

12. BADANIA CIEPLNE METALI I STOPÓW

12.1. Zastosowania badań cieplnych

Przemiany fazowe, które obserwujemy w stopach zachodzą pod wpływem zmiany termodynamicznych warunków układu. Przejściu jednej fazy w drugą towarzyszy efekt cieplny wydzielania lub pochłaniania ciepła, który jest znaczny przy jednoczesnej zmianie stanu skupienia np. przy krzepnięciu roztworu i nieznaczny przy przemianach fazowych w stanie stałym. Zmianom tym towarzyszy również skokowa zmiana własności fizycznych np. rozszerzalności cieplnej, przewodnictwa elektrycznego lub własności magnetycznych. Mierząc te własności w zmiennej temperaturze lub dokonując pomiaru temperatury w zakresach w których zachodzą efekty cieplne można określić zakres istnienia poszczególnych faz w danym stopie. Wyznaczanie temperatur, w których zachodzą efekty cieplne, nazywamy analizą cieplną a pomiar pewnej własności fizycznej w zmiennej temperaturze w zależności od tej własności fizycznej nazywamy, przy pomiarach rozszerzalności cieplnej – analizą dylatometryczną, oporu elektrycznego właściwego (ρ) – badaniami elektrycznymi, namagnesowania nasycenia (I_s) – badaniami magnetycznymi. Wymienione badania cieplne przeprowadza się dla ustalenia temperatur przemian fazowych w warunkach równowagi termodynamicznej i wykorzystuje do budowy układów równowagi. Mają one zasadnicze znaczenie przy projektowaniu obróbki cieplnej a zwłaszcza hartowaniu stali oraz służą do określania temperatur krytycznych w stalach, opracowywania wykresów kinetyki przemian przechłodzonego austenitu, badania przemian zachodzących w stali podczas odpuszczania, określanie współczynnika rozszerzalności liniowej i in. Można je również wykorzystać do określania składu chemicznego prostych stopów o ile znane są układy równowagi tych stopów. Umożliwiają obliczenie objętościowego efektu przemiany fazowej i ilościową ocenę udziału poszczególnych faz. Potwierdzeniem poprawności badań cieplnych są jakościowe i ilościowe badania metalograficzne.

12.2. Termodynamiczne podstawy przemian fazowych

Przemiany fazowe stanowią istotną część wielu procesów technologicznych. Należą do zjawisk fizycznych zachodzących pod wpływem termodynamicznych warunków

układu. Układem nazywamy zbiór faz, znajdujących się między sobą w stanie równowagi termodynamicznej, której kryterium stanowi energia swobodna. Układy dążąc do niższej energii swobodnej dają możliwość przewidywania, poprzez obliczenie tej energii, jakie fazy będą w równowadze przy danej temperaturze a więc struktury stopu. Jeżeli układ znajduje się w stałej temperaturze (T) i objętości (V), równowaga jest opisywana za pomocą tzw. energii swobodnej Helmholtza

$$F = E - TS$$

gdzie:

E – energia wewnętrzna,

S – entropia.

Przy stałej temperaturze (T) i ciśnieniu (P) równowagę opisuje energia swobodna Gibbsa (zwana także potencjałem termodynamicznym).

$$G = F + PV = E - TS + PV$$

W zagadnieniach fizyki ciała stałego, w zakresie niezbyt wysokich ciśnień, biorąc pod uwagę nieznaczne zmiany objętości, można bez większego błędu posługiwać się zarówno energią swobodną jak też entalpią swobodną. Ogólne zasady warunkujące współistnienia trwałych faz odpowiadających teoretycznym warunkom równowagi można wyrazić matematycznie w postaci zwanej regułą faz lub regułą Gibbsa, która w wielu zastosowaniach, szczególnie dla badań metaloznawczych przyjmuje postać:

$$S = n - f + 1$$

gdzie:

S – liczba stopni swobody,

n – liczba składników,

f – liczba faz.

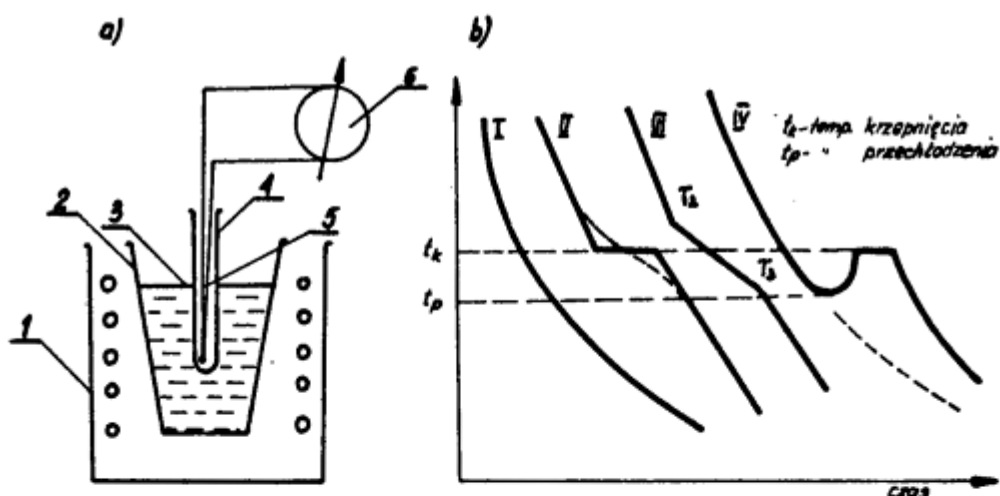
Określa ona ilościową zależność między liczbą stopni swobody danego układu a liczbą jego faz i składników. Liczbą stopni swobody układu nazywamy liczbę zewnętrznych i wewnętrznych czynników (temperatura, ciśnienie i skład), które można zmieniać nie powodując zmiany liczby faz w danym układzie. Reguła faz oddaje duże usługi przy analizowaniu układów równowagi. Pozwala przewidzieć w jakich temperaturach przebiegają przemiany fazowe jak również określić czynniki mogące podczas tych przemian ulegać pewnym zmianom bez naruszania stanu równowagi.

