POLITECHNIKA LUBELSKA **WYDZIAŁ MECHANICZNY** **KATEDRA INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ**	**Laboratorium Inżynierii Materiałowej** **ĆWICZENIE Nr 3**
Akceptował: Kierownik Katedry prof. dr hab. B. Surowska	Opracował: dr inż. Sławomir Szewczyk

I. Temat ćwiczenia: **Badania metalograficzne makroskopowe.**

II. Cel ćwiczenia: Zapoznanie się z problematyką wad zewnętrznych i wewnętrznych materiałów. Charakterystyczne wady: odlewów, odkuwek, blach, prętów, itp. i ich związki z technologicznymi procesami wytwarzania. Określenie struktury pierwotnej, włóknistości oraz linii zgniotu. Ujawnianie segregacji w rozmieszczeniu siarki. Badania makrostruktury połączeń spajanych. Analizę makrobudowy złomów doraźnych i zmęczeniowych oraz uszkodzeń eksploatacyjnych elementów.

III. Ważniejsze pytania kontrolne:

1. Charakterystyka badań makroskopowych.
2. Krystalizacja wlewka stalowego i zjawisko segregacji strefowej.
3. Wpływ wtrąceń i zanieczyszczeń na właściwości stali.
4. Problematyka powstawania wad zewnętrznych i wewnętrznych w procesach technologicznych wytwarzania półfabrykatów.
5. Powstawanie włóknistości w odkuwkach.
6. Ujawnianie struktury pierwotnej.
7. Próba Baumanna.
8. Wpływ przegrzania na strukturę i właściwości stali,
9. Mechanizmy powstawania złomów doraźnych i zmęczeniowych.

IV. Literatura:

1. Przybyłowicz K.: Metaloznawstwo. WNT, Warszawa 2007.
2. Blicharski M.: Inżynieria materiałowa. WNT, Warszawa 2014.
3. Praca zbior. pod red. A. Werońskiego: Ćwiczenia laboratoryjne z inżynierii materiałowej. Wyd. Politechniki Lubelskiej, Lublin 2002.
4. Blicharski M.: Inżynieria materiałowa, stal. WNT, Warszawa 2013.
5. Ferenc K.: Spawalnictwo. WNT, Warszawa 2007.
6. Pater Z.: Podstawy metalurgii i odlewnictwa. Politechnika Lubelska, Lublin 2014.
7. Wyrzykowski J., Pleszakow E., Sieniawski J.: Odkształcanie i pękanie metali. WNT, Warszawa 1999.

V. Przebieg ćwiczenia:

1. Urządzenia i materiały do badań

1.1. Próbki odlewów, półfabrykatów walcowanych na gorąco, odkuwek, połączeń spajanych, złomy doraźne i zmęczeniowe.

1.2. Pojemniki odporne na działanie kwasów i podwyższonej temperatury oraz uderzenia mechaniczne, szczypce lub pęsety do przenoszenia próbek przy trawieniu, fartuchy ochronne, okulary ochronne, rękawice gumowe.

1.3. Odczynniki: Anczyca, Oberhoffera, Fry'a, Baumanna, Jacewicza, Adlera, Wagapowa, Nital, roztwory kwasu solnego i siarkowego oraz inne materiały pomocnicze jak papier ścierny, wata, aceton i alkohol do odtłuszczania, suszarka, papier fotograficzny, wykładzina gumowa. Trawienie próbek należy prowadzić wyłącznie w sprawnie działającym dygestorium.

2. Przebieg badań

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

Po dopuszczeniu do wykonywania ćwiczenia należy pamiętać, że z uwagi na racjonalność wykorzystania czynności koniecznych dla przygotowania preparatów, kolejność badań powinna być następująca:

- ocena jakości powierzchni

- obserwacja przełomów

- badania przekrojów - zgładów makroskopowych.

