

1. BADANIA MAKROSKOPOWE TWORZYW METALICZNYCH

Opracował: dr inż. Jerzy Krawiarz

Pod pojęciem badań makroskopowych tworzyw metalicznych należy rozumieć badania zmierzające do ujawnienia i opisu elementów ich struktury oraz wad powierzchniowych i wewnętrznych, widocznych nieuzbrojonym okiem, a także przy dodatkowym jego wspomaganiu (np. lupą, mikroskopem stereoskopowym lub specjalną przystawką „makro” do mikroskopu optycznego) w zakresie powiększeń do ok. 50x.

Skala powiększeń do 50x nazywana jest dlatego skalą makro, a rozpoznawalna w zakresie tej skali struktura (budowa) badanego tworzywa (obiektu), z defektami włącznie – makrostrukturą.

Badania makrostruktury tworzyw metalicznych prowadzone są zarówno na półfabrykatach jak i wyrobach gotowych, sposobami niszczącymi lub nieniszczącymi, bezpośrednio lub metodami pośrednimi (w przypadku konieczności ujawnienia makroskopowych wad wewnętrznych sposobem nieniszczącym).

Wyniki badań makroskopowych dostarczają bardzo istotną część danych, niezbędnych do całościowej ocen jakości zarówno samego tworzywa jak i poprawności zastosowanej technologii jego produkcji i dalszego przetwórstwa. Dzięki tym badaniom możliwe jest bowiem ujawnienie pierwotnych, makroskopowych wad materiałowych tworzyw metalicznych (np. pęknięć odlewniczych, pozostałości jamy skurczowej, rzadzin, pęcherzy gazowych, zażużeń i skupisk wtrąceń niemetalicznych, niejednorodności składu chemicznego, itp.) oraz wad wtórnych, które mogą powstać w kolejnych etapach dalszego ich przerobu i produkcji wyrobów gotowych.

Schemat możliwości wykorzystania badań makroskopowych do oceny i kontroli jakości półwyrobów i wyrobów gotowych z tworzyw metalicznych przedstawiono na rys. 1.1.

Przy kompleksowej analizie przyczyn niepowodzeń produkcyjnych oraz reklamacji zgłaszanych przez odbiorców wyrobów hutniczych i użytkowników produkowanych z nich wyrobów gotowych, wynik badań makroskopowych wykluczający jako ich przyczynę pierwotne lub wtórne wady materiałowe oznacza możliwość popełnienia następujących błędów:

- nieprawidłowy dobór materiału (przez konstruktora) lub technologii jego przetwórstwa na wyrob gotowy (przez technologa);
- popełnienie błędu w projekcie konstrukcyjnym;
- niedotrzymanie założonych warunków prawidłowej eksploatacji wyrobu gotowego przez użytkownika.

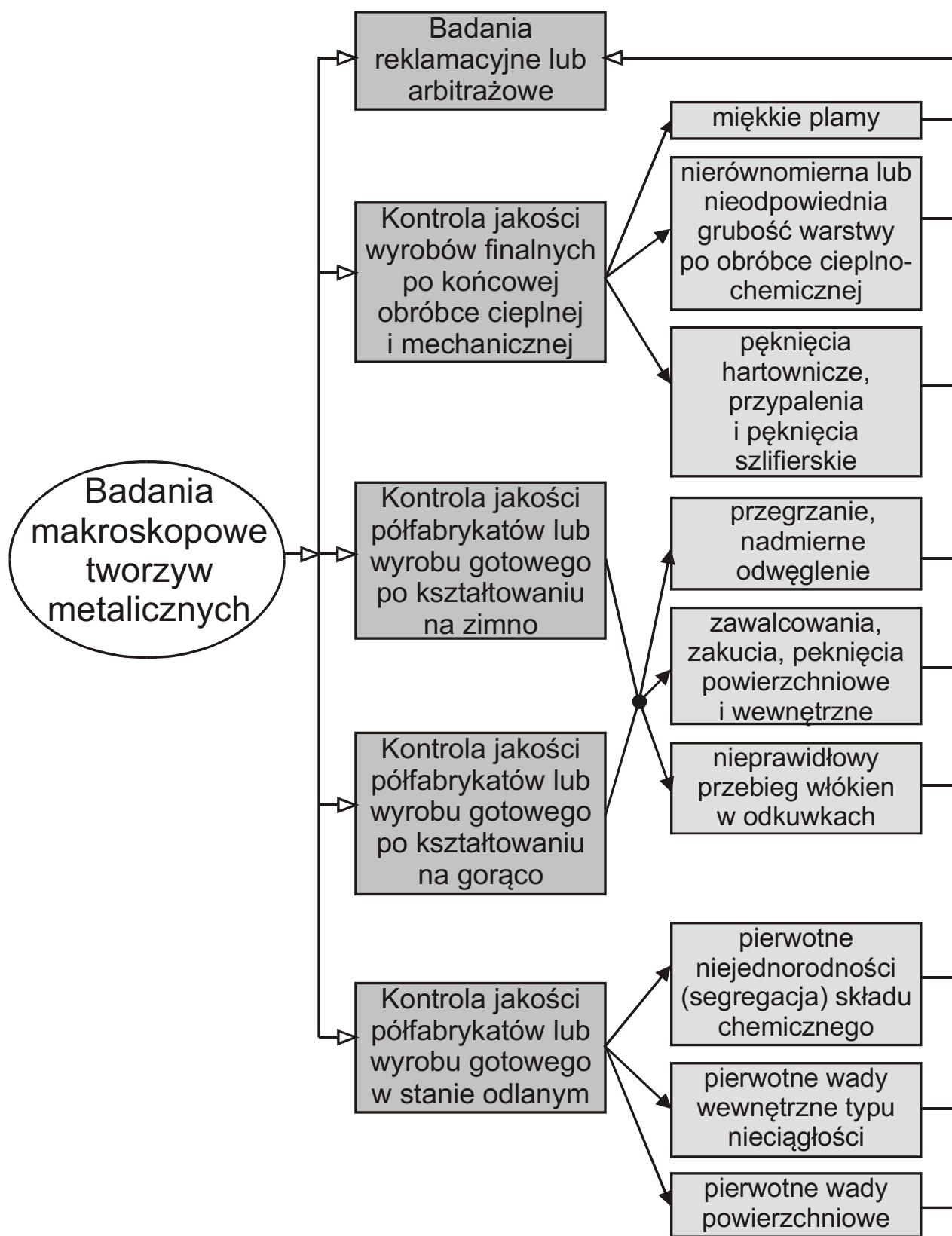
W tym ostatnim przypadku ustalenie rodzaju tych nieprawidłowości rozpoczyna się także od badań makroskopowych przedwcześnie zużytego lub awaryjnie uszkodzonego bądź zniszczonego wyrobu gotowego.

Najważniejsza funkcja badań makroskopowych tworzyw metalicznych wynika z oczywistej konieczności prowadzenia odpowiedniej kontroli jakości procesu ich produkcji i dalszego przetwórstwa. Podstawowym celem tej kontroli jest niedopuszczenie do przerobu tworzyw z makroskopowymi wadami materiałowymi oraz eliminowanie błędów w procesie ich produkcji i dalszego przetwórstwa skutkujących makroskopowymi wadami wtórnymi w półwyrobach lub wyrobach końcowych.