12.3. Metody badania przemian fazowych

12.3.1. Analiza cieplna

Analiza cieplna wykorzystuje fakt, że każda przemiana związana jest z wydzielaniem

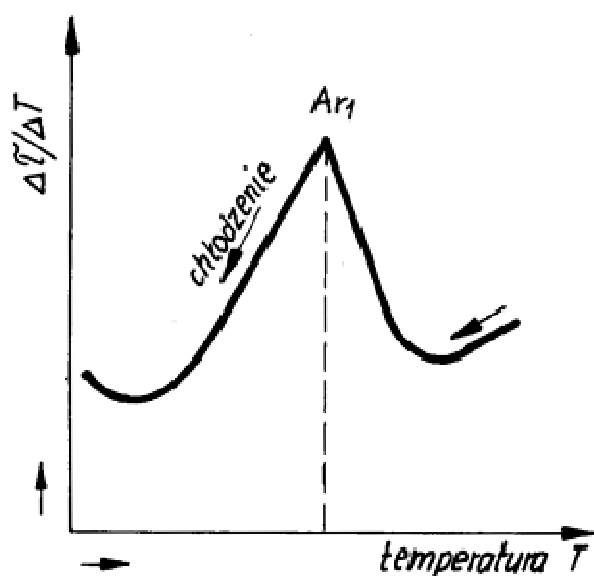
lub pochłonięciem ciepła przy jej przejściu ze stanu ciekłego do stałego i odwrotnie. To utajone ciepło przemiany wydziela się przy chłodzeniu i jest pochłaniane przy nagrzewaniu w ilości proporcjonalnej do objętości materiału, która uległa przemianie. Najprostszą metodą analizy cieplnej jest sporządzenie krzywych nagrzewania lub chłodzenia w układzie temperatura – czas w oparciu o rejestrację temperatury ciała badanego co pewien ściśle określony okres czasu. Efekty wydzielania ujawniają się na tych krzywych nieciągłością zmian temperatury w czasie, z których można określić temperaturę lub zakres temperatur tej przemiany. Punkty krzywych termicznych, w których zachodzą gruntowne zmiany szybkości nagrzewania czy chłodzenia noszą nazwę "punktów krytycznych" względnie "punktów przełomowych" a odpowiadające im temperatury "temperatur krytycznych". Temperatury przemian czyli punkty krytyczne przyjęto oznaczać według F. Osmonda literą A (arret – przystanek), przy czym do litery A dodaje się literę c – gdy przemianę wyznaczono przy nagrzewaniu (chauffage – ogrzewanie) lub r – gdy przemianę ustalono przy oziębieniu (refroidissement – oziębienie). Odróżnienie to jest konieczne, gdyż przemiany te nie zawsze zachodzą w tych samych temperaturach i często następuje opóźnienie przemiany, szczególnie przy oziębieniu (histereza cieplna). Poza tym oznaczenie to wskazuje kierunek przemiany, np. Ar_3 wskazuje przemianę żelaza Fe_{γ} (C) w żelazo Fe_{α} (C) a nie odwrotnie. Schemat stanowiska do analizy cieplnej przedstawia rys. 12.1.a, a schematy krzywych chłodzenia ze stanu ciekłego rys. 12.1.b.



Rys. 12.1. a/ Schemat urządzenia do analizy cieplnej stopu: 1 – piec, 2 – tygiel, 3 – badany stop, 4 – rurka ceramiczna, 5 – termoelement, 6 – miliwoltomierz, b/ Krzywe chłodzenia: I – ciała bezpostaciowego, II – ciała krystalicznego, III – stopu, IV – z przechłodzeniem

Badany stop (3) nagrzewa się lub chłodzi w piecu (1) ze stałą szybkością do określonej temperatury, którą mierzy się w stałych odstępach czasu termoelementem (5) połączonym z miliwoltomierzem (6). Wyniki pomiarów umożliwiają sporządzenie wykresów chłodzenia lub nagrzewania stopu w układzie temperatura – czas, co ilustruje

rys. 12.1.b. Krzywa I przedstawia chłodzenie materiału nie wykazującego żadnych przemian fazowych, krzywa II określa przebieg chłodzenia czystych metali, związków jonowych a także mieszanin o składzie eutektycznym. Krzywa III odnosi się do stopów krzepnących w pewnym zakresie temperatur od T_2 do T_3 . Przystanek temperatury nie zawsze posiada poziomy przebieg. Wynika to najczęściej ze zjawiska przechłodzenia cieczy co obrazuje krzywa IV. Przemiany występujące w stanie stałym charakteryzują się na ogół nieznacznym efektem cieplnym przemiany i zjawisko przechłodzenia czy przegrzania występuje tym wyraźniej im większa jest szybkość nagrzewania czy chłodzenia. Punkty przelomowe odczytane z wykresów nagrzewania lub chłodzenia nanosi się na wspólny wykres w układzie stężenie—temperatura. Po połączeniu punktów liniami i opisie pól fazami, jakie istnieją w tym zakresie stężeń i temperatur otrzymujemy wykres równowagi fazowej. Do wyznaczania przemian fazowych, charakteryzujących się nieznacznymi efektami cieplnymi należy stosować bardziej czułe metody jak krzywą Osmonda lub termiczną analizę różnicową Roberts-Austena. W metodzie Osmonda, jako



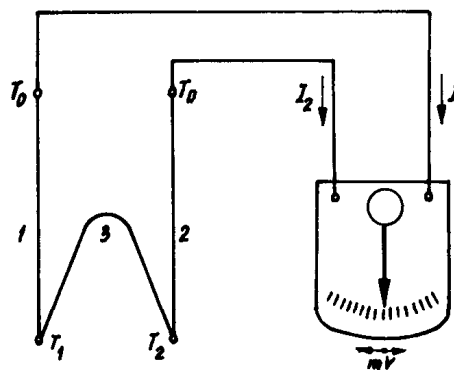
Rys. 12.2. Krzywa Osmonda

wielkość mierzoną bierze się czas $\Delta \tau$ (w sek) potrzebny do osiągnięcia przez stop spadku lub podniesienia temperatury materiału badanego o założony interwał temperatury ΔT (np. 5° lub 10° C). Wyniki nanosi się na wykres w układzie $\Delta \tau / \Delta T$ w funkcji temperatury (rys. 12.2) Temperaturze przemiany fazowej odpowiadają punkty ekstremalne na krzywej (na rys. 12.2. jest nim punkt Ar_1). Zwiększenie dokładności pomiarów osiąga się przez zastosowanie metody termicznej różnicowej, osiągananej za pomocą termopary różnicowej Roberts-Austena. Budowę takiej termopary przedstawia rys. 12.3.

