserwacji i niektórych badań. Dla wyjaśnienia wpływu poszczególnych czynników prowadzone są nadal badania a ich wyniki znajdują wyraz w dalszych publikacjach.

## LITERATURA

- [1] Mitsche R., Gabler F.: Hochtemperaturmikroskopie in der Leicht und Schwermetalleorschung.
- [2] Heyword E.R., Greenough A.P.: Grain boundaries and the thermal etching of iron. Journal Iron Steel Institute, Nr 1, 1959 r.
- [3] Kaczyński, Prowans: Podstawy teoretyczne metaloznawstwa Katowice 1961 r.
- [4] Béchet S., Beaujard L.: Nouveau réactif pour la mise en évidence micrographique du grain austenitique des aciers trempés - revenus. Revue de Metallurgie, nr 10, 1955 r.
- [5] Chodorowski J.: Metody określania wielkości ziarna w stali Przegląd Mechaniczny, nr 7-8, 1952 r.
- [6] Feldham P.: Grain Growth in Metals. Acta Metalurgica t. 5, nr 2, 1957 r.

ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ МЕТАЛЛОГРАФИИ "Vacutherm"  
К ИССЛЕДОВАНИЯМ СТРУКТУРЫ МЕТАЛЛОВ ПРИ ПОВЫШЕННЫХ ТЕМПЕРАТУРАХ

Р е з ю м е

Описано устройство для исследований структуры металлов в области температур до  $1600^{\circ}$ , а также выяснено влияние изменений и термического травления на возникновение изображения. Приведены результаты исследований при нагреве, а также при медленном и быстром охлаждении. Вычислены возможности применения, а также недостатки и достоинства метода.

APPLICATION OF THE LIGHT MICROSCOPIC HEATING ATTACHMENT  
"VACUTHERM" TO EXAMINATION OF MICROSTRUCTURE OF METALS  
AT ELEVATED TEMPERATURE

S u m m a r y

The light microscopic heating attachment for metallographic examination at elevated temperature up to  $1600^{\circ}\text{C}$  is described. Influence of the volumetric changes and thermal etching of specimen on appearance of the microscopic image is presented. Results of investigations upon the kinetics of grain growth and that of allotrope transformations in steel specimens due to heating and slow or rapid cooling of their are given. The possible applications of described method as well as advantages and inconveniences of it are discussed.