2.1. Ocena jakości i stanu powierzchni okiem nieuzbrojonym: należy zwracać uwagę na obecność pęknięć, zawalcowań, wżerów, rys, zgorzeliny, plam, barw nalotowych, itp. W przypadku braku opracowanych warunków technicznych lub Polskich Norm określających wymagania w stosunku do jakości powierzchni, należy stosować kryteria wg potrzeb produkcyjnych dla danego wyrobu.

2.2. Obserwacja przełomów okiem nieuzbrojonym lub z użyciem lupy

2.2.1. Sprawdzić dla jakich celów została przygotowana próbka przełomu: dla kontroli procesu technologicznego (nawęglania, hartowania, itp.), dla wykrycia wad wewnętrznych (nieciągłości, rzadzizny, itp.), czy przełom powstał w wyniku awaryjnego zniszczenia elementu maszyny.

2.2.2. Określić charakter przełomu: doraźny - zmęczeniowy, kruchy - ciągliwy, międzykrystaliczny – transkrystaliczny.

2.2.3. Ocenie na powierzchni przełomu podlegają: wielkość ziarna, udział powierzchni przełomu ciągliwego w badanej próbce, dendrytyczność, ewentualne wtrącenia i rzadzizny; dla kontroli procesów technologicznych - grubość warstwy nawęglonej, zahartowanej, przegrzanej; dla

© Copyright by S. Szewczyk, Lublin University of Technology, 2016

przełomów zmęczeniowych – ognisko złomu (początek pękania), strefa przyogniskowa, uskoki pierwotne, linie zmęczeniowe, uskoki wtórne, strefa resztkowa.

2.3. Badania przekrojów – zgładów makroskopowych

2.3.1. Wykonanie zgładów makroskopowych: cięcie w zaplanowanym miejscu, wygładzanie wstępne pilnikiem i szlifowanie na papierach o ziarnistości 100, 200, 300 do 400.

2.3.2. Wykrywanie nieciągłości materiału: obserwować nietrawioną powierzchnię zgładu okiem nieuzbrojonym lub przy użyciu lupy, a następnie po wytrawieniu odpowiednimi odczynnikami przedstawionymi w tablicy 1.

2.3.3. Ujawnianie struktury pierwotnej

Możliwość ujawnienia struktury pierwotnej daje zróżnicowanie (segregacja) składu chemicznego zarówno w obrębie poszczególnych kryształów, jak i w przestrzeniach między nimi (wzbogaconych w składniki i domieszki niżej topliwe). Makroskopowe efekty segregacji nie zanikają w czasie stygnięcia po zakończeniu krystalizacji. Struktura pierwotna posiada kryształy (ziarna) kształtem zbliżone do równoosiowego lub mniej albo bardziej wyraziście rozwinięte dendryty. W stalach i staliwach wyjątkową skłonność do segregacji wykazuje fosfor, który znacznie zwiększa kruchość na zimno.

Do wykrywania struktury pierwotnej należy stosować odczynniki podane w tablicy 1. Bezpośrednio przed przystąpieniem do badań, przeszlifowaną powierzchnię zgładu należy odtłuścić tamponem waty zmoczonym w alkoholu, wysuszyć w strumieniu ciepłego powietrza, a następnie wytrawić w warunkach zalecanych normami, np. przez zanurzenie lub przecieranie. Odczynnik powinien posiadać wymaganą temperaturę, czas trawienia określają odpowiednie normy. Trawienie próbek należy prowadzić wyłącznie w sprawnie działającym dygestorium. Obowiązkowo używać fartuchów i okularów ochronnych.

Zgład po wytrawieniu należy przemyć przez kilka minut strumieniem bieżącej wody, następnie kilka razy przetrzeć tamponem waty zmoczonym w alkoholu i suszyć strumieniem ciepłego powietrza. Wszystkie czynności związane z trawieniem wykonywać z użyciem szczypiec, pęsety i rękawic gumowych.

2.3.4. Wykrywanie niejednorodności składu chemicznego

Sposób rozmieszczenia siarki w wyrobach stalowych, związanej w postaci siarczków, ujawnia się w próbie Baumanna. Przed przystąpieniem do badań, przeszlifowaną powierzchnię zgładu należy odtłuścić tamponami waty zmoczonymi w alkoholu a następnie wysuszyć w strumieniu ciepłego powietrza.