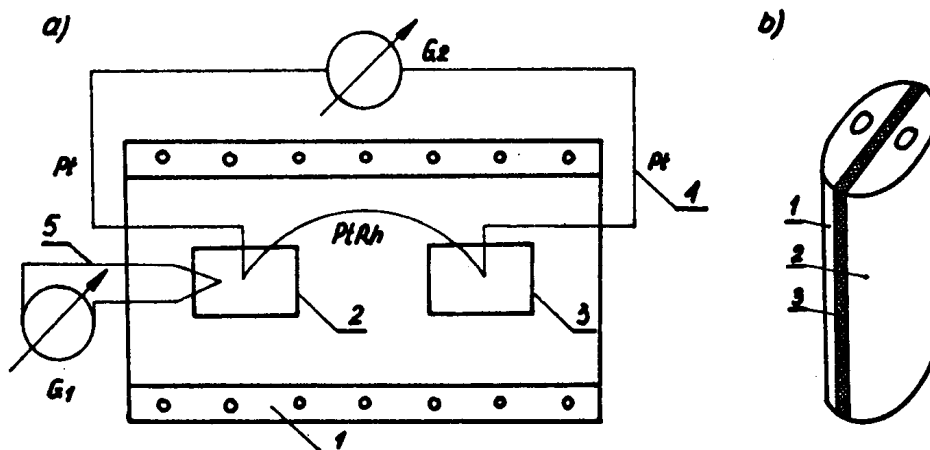
Termopara różnicowa R-A składa się z dwóch drutów platynowych (1, 2) i trzeciego wykonanego z platyny i rodu (3). Stanowi ona podwójną termoparę posiadającą dwa spojenia gorące T_1 i T_2 . Przy nagrzewaniu tych spojeń powstają siły elektromotoryczne E_1 i E_2 , które dają prądy I_1 i I_2 , wzajemnie przeciwne co do kierunku. Siły elektromotoryczne, powstające na spojeniach tej termopary, zależne są od różnicy temperatur $(T_1 - T_0)$ i $(T_2 - T_0)$ spojeń zimnych i gorących. Jeżeli utrzymuje się stałą temperaturę spojeń zimnych to w razie, gdy spojenia gorące będą posiadały jednakową temperaturę ($T_1 = T_2$), siły elektromotoryczne E_1 i E_2 także będą równe i w obwodzie otrzyma się równe prądy I_1 i I_2 , ale skierowane w przeciwnych kierunkach. Wskazówka galwano-

metru nie wychyli się. W tym pirometrze wskazówka galwanometru wychyla się tylko przy występowaniu różnicy temperatur w gorących spojeniach termopary. Badanie przemian fazowych za pomocą termopary różnicowej jak również kształt stosowanych próbek przedstawia schematycznie rys. 12.4.a. i b.

Urządzenie do badania metodą R-A składa się z pieca (1), w których umieszczone są dwie próbki: badana (2) i wzorcowa (3). Gorące spojenia termopary wprowadza się jedno do próbki wzorcowej (3) drugie do badanej (2). Siły termoelektryczne są przeciwnie skierowane i galwanometr G_2 nie wychyli się tak długo, jak długo próbki (2) i (3) będą miały jednakową temperaturę. Gdy w badanej próbce nastąpi przemiana, zaczyna ona pochłaniać ciepło dostarczone. Temperatura próbki badanej jest stała. We wzorcu przemiana nie zachodzi a dostarczone ciepło jest zużywane



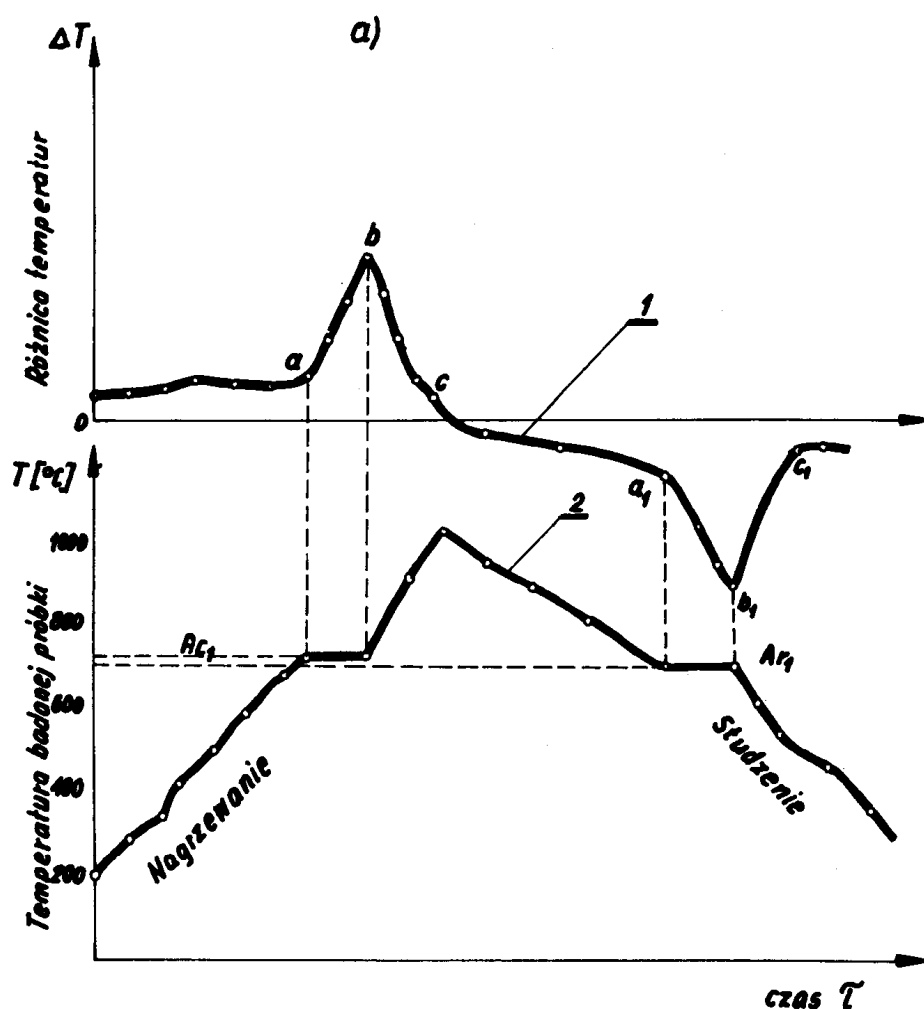
Rys. 12.3. Termopara różnicowa Roberts-Austena. 1, 2 – druty platynowe, 3 – drut Pt10Rh, T_1 , T_2 – spojenia grzejne, T_0 – spojenia zimne