Badania makroskopowe pełnią także zawsze funkcję badań wstępnych, niezbędnych do prawidłowego wyboru miejsc pobrania próbek do dalszych bardziej szczegółowych badań mikroskopowych.

Biorąc pod uwagę sposób przygotowania materiału do badań, ich charakter i zakres można wyróżnić następujące rodzaje badań makroskopowych:

- badania niszczące w wybranych przekrojach (poprzecznych lub wzdłużnych) półwyrobów i wyrobów gotowych, po odpowiednim przygotowaniu powierzchni tych przekroi, w postaci tzw. makrozgładów oraz na wykonanych w sposób kontrolowany specjalnych przełomach;



Rys. 1.1. Schemat możliwości zastosowania badań makroskopowych do oceny i kontroli jakości półfabrykatów i wyrobów gotowych z tworzyw metalicznych

- badania nieniszczące, prowadzone bezpośrednio na powierzchni zewnętrznej półwyrobów i wyrobów gotowych oraz na powierzchni przełomów naturalnych, powstały wskutek przedwczesnych (zmęczeniowych) lub katastroficznych (kruchych) pęknięć rozdzielczych;

- badania o charakterze nieniszczącym, z pośrednim obrazem wad makroskopowych wewnętrznych;
- badania wyrywkowe, losowe (dla określonej liczności próbek z danej partii) lub badania stuprocentowe (obejmujące cały materiał wsadowy oraz wszystkie półwyroby i wyroby gotowe z danej partii).

Ten ostatni rodzaj badań makroskopowych może mieć oczywiście wyłącznie charakter badań nieniszczących.

1.1. Badania na makrozglądarkach

Najczęściej stosowanym rodzajem badań makroskopowych tworzyw metalicznych są badania odpowiednio przygotowanych powierzchni ich przekroju.

Przygotowywana do badań wybrana płaszczyzna przekroju powinna znajdować się w takiej odległości od powierzchni powstałej w miejscu wykonanego wcześniej przecięcia półwyrobu lub wyrobu gotowego, która wykluczałaby wpływ tej operacji na wynik badania.

Zasięg zmian w makrostrukturze spowodowanych przecinaniem, zależy od zastosowanej do tego technologii cięcia (np. cięcie piłą ramową, tarczową, elektroiskrowo, laserem, palnikiem gazowym itp.). Największy zasięg tych zmian, dochodzący do 15 mm, ma miejsce w przypadkach cięcia palnikiem acetylenowo-tlenowym. Usunięcia warstwy materiału o zmienionej makrostrukturze, przylegającej do płaszczyzny przekroju, dokonuje się poprzez wstępnią obróbkę mechaniczną powierzchni przecięcia, polegającą na jej zestruganiu, zfrezowaniu lub przeszlifowaniu na płask (z wykluczeniem możliwości powstania przypaleń szlifierskich).

Końcowa obróbka mechaniczna płaszczyzny przekroju sprowadza się do jej szlifowania na papierach, płótnach lub specjalnych tarczach szlifierskich (ręcznie lub na specjalnych szlifierkach) o odpowiednio dobranej gradacji ścierniwa, w zależności od wyjściowej i wymaganej końcowej gładkości powierzchni. Szlifowanie rozpoczyna się od ścierniwa o najgrubszym ziarnie. Przechodząc do szlifowania ścierniwem o drobniejszym ziarnie należy zmienić kierunek szlifowania o kąt 90° i szlifować tak długo aż znikną rysy powstałe z wcześniejszego szlifowania ścierniwem o grubszym ziarnie.

Tak przygotowaną powierzchnię przekroju, zwaną makrozgładkiem, poddaje się odtłuszczeniu o ile zachodzi taka potrzeba a następnie trawieniu różnymi odczynnikami, dobranymi odpowiednio do założonego celu badań makroskopowych. Szczegółowe dane o składzie chemicznym tych odczynników, sposobie ich działania i przeznaczeniu zestawiono w **tabeli 1.1**.

W przypadku półwyrobów i wyrobów gotowych wykonanych ze stali, która jest tworzywem metalicznym konstrukcyjnym o największym zastosowaniu we współczesnej technice, celem tym może być:

- wykrycie niejednorodności składu chemicznego, w postaci segregacji siarki, fosforu i węgla;
- ujawnienie struktury pierwotnej (w stanie po odlaniu) oraz przebiegu włókien po przeróbce plastycznej;
- ujawnienie defektów w postaci pęknięć i innych rodzajów nieciągłości osnowy metalicznej;
- ocena jakości połączeń spawanych, zgrzewanych, itp.

1.1.1. Wykrywanie niejednorodności składu chemicznego

Konieczność badania tworzyw metalicznych pod kątem niejednorodności (segregacji) ich składu chemicznego wynika stąd, że analizy wytopowe w atestach hutniczych informują jedynie o średnim składzie chemicznym poszczególnych wytopów danego tworzywa. Przy określonym średnim składzie chemicznym, o jakości metalurgicznej tworzywa decyduje natomiast sposób rozmieszczenia w nim poszczególnych jego składników stopowych i domieszek, zwłaszcza tych, które mają niekorzystny wpływ na własności.

Tabela 1.1. Ważniejsze odczynniki stosowane w badaniach makroskopowych tworzyw metalicznych wg PN-61/H-04502