© Copyright by S. Szewczyk, Lublin University of Technology, 2016

Warunki wykonania próby: Podstawowym materiałem jest papier fotograficzny bromosrebrowy odpowiedniego formatu, który najpierw moczy się w 5% roztworze wodnym kwasu siarkowego przez okres 2÷4 min. Po całkowitym nasiąknięciu układa się go emulsją do góry na równej płaszczyźnie, najlepiej na płycie szklanej pokrytej cienką wykładziną gumową. Następnie do emulsji papieru przykłada się uprzednio przygotowany zgład i dociska tak, aby bańki powietrza pomiędzy przylegającymi powierzchniami zostały wyciśnięte, Czas przylegania próbki do papieru powinien wynosić 5÷10 min. Należy zwracać uwagę, aby nie przesuwać próbki względem papieru, ponieważ odbitka ulega rozmyciu. Podczas wykonywania próby Baumanna, pomiędzy siarczkami (FeS i MnS) przeciętymi płaszczyzną makrozgładu, kwasem siarkowym i bromkiem srebra zawartym w emulsji fotograficznej, zachodzą następujące reakcje chemiczne:

$$FeS + H_2SO_4 \rightarrow H_2S + FeSO_4$$
$$MnS + H_2SO_4 \rightarrow H_2S + MnSO_4$$
$$2AgBr + H_2S \rightarrow Ag_2S + 2HBr$$

W ich rezultacie w miejscach kontaktu emulsji papieru z siarczkami powstają w niej brązowe plamki wywołane wydzieleniami siarczku srebra (Ag_2S), których rozkład, wielkość i kształt odwzorowują wiernie sposób rozmieszczenia wtrąceń siarczkowych na powierzchni makrozgładu.
Po ekspozycji papier należy dokładnie przepłukać w bieżącej wodzie celem całkowitego usunięcia kwasu siarkowego i utrwalać w utrwalaczu fotograficznym, przez co najmniej 10 min, Jeżeli utrwalacz mętnieje, świadczy to o niedokładnym wypłukaniu z papieru resztek H_2SO_4.
Utrwaloną odbitkę Baumanna płucze się przez kilka minut w bieżącej wodzie a w końcu suszy. Odbitka ujawnia dokładne rozmieszczenie siarczków i może posłużyć do analizy przeprowadzonych procesów technologicznych.

2.3.5. Wykrywanie linii płynięcia

Podczas obróbki plastycznej niejednorodność stopu pochodząca z natury krzepnięcia wlewka zostaje zniekształcona w kierunku płynięcia metalu, wskutek czego powstają linie płynięcia i włóknistość. Prowadzi to do anizotropii właściwości wyrobów walcowanych. Ujawnienia linii płynięcia można dokonać poprzez trawienie zgładu odpowiednimi odczynnikami zestawionymi w tablicy 1, w podobny sposób jak dla badań „Ujawnianie struktury pierwotnej”.

2.3.6. Próba głębokiego trawienia

Próba ta polega na trawieniu powierzchni wyrobów z tworzyw metalicznych, jak również powierzchni makrozgładów wykonywanych na całym

© Copyright by S. Szewczyk, Lublin University of Technology, 2016

przekroju wzdłużnym, stężonymi roztworami kwasów takich jak HCl, H_2SO_4 i HNO_3 (tablica 1). Wykonanie zgładu i przygotowanie jego powierzchni do trawienia powinno przebiegać wg zasad przedstawionych w punkcie 2.3.3. Trawienie próbek prowadzić wyłącznie w sprawnie działającym dygestorium pod kierunkiem pracownika technicznego lub prowadzącego zajęcia. Obowiązkowo używać środki ochrony osobistej: fartuchy ochronne, okulary ochronne, rękawice gumowe.