Rys. 12.4. a/ Metoda różnicowa Roberts-Austena: 1 – piec, 2 – próbka badana, 3 – próbka wzorcowa, 4 – termopara różnicowa, 5 – termopara mierząca temperaturę próbki badanej. b/ Kształt próbek: 1 – próbka wzorcowa, 2 – próbka badana, 3 – przekładka azbestowa

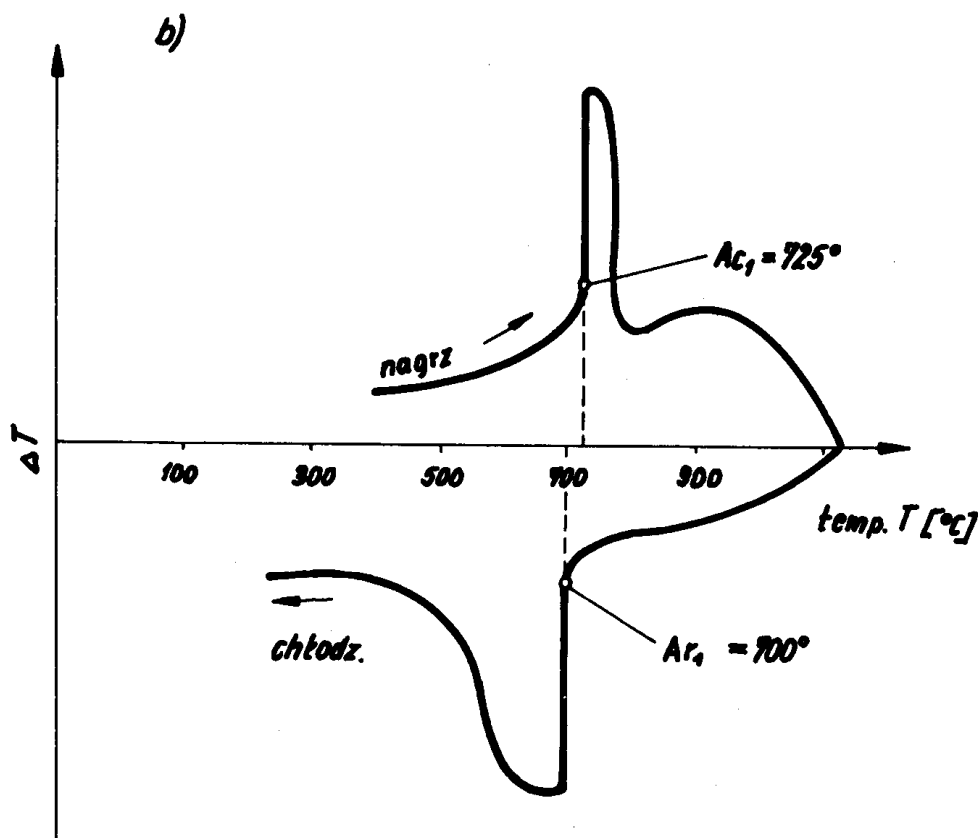
na podwyższenie jej temperatury. Powstała różnica temperatur $\Delta T = T_2 - T_3$ oznacza, że w próbce badanej zachodzi przemiana, co wskazuje wychylenie wskazówki galwanometru G_2 . Galwanometr G_1 wskazuje aktualną temperaturę próbki badanej (2). Próbka wzorcowa powinna mieć identyczne wymiary, powierzchnię, ciepło właściwe i przewodnictwo cieplne jak próbka badana i nie podlegać przemianom w badanym przedziale

temperatur. Najczęściej jako wzorzec stosuje się nikiel lub stop bogaty w nikiel, fosfor i miedź elektrolityczną. Na podstawie danych z zapisu wykreśla się krzywą, z której wnioskuje się o położeniu punktów krytycznych. Wykres oparty na wynikach badań wg tej metody dla stali eutektoidalnej przedstawia rys. 12.5.a. W celu określenia punktów krytycznych należy przez punkty a i b górnej krzywej (rys. 12.5.a) poprowadzić proste równoległe do osi rzędnych, do przecięcia z dolną krzywą temperatur, a z otrzymanych punktów proste równoległe do osi odciętych w kierunku rzędnej. Zamiast rozpatrywanych dwóch krzywych można wykreślić tylko jedną krzywą w układzie różnica temperatur – temperatura (rys. 12.5.b.). Temperatury krytyczne odczytujemy w miejscach pików na krzywej różnicowej. Za początek przemiany przyjmuje się moment wyraźnej zmiany nachylenia krzywej różnicowej a szczyt pików odpowiada końcowi przemiany.



Rys. 12.5.a. Krzywe różnicowe nagrzewania i chłodzenia stali eutektoidalnej otrzymane metodą Roberts-Austena. Krzywa 1. Zależność $\Delta T = f(\tau)$. Krzywa 2. Zależność $T = f(\tau)$

Metoda ta daje bardzo dobre wyniki, szczególnie gdy zastosuje się galwanometr zwierciadłowy jak to ma miejsce w metodzie Kurnakowa.



Rys. 12.5.b. Krzywe różnicowe nagrzewania i chłodzenia stali eutektoidalnej otrzymane metodą Roberts-Austena. Zależność $\Delta T = f(T)$