Rodzaj tworzywa	Nazwa i skład odczynnika	Warunki wykonania badania	Zastosowanie i sposób działania odczynnika
1	2	3	4
Stal	Odczynnik do głębokiego trawienia: 100 cm ³ HCl + 100 cm ³ H ₂ O	Zgład zgrubny, temp.20°C, czas do 24 godz. lub temp. 60÷80°C i czas 15÷60 min.	Głębokie trawienie. Roztrawia nieciągłości osnowy metalicznej, skupiska wtrąceń niemetalicznych, ujawnia strukturę włóknistą.
Stal	Odczynnik Jacewicza: 38 cm ³ HCl + 12 cm ³ H ₂ SO ₄ + 50 cm ³ H ₂ O	Zgład zgrubny, temp. 60÷70°C, czas 15÷60 min.	Jak wyżej.
Stal	Odczynnik Heyna: 10g CuCl ₂ · 3NH ₄ Cl · 2H ₂ O + 100 cm ³ H ₂ O	Zgład gładki, temp. 20°C, czas do 5 min.	Ujawnianie segregacji fosforu, struktury pierwotnej i włóknistej. Miejsca o zwiększonej zawartości fosforu są ciemniejsze.
Stal	Odczynnik Anczyca: 2g CuSO ₄ · 5H ₂ O + 8g NH ₄ Cl + 100 cm ³ H ₂ O	Jak wyżej.	Jak wyżej.
Stal	Odczynnik Oberhoffera: 0,5 g SnCl ₂ + 1g CuCl ₂ + 30g FeCl ₃ + 500 cm ³ alkoholu etylowego + 500 cm ³ H ₂ O + 50 cm ³ HCl	Zgład bardzo gładki, temp. 20°C, czas do 60 sek.	Ujawnianie segregacji fosforu, struktury pierwotnej i włóknistej. Miejsca bogatsze w fosfor są jaśniejsze.
Stal	Odczynnik Baumanna: 2÷5 cm ³ H ₂ SO ₄ + 100 cm ³ H ₂ O	Zgład gładki, temp. 20°C, czas do 5 min.	Ujawnianie segregacji siarki metodą odbitkową. Miejsca bogatsze w siarkę (związaną w postaci siarczków) są odwzorowane na odbitce Baumanna w postaci zaczernień.
Stal	Odczynnik Fry: 120 cm ³ HCl + 90g CuCl ₂ + 100 cm ³ H ₂ O	Zgład gładki, temp. 20°C, czas 5÷30 min.	Ujawnianie linii płynięcia w miękkiej stali. Efektywność działania odczynnika zwiększa uprzednie wygrzanie próbki w ciągu 30 min. przy 200÷300°C.
Stal	Nasycony roztwór wodny chlorku miedziowo-amonowego: CuCl ₂ · 3NH ₄ Cl · 2H ₂ O	Zgład gładki, temp. 20°C, czas 1÷2 min.	Wytrawianie pęknięć wodorowych (płatków śnieżnych)
Fe, Cu, Ni i stopy na ich osnowie	Odczynnik Adlera: 3g CuCl ₂ · 2NH ₄ Cl · 2H ₂ O + 25 cm ³ H ₂ O + 50 cm ³ HCl + 15g FeCl ₃	Zgład bardzo gładki, temp. 20°C, czas ok. 60 sek.	Trawienie spoin, ujawnia budowę spoiny i strefę wpływu ciepła
Al i jego stopy	60 cm ³ HF (40%) + 180 cm ³ HCl + 60 cm ³ HNO ₃ + 1000 cm ³ H ₂ O	Zgład gładki, temp. 20°C, czas kilka min.	Ujawnia niejednorodności strukturalne, pęknięcia.
Cu i jej stopy	10g nadsiarcznu amonu + 100 cm ³ H ₂ O	Zgład gładki (trawić bezpośrednio po wykonaniu)	Jak wyżej.

Do domieszek szkodliwych w stalach, zwanych zanieczyszczeniami zalicza się przede wszystkim siarkę i fosfor. W zależności od klasy jakości stali zawartość tych domieszek podlega większym lub mniejszym ograniczeniom, przy zachowaniu maksimum ich zawartości mieszczącego się zwykle w granicach $0,015\div0,050\%$ dla siarki i $0,025\div0,040\%$ dla fosforu.

Siarka przy temperaturze otoczenia praktycznie nie rozpuszcza się w żelazie α . Dlatego cała jej ilość w stalach przy tej temperaturze jest związana w siarczki, które na tle osnowy metalicznej widoczne są jako wtrącenia niemetaliczne.

Z podwyższeniem temperatury rozpuszczalność siarki w żelazie α i γ rośnie w sposób mierzalny osiągając maksimum 0,02% przy 927°C w Fe_α i 0,05% przy 1365°C w Fe_γ (por. rys. 1.2). Dzięki temu wtrącenia siarczkowe mogą podlegać pewnym zmianom w czasie obróbki cieplnej stali.

Najlepiej rozpoznanym przejawem szkodliwego wpływu siarki na własności stali jest, powodowana przez jej wydzielenia w postaci siatki siarczków na granicach pierwotnych ziarn austenitu oraz w przestrzeniach międzymiędrytytycznych, kruchość na gorąco. Taka siatka siarczków występująca w stalach o większej zawartości siarki powoduje kruchość w dwóch zakresach temperatur $800\div1000^{\circ}\text{C}$: wskutek niedostatecznej ich plastyczności oraz powyżej 1200°C , z powodu przechodzenia ich w stan ciekły (temperatura topnienia FeS wynosi 1188°C).

W rezultacie tego w czasie przeróbki plastycznej stali w tych zakresach temperatur może dochodzić do utraty spójności oraz pękania po granicach pierwotnych ziarn austenitu. Dolny zakres temperatury kruchości na gorąco przy zwykle spotykanych zawartościach siarki w stali i jej równomiernym rozmieszczeniu nie występuje. Górnego jej zakresu może natomiast ulec znacznemu rozszerzeniu w stronę niższych temperatur, przede wszystkim w stalach niedostatecznie odtlenionych. Tworząca się w takich stalach eutektyka potrójna $\text{Fe}-\text{FeS}-\text{FeO}$ ma jeszcze niższą temperaturę topnienia (około 940°C) niż eutektyka $\text{Fe}-\text{FeS}$ (988°C).

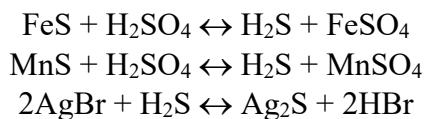
Problem kruchości na gorąco, wywołany obecnością siarki w stali znika w przypadku równoczesnej obecności w niej składników o większym powinowactwie do siarki niż żelazo i tworzących siarczki o znacznie wyższej temperaturze topnienia od siarczku żelaza.

Rolę takiego składnika może pełnić mangan, który dodany do stali w ilości określonej ilorazem $\text{Mn:S} > 8\div10$ wiąże prawie w całości siarkę w trudnotopliwy siarczek manganu MnS (o temperaturze topnienia ok. 1620°C) co wyklucza możliwość tworzenia się niskotopliwej eutektyki siarczkowej.

Niekorzystne oddziaływanie siarki na własności stali, także na własności użytkowe przy temperaturze otoczenia, pokazują wyniki badań przedstawione na rys. 1.3.