Odczynniki do głębokiego trawienia intensywnie wytrawiają wtrącenia niemetaliczne oraz poszerzają różnego rodzaju makroskopowe nieciągłości osnowy metalicznej. Dzięki temu ujawniają one oprócz struktury pierwotnej, segregacji strefowej i struktury włóknistej, również różnego rodzaju wady, takie jak: porowatość, pęcherze, skupiska wtrąceń niemetalicznych, pęknięcia oraz zawalcowania i zakucia.

Ważną informacją uzyskiwaną w próbie głębokiego trawienia jest ujawnienie przebiegu włókien w badanych elementach. Struktura włóknista powoduje anizotropię własności wytrzymałościowych i plastycznych. Własności te są znacznie większe wzdłuż niż w poprzek włókien. Należy o tym pamiętać przy projektowaniu silnie obciążonych elementów maszyn, zwłaszcza pracujących w warunkach obciążeń dynamicznych. Technologię produkcji takich części maszyn należy więc zaprojektować w taki sposób, aby kierunek włókien pokrywał się z kierunkiem maksymalnych naprężeń rozciągających. W takim przypadku optymalny układ włókien, który powinien być zgodny z obrysem takiego elementu, można zapewnić tylko wtedy, jeżeli zostanie on wykonany z półwyrobu w postaci odkuwki, przy prawidłowo zaprojektowanej technologii jej kucia lub prasowania.

W przypadku elementów konstrukcyjnych kształtowanych na drodze obróbki skrawaniem, przy wykorzystaniu półfabrykatów stalowych walcowanych na gorąco (pręty, płaskowniki), linie włókien są poprzecinane, co prowadzi do wystąpienia zjawiska działania karbu. Wytrzymałość zmęczeniowa takich elementów jest znacznie obniżona.

2.3.6. Wykrywanie niejednorodności budowy strukturalnej

Niejednorodność budowy strukturalnej spowodowana nawęglaniem, hartowaniem powierzchniowym, spawaniem lub miejscowym zgniotem może być wykryta na zgładzie przez trawienie 10% wodnym roztworem nadsiarczanu amonu. Wykonanie zgładu i przygotowanie jego powierzchni do trawienia powinno przebiegać wg zasad przedstawionych w punkcie 2.3.3.

2.3.7. Wykrywanie linii zgniotu: ślady pasm poślizgu obserwowane na powierzchni odkształconych próbek po przekroczeniu granicy plastyczno-

© Copyright by S. Szewczyk, Lublin University of Technology, 2016

ści na zimno, nazywane liniami zgniotu (pasma Lüdersa-Czernowa), wykrywa się przez trawienie odczynnikiem Fry'a, przedłużając czas trawienia do 30 min. Przebieg trawienia jak w punkcie 2.3.3.

2.4. Badania makroskopowe złącz spawanych

W badaniach makroskopowych złącz spawanych ujawnia się:

- błędy kształtu geometrycznego i wymiarów,
- wady budowy spoiny (przyklejenia i braki przetopu, podtopienia, wycieki, nadlewy lica, wklęśnięcia, nawisy),
- nieciągłości w spoinie (pęknięcia, porowatości, pęcherze, zażużlenia).

Do badań makroskopowych spoin należą:

a) Oględziny zewnętrzne: prawidłowość zestawienia części połączonych, pomiary lica i grani, ocena wad powierzchniowych - podtopienia, wycieki, nadlewy lica, wklęśnięcia, nawisy.

b) Badania makrozgładów: ocena kształtu spoiny, obecności wad wewnętrznych, jakości wtopienia (przyklejenia i braki przetopu).

Przed przystąpieniem do oceny spoin w przekroju poprzecznym, zgłady przygotowuje się (szlifuje, przemywa i odtłuszcza) jak w punkcie 2.3.3, następnie trawi w odczynniku Wagapowa o składzie:

część A - 50 cm^3 HNO_3 (1,4) + 50 cm^3 H_2O

część B - 50 cm^3 $CH_3COOH_{(lod)}$ + 50 cm^3 H_2O

Bezpośrednio przed użyciem część A i część B miesza się w stosunku 1:1. Trawienie w temperaturze otoczenia, czas trawienia 1÷5 min. Wytrawiony zgład przemywamy przez kilka minut strumieniem bieżącej wodzie, przecieramy tamponami waty zmoczonymi w alkoholu i suszymy w strumieniem ciepłego powietrza.