12.3.2. Badania dylatometryczne

Polegają na pomiarze i rejestracji zmian objętości badanej próbki w funkcji temperatury lub czasu (przy stałej temperaturze) albo jednocześnie w funkcji temperatury i czasu. Najczęściej dokonuje się pomiaru i rejestracji zmian jednego wymiaru próbki np. długości. Liniowe wydłużenie cieplne ciała, spowodowane przyrostem temperatury, dT można przedstawić wzorem:

$$\frac{dL}{L} = a dT$$

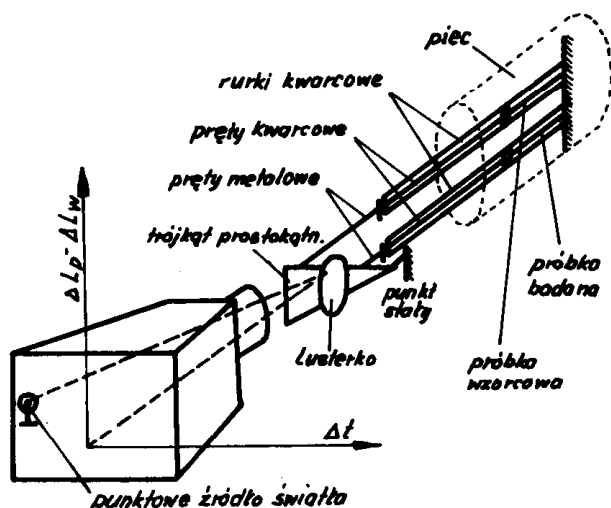
gdzie:

L – długość w danej temperaturze

dL – zmiana długości spowodowane zmianą temperatury dT

a – współczynnik cieplnej rozszerzalności liniowej

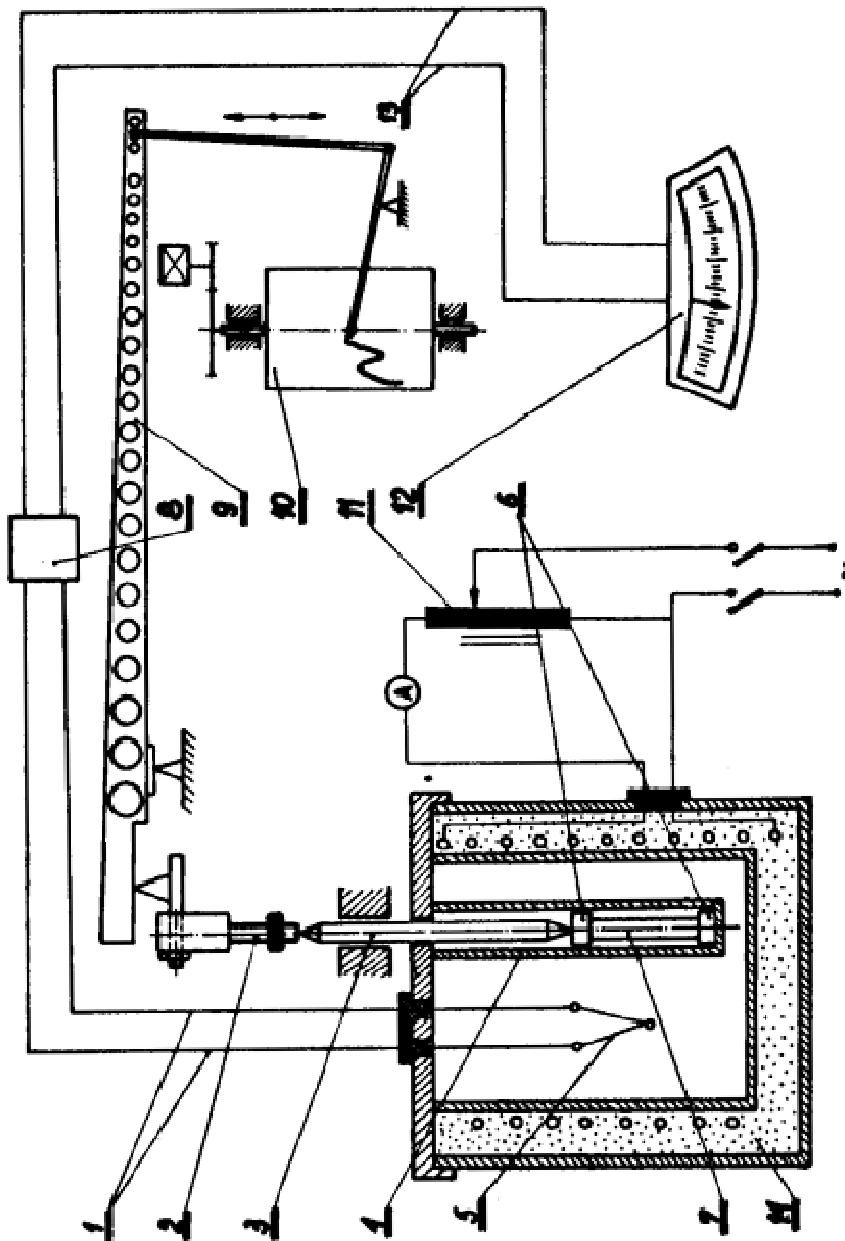
Przy równomiernym nagrzewaniu próbki i założeniu, że α jest wielkością stałą, powyższa zależność dla stopów nie wykazujących przemian fazowych przedstawia linię prostą. Krzywe zmian długości próbki z temperaturą rejestrują urządzenia zwane dylatometrami. Wszystkie rozwiązania konstrukcyjne dylatometrów do badania metali i stopów są oparte na podobnej zasadzie działania. Badana próbka, umieszczona w uchwycie kwarcowym lub ze spiekanego tlenku glinu jest nagrzewana lub chłodzona z określoną szybkością albo wytrzymywana przy stałej temperaturze. Zmiany długości próbki są przekazywane do urządzenia powiększającego i rejestrującego te zmiany w funkcji temperatury próbki lub czasu. Typ dylatomtru wiąże się ze sposobem pomiaru wydłużenia próbki (dylatometr bezwzględny lub różnicowy) lub powiększenia wydłużenia próbki (dylatometr mechaniczny, optyczny itp.). Najbardziej rozpowszechnione są dylatometry różnicowe typu Chevenarda z rejestracją optyczną rys. 12.6.