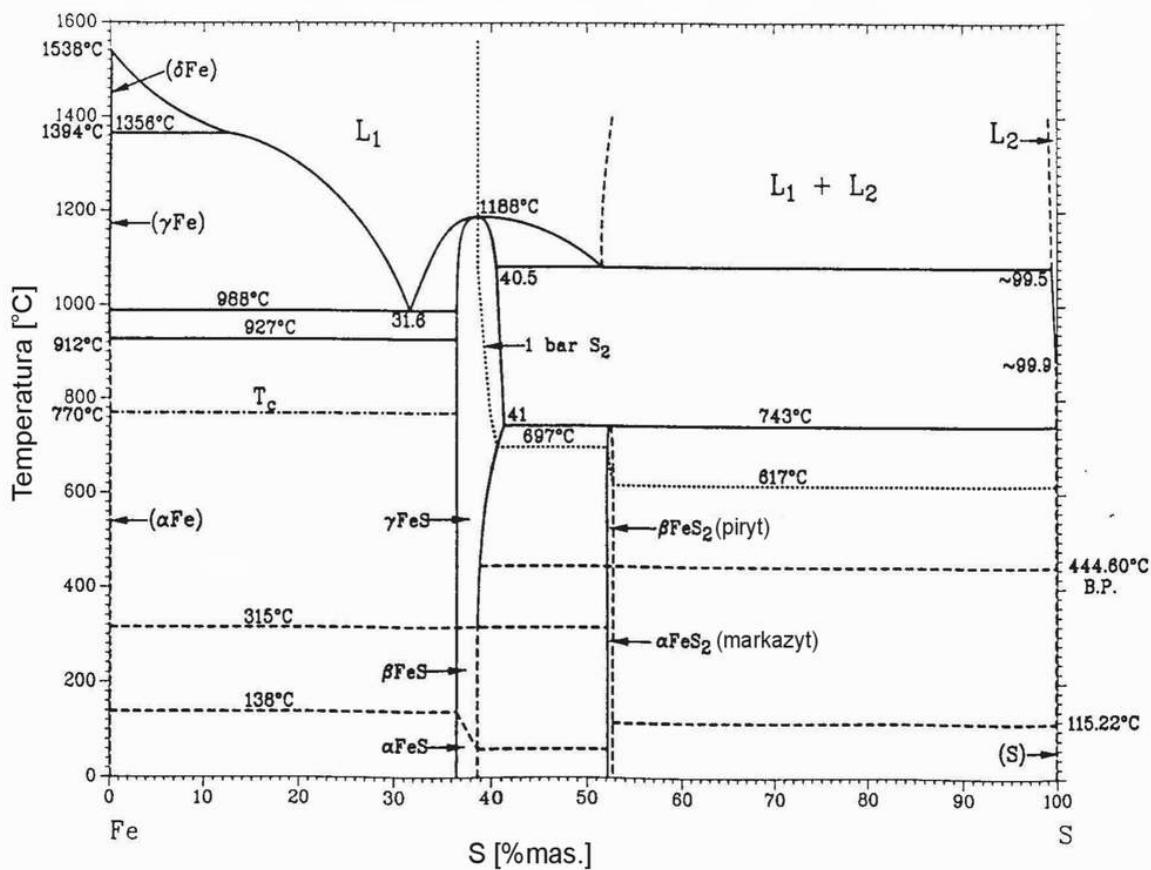
Sposób rozmieszczenia siarki w wyrobach stalowych, związanej w postaci siarczków, ujawnia się w próbie Baumanna (tab. 1.1). Warunki wykonania tej próby precyzuje norma PN-87/H-04514. Obraz rozkładu siarczków na powierzchni makrozgławdu uzyskuje się w tej próbie w postaci odbitki na papierze fotograficznym. W tym celu papier fotograficzny bromosrebrowy moczy się w $2\div5\%$ wodnym roztworze kwasu siarkowego przez kilka minut, odsącza z niego bibułą nadmiar kwasu, przykłada emulsję do powierzchni makrozgławdu i posługując się wałkiem gumowym doprowadza do ścisłego przylegania emulsji papieru do powierzchni makrozgławdu.

Pomiędzy siarczkami (FeS i MnS) przeciętymi płaszczyzną makrozgławdu, kwasem siarkowym, którym nasączona została emulsja papieru i wchodząącym w jej skład bromkiem srebra zachodzą wtedy następujące reakcje chemiczne:

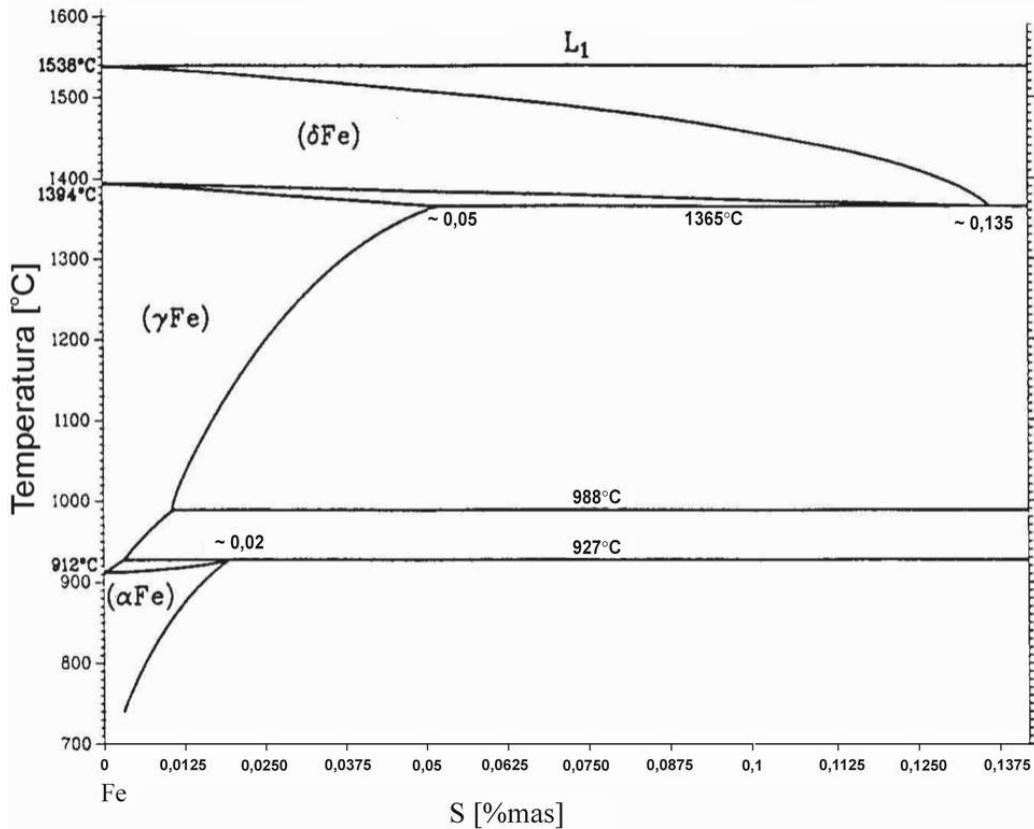


W ich rezultacie, w miejscach kontaktu emulsji papieru z siarczkami powstają w niej zaczernienia od wydzieleń siarczku srebra (Ag_2S), których rozkład, wielkość i kształt odwzorowują wiernie sposób rozmieszczenia wtrąceń siarczkowych na powierzchni makrozgławdu.

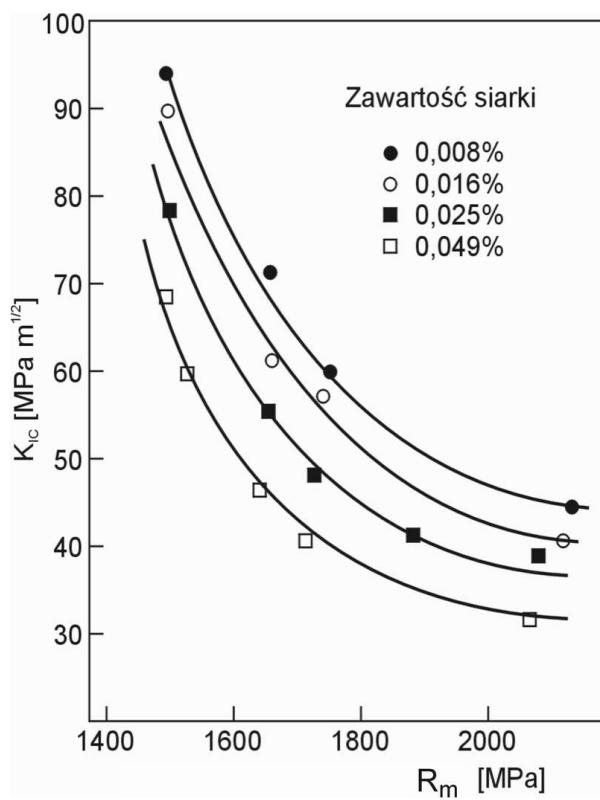
a)



b)