3. Opracowanie wyników i sprawozdania

Sprawozdanie z badań powinno zawierać następujące ważniejsze dane:

3.1. Temat i cel badań

3.2. Sposoby przygotowania preparatów, uzasadnienie metody badawczej, dobór odczynników do badań.

3.3. Opis przebiegu badań

3.4. Wykonane odbitki, szkice oraz rysunki makrostruktur z zaznaczonymi wadami

3.5. Analizę wyników badań i wnioski.

4. Materiały uzupełniające

4.1. Tablica 1. Odczynniki stosowane najczęściej w makroskopowych badaniach stopów żelaza

4.2. Polskie Normy:

PN-85/H-83105. Odlewy. Podział i terminologia wad.

PN-EN 10079: 1996. Stal. Półwyroby i wyroby walcowane. Terminologia.

PN-90/H-01103. Cechowanie stalowych półproduktów i wyrobów hutniczych.

© Copyright by S. Szewczyk, Lublin University of Technology, 2016

PN-EN 10163-1: 2007. Wymagania dotyczące stanu powierzchni przy dostawie stalowych blach grubych, blach uniwersalnych i kształtowników walcowanych na gorąco. Część 1: Wymagania ogólne.
PN-EN 10163-2: 2007. Wymagania dotyczące stanu powierzchni przy dostawie stalowych blach grubych, blach uniwersalnych i kształtowników walcowanych na gorąco. Część 2: Blachy grube i blachy uniwersalne.
PN-EN 10163-3: 2006. Wymagania dotyczące stanu powierzchni przy dostawie stalowych blach grubych, blach uniwersalnych i kształtowników walcowanych na gorąco. Część 3: Kształtowniki.
PN-EN 10254: 2002. Stalowe odkuwki matrycowane. Ogólne warunki techniczne dostawy.
PN-84/H-04507/00. Metale. Metalograficzne badania wielkości ziarna. Wytyczne ogólne.
PN-84/H-04507/03. Metale. Metalograficzne badania wielkości ziarna. Metoda makroskopowa określania wielkości byłego ziarna austenitu na przełomie.
PN-60/H-04508. Próba toczenia lub strugania schodkowego.
PN-60/H-04509. Próba przełomu niebieskiego.
PN-87/H-04514. Stal, staliwo i żeliwo. Badanie makrostruktury. Próba Baumanna.
PN-EN ISO 2639: 2005. Stale. Określanie i sprawdzanie grubości warstw nawęglonych i zahartowanych.
PN-57/H-04501. Badanie makrostruktury stali. Próba głębokiego trawienia.
PN-61/H-04502. Odczynniki do badania makrostruktury stopów żelaza.
PN-75/H-04511. Metale nieżelazne. Odczynniki do ujawniania makrostruktury.
PN-EN ISO 6520-1: 2009. Spawanie i procesy pokrewne. Klasyfikacja geometrycznych niezgodności spawalniczych w metalach. Część 1: Spawanie.
PN-EN ISO 6520-2: 2013. Spawanie i procesy pokrewne. Klasyfikacja geometrycznych niezgodności spawalniczych w metalach. Część 2: Zgrzewanie.