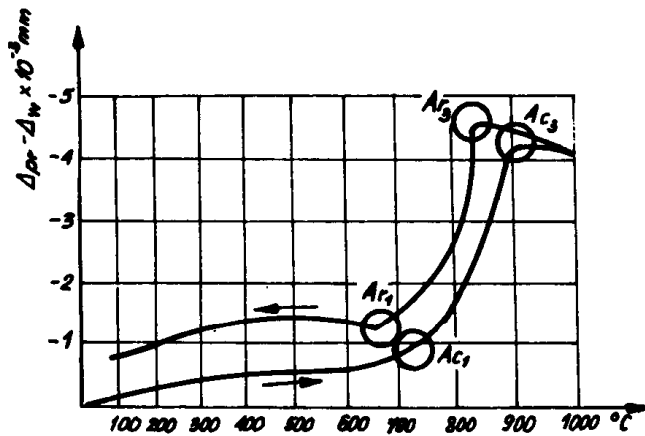
Rys. 12.6. Ideowy schemat dylatomtru Chevenarda

Dwie próbki w kształcie pręcików o średnicy 4 mm i długości 50 mm umieszcza się w rurkach kwarcowych. Jedna wykonana jest z materiału badanego, druga – wzorcowa, charakteryzuje się nieznaczną liniową zmianą współczynnika rozszerzalności cieplnej przy nagrzewaniu i chłodzeniu, najczęściej wykonana ze stopu o składzie 82% Ni, 7% Cr, 5% W, 3% Mn, 3% Fe, którego współczynnik cieplnej rozszerzalności liniowej zmienia się w zakresie 0–1000^o C od $12,58 \cdot 10^{-6}$ do $21,24 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Zmiany dL próbek są przenoszone za pomocą pręcików kwarcowych na przegubowo umocowane lusterko.

Promień świetlny odbijając się od lusterka, rejestruje na błonie fotograficznej różnicę długości pomiędzy próbką badaną a wzorcową w funkcji temperatury (rys. 12.7). Typ dylatomtru bezwzględnego Ulbrichta o przekładni mechanicznej przedstawia rys. 12.8. Rejestrowane na dylatogramach zmiany długości próbki są funkcją zmian jej temperatury stąd na jakość dylatogramu wpływają błędy w układzie pomiarowym i rejestrującym wydłużenie i temperaturę a dokładność uzyskanych wyników będzie zależeć od konstrukcji dylatomtru jak i sposobu prowadzenia próby. Podstawowe znaczenie ma również interpretacja dylatogramów. Temperaturę punktów przełomowych z dylatogramów wyznacza się zwykle metodą graficzną. Według PN-68/H-04500 za temperaturę początku przemiany należy uważać początek zmiany kierunku krzywej dylatometrycznej wyznaczonej za pomocą stycznej do niej, natomiast za temperaturę końca przemiany

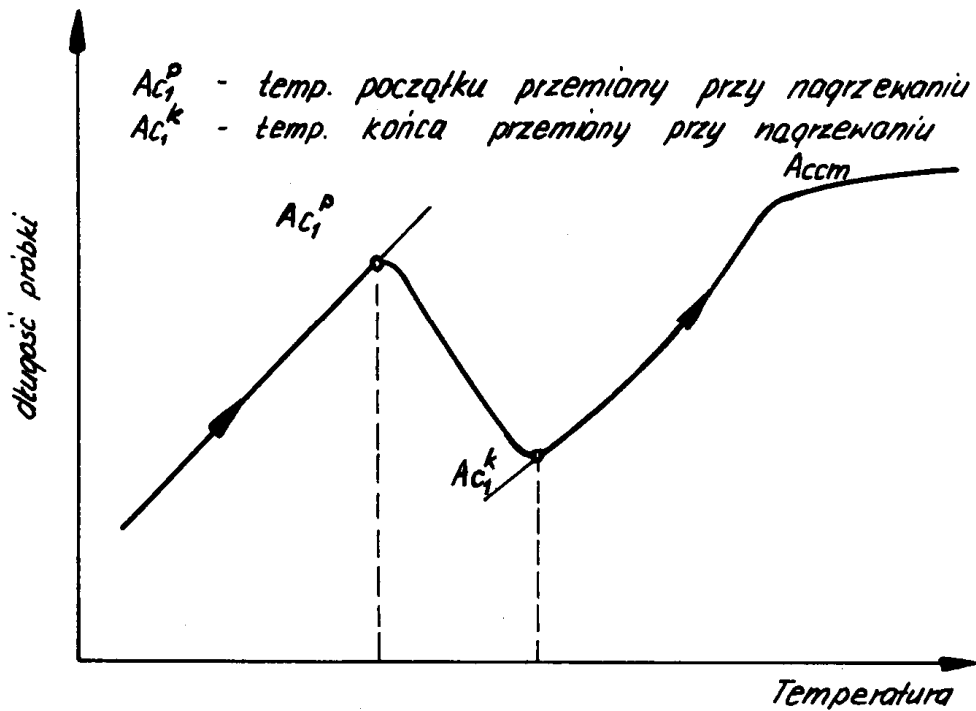


Rys. 12.8. Schemat działania dylatometru bezwzględnego Ulbrichta o przekładni mechanicznej. 1 – przewody kompensacyjne, 2 – śruba dociskowa, 3 – pręt kwarcowy, 4 – rura kwarcowa, 5 – termoelement, 6 – wkładki kwarcowe, 7 – próbka badana, 8 – puszka kompensacyjna, 9 – zespół dźwigni, 10 – urządzenie rejestrujące, 11 – autotransformator, 12 – wskaźnik temperatury, 13 – przewody łączące, 14 – piec ze spiralą grzejną



Rys. 12.7. Krzywa dylatometryczna stali węglowej otrzymana za pomocą dylatometru różnicowego Chevenarda

należy uważać punkt przejścia krzywej lub załamanie dylatogramu w linię zbliżoną do prostej, wyznaczonej za pomocą stycznej. Określając punkt przełomowy można postąpić się albo kryterium początku albo kryterium końca przemiany, w zależności od tego, którą ze stycznych można wykreślić z większą dokładnością. Sposób określania punktów krytycznych ilustruje rys. 12.9. Określając zakresy przemiany należy posłużyć się obydwooma kryteriami.