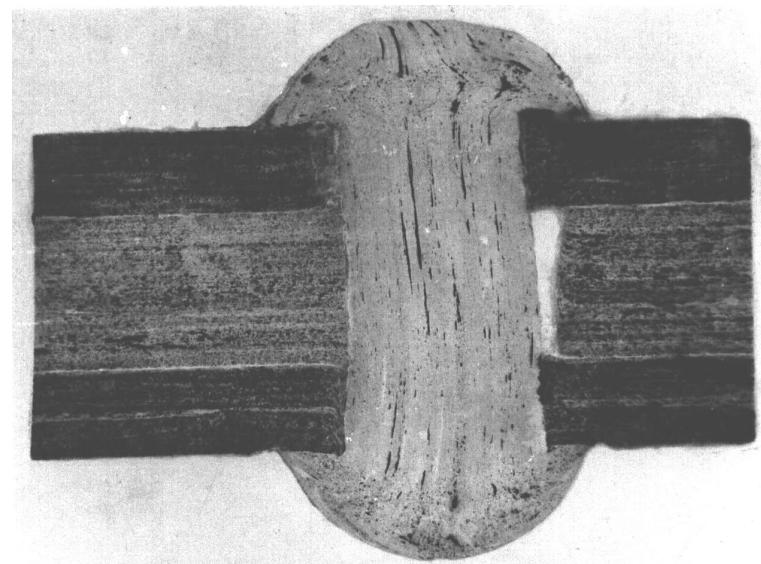


Rys. 1.2. Wykres fazowy układu Fe-S (a) oraz jego fragment, od strony stopów bogatych w żelazo (b), wg Kubaschewskiego



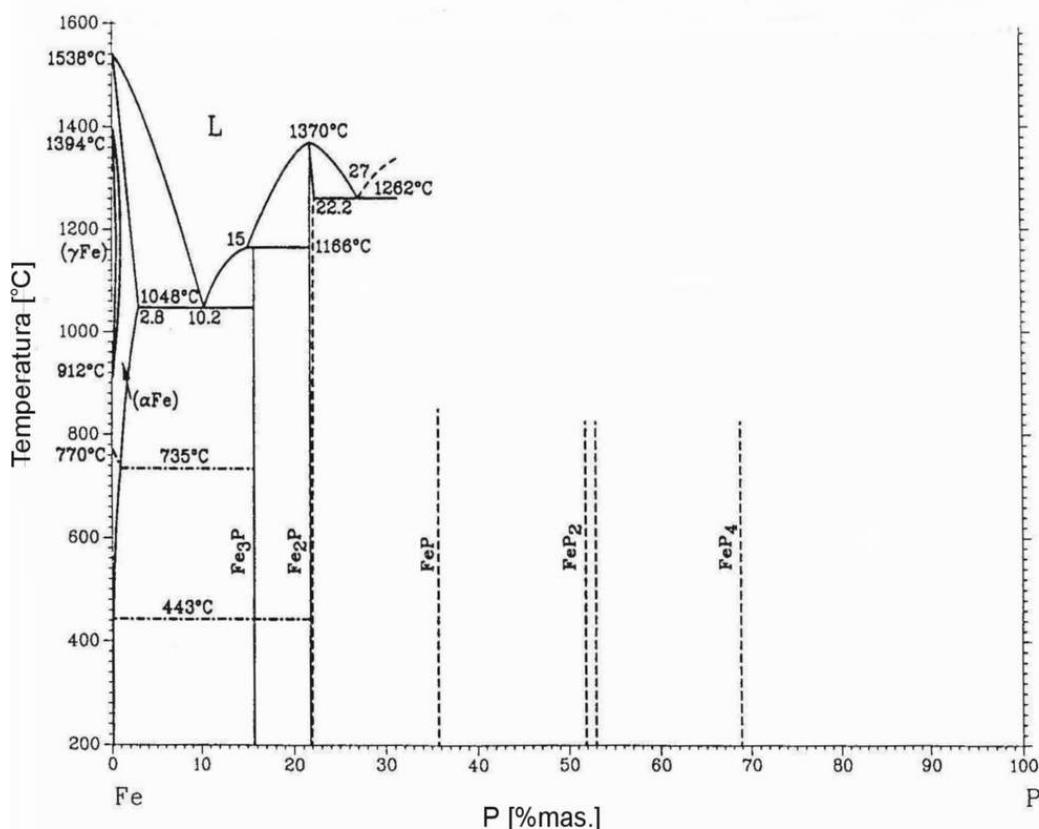
Rys. 1.3. Zależność odporności na pękanie, mierzonej współczynnikiem intensywności naprężeń K_{Ic} od zawartości siarki w stali i wytrzymałości na rozciąganie R_m , wg A. J. Birkle

Po upływie 1 do 5 minut papier zdejmuje się z makrozgławu, płucze w wodzie, utrwała przez 10 minut (w utrwalaczu fotograficznym), ponownie płucze w wodzie przez około 30 minut oraz suszy. Przykład wyniku badań makroskopowych rozmieszczenia siarki, w postaci rekonstrukcji odbitki Baumanna, z makrozgławu połączenia nitowego konstrukcji stalowej mostu, zamieszczono na rys. 1.4.



Rys. 1.4. Obraz rozkładu siarki (związanej w siarczki) odwzorowany na odbitce Baumanna z przekroju połączenia nitowego, pochodzącego z najstarszej metalowej konstrukcji mostowej Warszawy (mostu Kierbedzia), zburzonej w 1944r.

Domieszką równie niepożądaną w stalach jak siarka, chociaż z innych powodów, jest fosfor. W odróżnieniu od siarki rozpuszczalność fosforu w żelazie α i γ jest znacznie większa niż jego zawartość jako domieszki. W ferrycie, przy temperaturze otoczenia, wynosi ona 0,25% i rośnie z temperaturą osiągając maksimum 2,8% przy 1050°C (por. rys. 1.5). Dlatego fosfor w stalach (jako domieszka, której ilość zwykle nie przekracza 0,030÷0,040%) nie tworzy odrębnych faz i w całości znajduje się w roztworze stałym. Z danych zamieszczonych na rys. 1.6 wynika, że fosfor będąc rozpuszczonym w ferrycie silnie go umacnia, podnosząc jednocześnie jego temperaturę przejściowej kruchości (T_{pk}). To niekorzystne oddziaływanie fosforu na własności stali ulega spotęgowaniu wyjątkową skłonnością tego pierwiastka do segregacji, wynikającą z bardzo dużej odległości pomiędzy liniami likwidus i solidus w układzie Fe-P (rys. 1.5). Segregacje te są z kolei jedną z głównych przyczyn struktury pasmowej i tym samym anizotropii własności wyrobów stalowych. Oprócz tego powodują one znacznie większą kruchosć na zimno, związaną z podwyższeniem temperatury przejściowej kruchości niż wynikłoby to ze średniej zawartości fosforu w stali. Z tego względu ograniczenie zawartości fosforu oraz kontrola sposobu jego rozmieszczenia w półwyrobach stalowych, przeznaczonych na odpowiedzialne elementy konstrukcyjne, są jeszcze ważniejsze niż w przypadku siarki.