© Copyright by S. Szewczyk, Lublin University of Technology, 2016

Tablica 1. Odczynniki stosowane najczęściej w makroskopowych badaniach stopów żelaza

Odczynnik	Skład chemiczny	Przygotowanie próbki	Warunki trawienia	Zastosowanie
1	2	3	4	5
Anczyca	20 g siarczanu miedziowego 80 g chlorku amonu 1000 cm^3 wody	szlifowanie	20°C 0,5÷5 min	Ujawnianie segregacji fosforu, jak również węgla, ujawnianie struktury pierwotnej. Miejsca o podwyższonej zawartości fosforu ciemnieją.
Heyna	10 g chlorku miedziowo-amonowego 100 cm^3 wody			
Oberhoffera	0,5 g chlorku miedziowego 0,5 g chlorku cynowego 30 g chlorku żelazowego 500 cm^3 alkoholu etylowego 500 cm^3 wody 50 cm^3 kwasu solnego	polerowanie	20°C 10÷60 s	Ujawnianie segregacji fosforu, szczególne zastosowanie do ujawniania struktury pierwotnej. Miejsca o obniżonej zawartości fosforu ciemnieją.
Baumanna	5 cm^3 kwasu siarkowego 100 cm^3 wody	szlifowanie (struganie, toczenie)	20°C 5÷10 min	Ujawnianie segregacji siarki. Miejscom występowania siarczków na powierzchni próbki odpowiadają brązowe plamki siarczku srebra na papierze bromowo-srebrowym.
Nital	5 cm^3 kwasu azotowego 100 cm^3 alkoholu etylowego	polerowanie (szlifowanie)	20°C do kilku minut	Ujawnianie warstwy zahartowanej powierzchniowo, odwęglonej lub nawęglonej. Ujawnianie segregacji węglików po obróbce plastycznej.
Fry'a	45÷90 g chlorku miedziowego 120÷180 cm^3 kwasu solnego 100 cm^3 wody	szlifowanie	20°C 5÷30 min	Ujawnianie linii płynięcia w stalach niskowęglowych skłonnych do starzenia po zgniocie.

© Copyright by S. Szewczyk, Lublin University of Technology, 2016

Tablica 1. c.d.

1	2	3	4	5
Roztwór kwasu solnego	100 cm^3 kwasu solnego 100 cm^3 wody	szlifowanie (struganie, toczenie)	70°C 1÷3 h 70°C 2÷5 min	Do głębokiego trawienia stali węglowych i niskostopowych, ujawnianie wad i przebiegu włókien. Określanie grubości zahartowanej warstwy oraz ujawnianie miękkich plam na powierzchni.
Roztwór kwasu siarkowego	10-20 cm^3 H_2SO_4 90-80 cm^3 wody	szlifowanie (struganie, toczenie)	20°C do 20 h	Do głębokiego trawienia stali węglowych i niskostopowych, ujawnianie nieciągłości materiału, przebiegu włókien, wytrawianie wtrąceń niemetalicznych. Stosowany do dużych przedmiotów.
Roztwór kwasu azotowego	25 cm^3 kwasu azotowego 75 cm^3 wody			
Jacewicza	12 cm^3 kwasu siarkowego 38 cm^3 kwasu solnego 50 cm^3 wody	szlifowanie (struganie, toczenie)	w temp. 60÷70°C do 1 h	Do głębokiego trawienia, szczególnie stali stopowych. Roztrawia nieciągłości materiału i większe skupiska wtrąceń niemetalicznych. Ujawnia włóknistość w odkuwkach.
Adlera	3 g chlorku miedziowo-amonowego 25 cm^3 wody Po rozpuszczeniu dodać 50 cm^3 kwasu solnego i 15g chlorku żelazowego	szlifowanie (polerowanie)	20°C 1÷2 min	Trawienie spoin. Wyraźnie ujawnia warstwy spoiny i strefę wpływu ciepła.
Roztwór nadsiarczanu amonu	10 g nadsiarczanu amonu 90 cm^3 wody	szlifowanie	20°C 1÷2 min	Ujawnianie wielkości ziarna w niskowęglowych stalach gruboziarnistych i makrostruktury złącz spawanych.
Roztwór chlorku miedziowo-amonowego	nasycony roztwór wodny chlorku miedziowo-amonowego	szlifowanie	20°C 1÷2 min	Wytrawianie pęknięć wodorowych (płatków śnieżnych).

© Copyright by S. Szewczyk, Lublin University of Technology, 2016