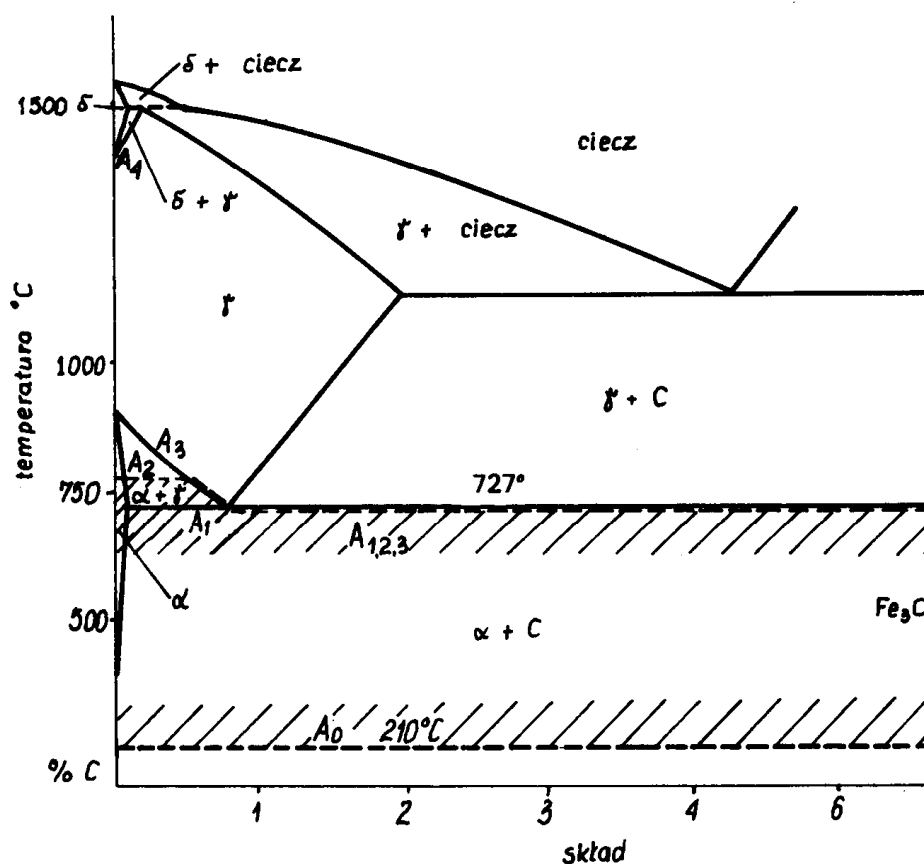


Rys. 12.9. Dylatometryczny wykres przemiany perlitycznej w stali nadeutektoidalnej

12.3.3. Inne metody analizy termicznej

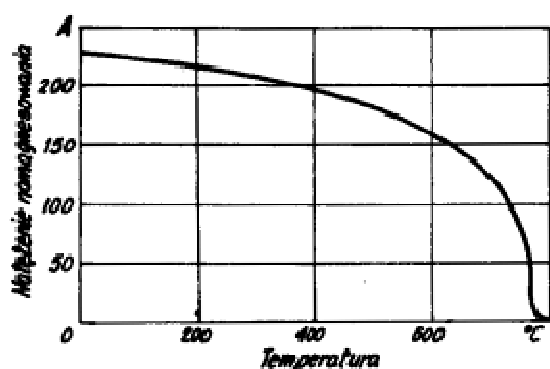
Badania magnetyczne – polegające na pomiarze zmian własności magnetycznych jak

namagnesowanie nasycenia I_s i temperatury Curie T_c można wykorzystać do analizy fazowej stopów, badań układów równowagi, rozpadu przesyconych roztworów stałych, przemian fazowych leżących poniżej punktu Curie i wykazujących wyraźną zmianę własności magnetycznych. Przemiana magnetyczna paramagnetycznego żelaza na żelazo ferromagnetyczne, zachodząca w temperaturze 768°C i oznaczona przez A_2 , zachodzi w stopach żelazo–cementyt początkowo w stałej temperaturze 768°C do zawartości około 0,5% C, a następnie w temperaturach zmiennych od 768° do 727°C wzdłuż linii OS przy zawartości C od około 0,5 do około 0,8%, co ilustruje rys. 12.10. Na krzywej magnetycznej czystego żelaza (rys. 12.11.) punkt Curie charakteryzuje gwałtowny spadek własności magnetycznych w temperaturze 768°C . Podobne zjawisko obserwujemy przy przemianie $\text{Fe}_\gamma(\text{C}) \rightleftharpoons \text{Fe}_\alpha(\text{C}) + \text{Fe}_3\text{C}$ dla stopów o zawartości węgla powyżej 0,5% w układzie $\text{Fe} - \text{Fe}_3\text{C}$.



Rys. 12.10. Zmiany własności magnetycznych stopów w układzie równowagi fazowej $\text{Fe}-\text{Fe}_3\text{C}$

Badania elektryczne. Badanie przemian fazowych zachodzących w stopach umożliwia zależność oporu elektrycznego właściwego ρ stopów od ich składu, struktury, defektów budowy krystalicznej, dyspersji wydzieli i temperatury. Wykresy zmian ρ w



Rys. 12.11. Natężenie namagnesowania czystego żelaza w zależności od temperatury przy natężeniu pola magnetycznego 1300 Oe

funkcji temperatury wykazują przy przemianach fazowych wyraźny skok wielkości oporu ρ w określonych temperaturach.

Obecnie produkowane są urządzenia pozwalające na równoczesne zastosowanie kilku metod analizy termicznej np. termoanalizator firmy Mettler ze Szwajcarii jak również deriyatograf produkcji MOM—Budapest z Węgier. Dzięki uniwersalności konstrukcji urządzenia te nadają się do rozwiązywania problemów w bardzo wielu dziedzinach wiedzy.

12.4. Przebieg ćwiczenia

12.4.1. Wyznaczanie temperatur przemian fazowych w metalach i stopach metodą dylatometryczną

A. Cel ćwiczenia

Śledzenie procesu przemian fazowych w stanie stałym przy użyciu dylatomtru.

B. Urządzenia i materiały do badań

Dylatometr bezwzględny Ulbrichta typ U330, próbki stalowe gat. 45, ŁH15, żelaza Armco, 20, 30H, NB, 1H18N9T, żeliwne ZI200, Zs40012, Zcc35010, PN—68/H—04500, "Badania dylatometryczne metali i ich stopów", instrukcja obsługi dylatomtru. Papier milimetrowy.

C. Przebieg badań

Przy badaniach dylatometrycznych należy:

- zapoznać się z instrukcją obsługi urządzenia,
- włożyć próbkę,
- przygotować urządzenie do wyznaczania temperatur punktów przełomowych przy nagrzewaniu. Włączyć grzanie pieca. Po osiągnięciu temperatury 600° C należy założyć na bęben papier z siatką współrzędnych wydłużenie—czas, wyregulować nacisk stalówki i włączyć mechanizm piszący. Regulować natężenie prądu zasilającego piec tak by szybkość grzania wynosiła około 5° C/min. Obserwując działanie mechanizmu piszącego zapisywać co 1 min. temperaturę i wydłużenie próbki aż do osiągnięcia temperatury 840° C. Z chwilą osiągnięcia temperatury 840° C zmniejszyć natężenie prądu do 1,2 A i przystąpić do wyznaczania temperatur punktów przełomowych przy studzeniu. W tym celu należy, obserwując działanie mecha-

nizmu piszącego zapisywać co 1 min. wydłużenie i temperaturę próbki aż do osiągnięcia temperatury 600^o C. Wyłączyć dylatometr.