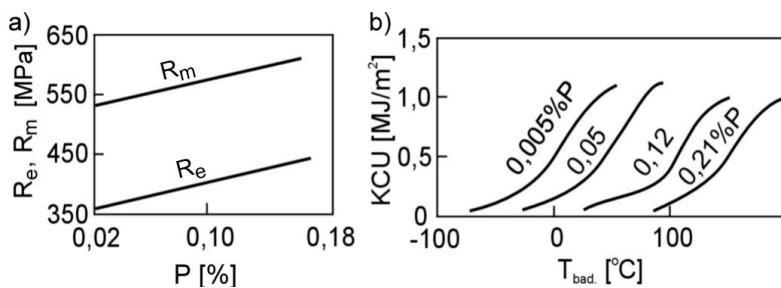


Rys. 1.5. Wykres fazowy układu Fe-P, wg H. Okamoto

Segregację fosforu wykrywa się odczynnikami Heyna, Anczyca lub Oberhoffera (tabela 1). W przypadku odczynnika Heyna lub Anczyca, ich działanie elektrolityczne powoduje selektywne wytrawianie i osadzanie się miedzi w różnych miejscach powierzchni makrozglądu (w zależności od ich składu chemicznego).

Samą próbę wykonuje się w następujący sposób: przygotowaną wcześniej powierzchnię makrozglądu zanurza się w odczynniku i wytrzymuje od 0,5 do 5 minut. Po wyjęciu z odczynnika powierzchnię makrozglądu z osadzoną na niej warstwą miedzi spłukuje się strumieniem wody i przeciera watą. Jeżeli w ten sposób nie udaje się usunąć miedzi, powierzchnię zgładu należy przemyć wodnym roztworem amoniaku sporządzonym z 3 części obj. NH₄OH i 2 części obj. wody. W rezultacie tak przeprowadzonej próby miejsca bogatsze

w fosfor zachowują kolor brunatny, pochodzący od osadzonej w tych miejscach miedzi, która przywiera w tych rejonach silnie do powierzchni zgładu i nie daje się zmyć.



Rys. 1.6. Wpływ fosforu na: a) granicę plastyczności (R_e) i wytrzymałość na rozciąganie (R_m) oraz b) udarności (KCU2) stali ferrytyczno-perlitycznej, o zawartości 0,2% C i 1% Mn wg A. P. Gulajewa. Punkty przegięcia krzywych na rys. b) zrzutowane na oś poziomą (Temperatura przejścia w stan kruchy – T_{pk}) wskazuje na przesuwanie się T_{pk} w stronę wyższych temperatur ze wzrostem stężenia fosforu

Zastosowanie do ujawnienia niejednorodności w rozmieszczeniu fosforu, odczynnika Oberhoffera, o działaniu trawiącym, daje obraz tego rozmieszczenia o odwróconym kontraście w stosunku do tego, jaki dają odczynniki Heyna i Anczyca.

Miejsca uboższe w fosfor wskutek intensywnego ich wytrawiania ciemnieją, bogatsze w fosfor nie oddają się działaniu odczynnika i pozostają jasne.

1.1.2. Ujawnianie struktury pierwotnej

Tworzywa metaliczne produkowane technologią metalurgii ognowej (przez doprowadzanie ich do stanu ciekłego) przy przejściu w stan stałego podlegają krystalizacji. Struktura jaką uzyskuje się w wyniku tego procesu (obserwowana przy temperaturze otoczenia) nazywana jest strukturą pierwotną. Ogólny mechanizm i prawa rządzące krystalizacją są dobrze rozpoznane. W praktyce odlewniczej przemysłowej, wskutek oddziaływanego najrozmaitszych czynników mogących silnie wpływać na ten proces, komplikuje się on jednak tak bardzo, że rolą głównego czynnika decydującego o kinetyce jego dwóch najważniejszych części składowych (procesu powstawania zarodków krystalizacji oraz procesu ich wzrostu), jakim jest stopień przechłodzenia, staje się drugorzędną. O przebiegu procesu krystalizacji i tym samym jego wyniku końcowym (kształt, wielkość, układzie przestrzennym kryształów w objętości zakrzepłego wlewka lub gotowego odlewu, wielkość i kształt jamy usadowej, rodzaj i charakterze mogących powstać wad odlewniczych) decydują w rzeczywistości takie jego parametry technologiczne jak: szybkość i kierunek prowadzenia ciepła krystalizacji, grubość ścianki, rodzaj materiału, wielkość, kształt i temperatura formy odlewniczej, wlewnicy lub krystalizatora, temperatura i skład chemiczny ciekłego metalu, rodzaj i ilość nierozerpuszczonych, trudnotopliwych cząstek faz stałych (mogących pełnić rolę gotowych zarodków krystalizacji), prądy konwekcyjne itp. Ostatecznie, przy określonym średnim składzie chemicznym tworzywa metalicznego, produkowanego technologią konwencjonalną, właściwości technologiczne i użytkowe produkowanych z niego w postaci odlewów półwyrobów i wyrobów gotowych zdeterminowane są przez ich strukturę pierwotną. Ujawnienie i analiza tej struktury jest więc jednym z podstawowych sposobów kontroli jakości gotowych odlewów oraz półwyrobów w stanie odlanym przeznaczonych do dalszego przerobu (np. wlewów surowej stali otrzymywanych klasyczną technologią lub przez odlewanie ciągłe).

Możliwość ujawnienia struktury pierwotnej daje zróżnicowanie (segregację) składu chemicznego zarówno w obrębie poszczególnych kryształów (w przybliżeniu proporcjonalne do różnicy pomiędzy temperaturą likwidus i solidus) jak i w przestrzeniach między nimi (wzbogaconych w składniki i domieszki niżżej topliwe, wypychane przed front krystalizacji). Makroskopowe efekty segregacji nie zanikają w czasie stygnięcia po zakończeniu krystalizacji.

Nie likwiduje ich również do końca specjalna obróbka cieplna w stanie stałym, zwana wyżarzaniem homogenizującym.

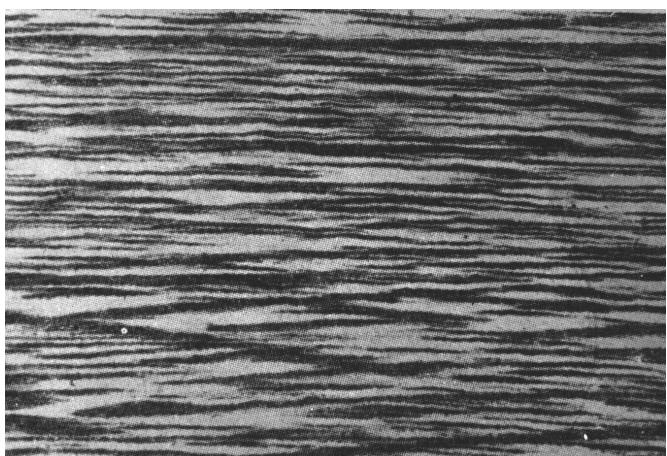
W stalach i staliwach szczególnie uporczywa i trudna do usunięcia jest segregacja fosforu wskutek małej szybkości dyfuzji tego pierwiastka zarówno w austenicie jak i ferrycie.