- wyniki pomiarów zapisywać w tabelce,
- w oparciu o sporządzony równolegle wykres i wyniki pomiarów wykreślić na papierze milimetrowym, zależność wydłużenia względnego próbki od temperatury $\Delta L = f(T)$.

D. Opracowanie wyników i sprawozdania

Jak w punkcie 12.4.2.D.

12.4.2. Wyznaczanie temperatur przemian fazowych w metalach i stopach metodą analizy cieplnej

A. Cel ćwiczenia

Śledzenie procesu przemian fazowych w stanie stałym przy użyciu termicznej różnicowej metody Roberts-Austena.

B. Urządzenia i materiały do badań

Termopara różnicowa, próbka wzorcowa, próbki stalowe gat. 45, ŁH15, żelazo Armco, 20, 30H, N8, 1H18N9T, żeliwa ZL 200, Zs 40012, Zcc35010, PN-68/H-04500 "Badania dylatometryczne metali i ich stopów", instrukcja obsługi termopary różnicowej. Papier milimetrowy.

C. Przebieg badań

Przy badaniach metodą termiczną różnicową należy:

- zapoznać się z instrukcją obsługi urządzenia,
- włożyć próbkę,
- przygotować przyrząd do wyznaczenia temperatury punktów przełomowych przy nagrzewaniu: włączyć piec do autotransformatora, włączyć do sieci oświetlacz galwanometru. Ustawić galwanometr w położeniu zerowym. Nagrzać piec do temperatury 675^o C (6,00 mV) i wygrzać w tej temperaturze 30 min. Po ustaleniu się plamki świetlnej galwanometru na listwie pomiarowej notować co 30 sek. wskazania miliwoltomierza i wychylenia galwanometru. Z chwilą osiągnięcia temperatury 860^o C (8,00 mV) przystąpić do wyznaczenia temperatur punktów przełomowych stali przy studzeniu. Należy w tym celu wyłączyć grzanie pieca. Co 30 sek. notować wskazania miliwoltomierza i wychylenia galwanometru. Z chwilą osiągnięcia temperatury 675^o C (6,00 mV) przerwać obserwację,
- wyniki pomiarów zapisywać w tabelce,
- dokonać przeliczenia mV na temperaturę w ^oC (uwzględniając poprawkę na zimne końce),

- na podstawie dokonanych pomiarów wykonać na papierze milimetrowym wykres Roberts-Austena we współrzędnych wychylenia galwanometru (e) – temperatura (T), $e = f(T)$.

D. Opracowanie wyników i sprawozdania

Sprawozdanie z badań powinno zawierać następujące punkty:

- cel badań, przedmiot badań, spis literatury pomocniczej,
- dobór metody badawczej, schemat ideowy zastosowanego do badań urządzenia,
- opis przebiegu badań,
- wyniki badań winny zawierać tablice pomiarów, wykresy zależności $\Delta L = f(T)$ lub $e = f(T)$ (w zależności od zastosowanej metody badań) oraz określone z tych wykresów temperatury przemian fazowych. Dla metody dylatometrycznej należy również obliczyć średni współczynnik cieplnej rozszerzalności liniowej α , w podanym przez prowadzącego zakresie temperatur, obliczonym z wzoru:

$$\alpha = \frac{L}{m L_0 \Delta T} + \alpha'$$

α' – współczynnik rozszerzalności liniowej kwarcu równy $0,54 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$,

L_0 – początkowa długość próbki,

m – przełożenie

L – wydłużenie próbki odczytane na bębnie rejestratora w mm.

$$\Delta T = T_p - T_0$$

T_p – temperatura próbki odczytana ze wskaźnika,

T_0 – początkowa temperatura próbki.

- analiza wyników badań powinna zawierać dyskusję uzyskanych wyników badań w oparciu o wykresy równowagi fazowej badanych materiałów i innych materiałów źródłowych z podkreśleniem wpływu warunków badania i zastosowanej metodyki badań.

Pytania kontrolne

1. Definicja reguły faz Gibbsa oraz jej zastosowanie.
2. "Punkty przełomowe".
3. Przemiany zachodzące podczas ogrzewania i studzenia stali podeutektoidalnej, eutektoidalnej i nadeutektoidalnej.
4. Krzywe termiczne i sposób wykreślenia układu fazowego.
5. Krzywa Osmonda.
6. Badanie przemian fazowych za pomocą termopary różnicowej.
7. Podstawy badań dylatometrycznych.

8. Zasada działania dylatometru różnicowego – schemat ideowy.
9. Zasada działania dylatometru bezwzględnego – schemat ideowy.
10. Czynniki wpływające na dokładność pomiarów dylatometrycznych.
11. Interpretacja dylatogramów.
12. Inne metody wyznaczania temperatur przemian fazowych.

Literatura

1. Gulajew A. P. – Metaloznawstwo, Wyd. Śląsk, Katowice, 1969
2. Kaczyński J., Prowans S. – Podstawy teoretyczne metaloznawstwa, Katowice, 1972
3. Kantor M. M. – Metody izuczenia prewraszczenij w stali, Maszgiz, 1950
4. Liwszic B. G. – Fiziczeskije swojstwa metałow i spławow, Moskwa 1956
5. Nowoczesne metody badawcze w metalurgii i metaloznawstwie. Praca zbiorowa pod red. K. Przybyłowicza i St. Jasieńskiej. Skrypt AGH nr 644, Kraków, 1978
6. Przybyłowicz K. – Metaloznawstwo cz. I. Skrypt 579 AGH, Kraków, 1977
7. Staub F. i inni – Metaloznawstwo, Wyd. Śląsk, Katowice, 1979
8. Wesołowski K. – Metaloznawstwo T. I, WNT, Warszawa, 1969
9. PN–68/H–04500. Badania dylatometryczne metali i ich stopów.
10. Bylica A. i inni – Laboratorium materiałoznawstwa, Wyd. Politechniki Rzeszowskiej, Rzeszów 1977