Z tego powodu strukturę pierwotną na makrozagładach z tych tworzyw można ujawniać trawiąc je takimi samymi odczynnikami jak przy wykrywaniu segregacji fosforu. W przypadku stosowania odczynnika Oberhoffera należy jedynie przedłużyć czas trawienia. Przykład ujawnionej w ten sposób struktury pierwotnej na fragmencie makrozagłady z czterotonowego wlewka stali konstrukcyjnej węglowej przedstawiono na **rys. 1.7**.



Rys. 1.7. Struktura pierwotna (z ciemno-trawionymi osiami dendrytów) ujawniona odczynnikiem Oberhoffera na makrozagładzie, z czterotonowego wlewka stali węglowej, konstrukcyjnej, wg L. Habrakena i J.L. de Brouwera

W praktyce przemysłowej i warsztatowej zachodzi niekiedy potrzeba określenia czy dany wyrób został wykonany ze stali czy staliwa oraz w jakim stopniu struktura pierwotna półwyrobu została zlikwidowana lub zmieniona w czasie jego dalszego przerobu w stanie stałym, metodą przeróbki plastycznej. Jednoznaczna odpowiedź na takie pytanie można uzyskać po badaniach makroskopowych, z próbą ujawnienia struktury pierwotnej. Dysponując wynikiem takiego badania należy jedynie wyciągnąć odpowiednie wnioski z faktu, że wskutek przeróbki plastycznej struktura pierwotna zbudowana z dowolnie zorientowanych kryształów o kształcie dendrytów lub zbliżonym do równoosiowego ulega przekształceniu w strukturę włóknistą. Układ włókien jest przy tym zgodny z kierunkiem płynięcia materiału w czasie przeróbki plastycznej (**rys. 1.8**).

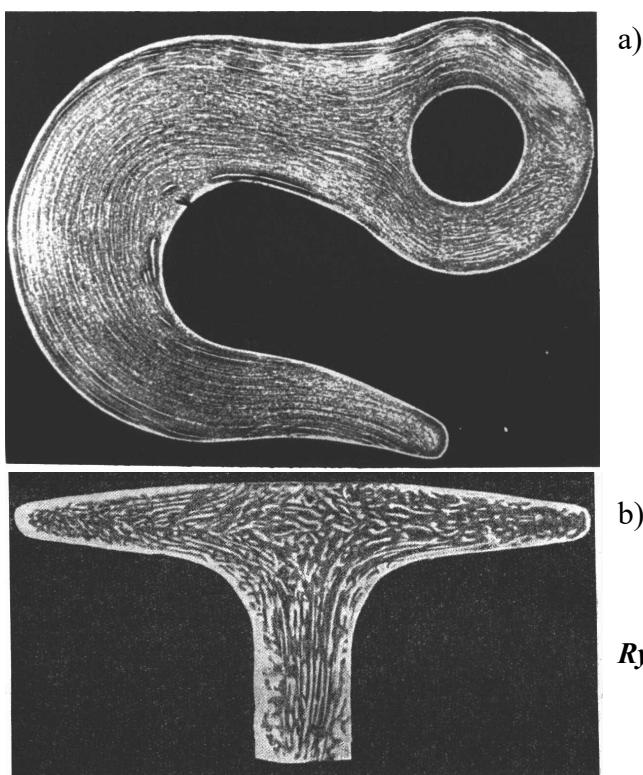


Rys. 1.8. Struktura włóknista ujawniona odczynnikiem Oberhoffera na zgładzie wzdużnym blachy odwalcowanej ze stali konstrukcyjnej stopowej, niklowo-chromowo-molibdenowej, wg Habrakena i J.L. de Brouwera

1.1.3. Próba głębokiego trawienia

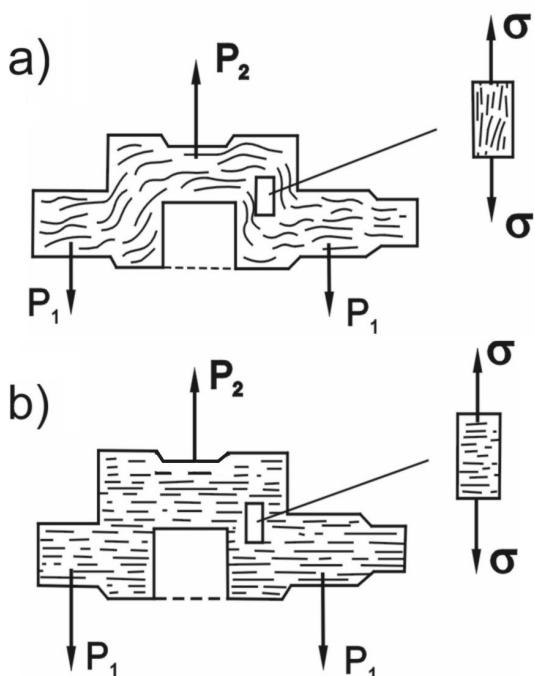
Próba ta polega na trawieniu powierzchni wyrobów gotowych lub półwyrobów z tworzyw metalicznych, jak również powierzchni makrozgladów, wykonywanych najczęściej z całego ich przekroju poprzecznego lub zgładów osiowych wzdłużnych, dość stężonymi roztworami kwasów nieorganicznych takich jak HCl , H_2SO_4 i HNO_3 (tabela 1.1).

Stosuje się przy tym stosunkowo długie czasy trawienia, od 20 minut do 24 godzin i podwyższona temperaturę do $60\div100^\circ\text{C}$ celem zwiększenia aktywności odczynników trawiących. Odczynniki do głębokiego trawienia atakując intensywnie powierzchnię makrozgladu wytrawiają jednocześnie wtrącenia niemetaliczne oraz mniej jednorodne chemicznie i strukturalnie przestrzenie międzydendrytyczne, poszerzają wszelkiego rodzaju makroskopowe nieciągłości osnowy metalicznej typu pęknięć. Dzięki temu ujawniają one oprócz struktury pierwotnej po odlaniu, segregacji strefowej i struktury włóknistej, również różnego rodzaju wady (wewnętrzne i powierzchniowe) takie jak: skupiska wtrąceń niemetalicznych, pozostałości jamy usadowej, porowatość, pęcherze (które nie zdążyły się wydostać z ciekłego metalu w czasie jego krystalizacji) pęknięcia wewnętrzne oraz wychodzące na powierzchnię zawałcowania i zakucia.



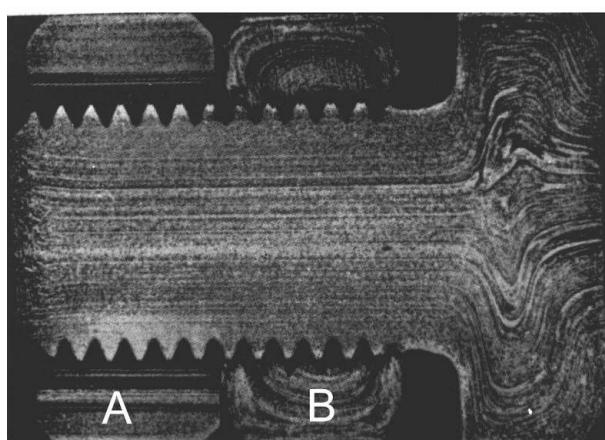
Rys. 1.9. Prawidłowy (zgodny z obrysem konturu) układ włókien w kutym matrycowo haku zaczepu kolejowego (a), wg Pokorný oraz w grzybku zaworu (b), wg Gulajewa

Z punktu widzenia zastosowania stali jako podstawowego tworzywa metalicznego konstrukcyjnego, warto zwrócić uwagę na możliwą do ujawnienia w próbie głębokiego trawienia jej budowę włóknistą, która jest powodem anizotropii własności mechanicznych wytrzymałościowych i plastycznych. Własności te są znacznie większe wzdłuż niż w poprzek włókien. Należy to uwzględnić przy projektowaniu silnie obciążonych części maszyn, zwłaszcza pracujących w warunkach obciążień dynamicznych takich jak: koła zębata, korbowody, wały korbowe, zawory itp. Technologię produkcji półwyrobów na takie elementy konstrukcyjne należy więc zaprojektować w taki sposób, aby kierunek włókien pokrywał się z kierunkiem maksymalnych naprężeń rozciągających, działających w nich w czasie pracy. W takim przypadku optymalny układ włókien, który powinien być zgodny z obrysem takiego elementu konstrukcyjnego (rys. 1.9), można zapewnić tylko wtedy jeżeli zostanie on wykonany z półwyrobu w postaci odkuwki, o prawidłowo zaprojektowanej technologii jej kucia lub prasowania (rys. 1.10).



Rys.10. Schemat przebiegu włókien w wale korbowym przy prawidłowej (a) i nieprawidłowej (b) technologii jego wykonania

Włókna w półfabrykatach stalowych walcowanych są wydłużonymi kryształami pierwotnymi zorientowanymi dłuższymi osiami równolegle do kierunku walcania (zgodnie z kierunkiem płynięcia materiału w czasie tego procesu (por. rys.1.8). Zmiany takiego układu włókien w wyrobach gotowych (ujawnione w wyniku głębokiego trawienia ich makrozgladów) stanowią więc jednoznaczny dowód na zastosowanie innej technologii ostatecznego ich kształtuowania, niż obróbka skrawaniem (rys. 1.11).



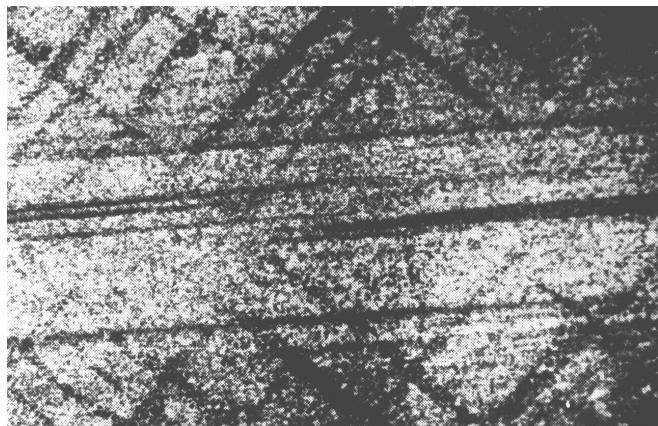
Rys. 1.11. Przykład możliwości rozstrzygnięcia badaniem makroskopowym wątpliwości co do zastosowanego sposobu produkcji nakrętek o takim samym kształcie z półproduktem stalowym walcanego (A) i kutego (B), wg A.J.Pokorný

1.1.4. Próba oceny skłonności stali do starzenia

Zjawisko starzenia występuje przede wszystkim w miękkich stalach niskowęglowych, zwłaszcza takich, które nie zostały uspokojone dostateczną ilością aluminium. Polega ono na tworzeniu się wokół dyslokacji w ferrycie (który stanowi osnowę tych stali) tzw. atmosfer Cottrella z rozpuszczonych w nim atomów azotu i węgla. Stwarza to potencjalną możliwość do wydzielania się w tych miejscach drobnych cząstek azotków i węglików żelaza, co w rezultacie końcowym prowadzi do pogorszenia własności plastycznych stali. Proces wydzielania może przyspieszyć znacznie odkształcenie plastyczne na zimno (poniżej temperatury rekrytalizacji).

Próbę makroskopowej oceny skłonności stali do starzenia przeprowadza się dlatego w następujący sposób:

Próbkę ocenianej stali odkształca się przez rozciąganie lub ściskanie powyżej granicy plastyczności (do uzyskania odkształcenia trwałego ok. 10%), a następnie starzy się w ciągu godziny przy $250\div300^{\circ}\text{C}$. W stalach skłonnych do starzenia, na makrozgładzie z tak przygotowanej próbki, wytrawionym odczynnikiem Fry (tabela 1.1), ujawniają się pasma płynięcia. Pasma te, zwane także „liniami sił”, widoczne są w postaci trawiących się ciemniej linii, przecinających się pod kątem około 90° (rys. 1.12).



Rys. 1.12. Pasma płynięcia, ujawnione odczynnikiem Fry, w skłonnej do starzenia, niskowęglowej blasze kotłowej, wg M. A. Baltiew

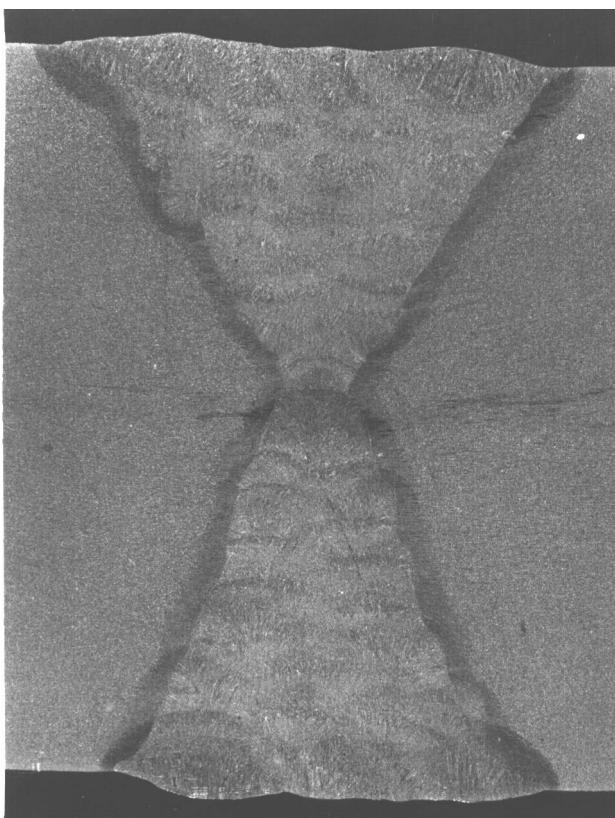
Obecnie bardziej rozpowszechnioną metodą oceny skłonności stali do starzenia, dającą pewniejsze wyniki, jest ocena tej skłonności w próbie udarnej przy temperaturze pokojowej lub obniżonej. Warunki wykonania takiej próby regulują normy: PN-81/H-04373, DIN 21554.

1.1.5. Badanie makrostruktury złącz spawanych

Spawanie jest najczęściej stosowaną technologią trwałego łączenia ze sobą elementów konstrukcyjnych z tworzyw metalicznych.

Kontrola jakości połączeń spawanych oraz kwalifikacja dopuszczeniowa wykonujących je spawaczy bazuje przede wszystkim na wynikach ich badań makroskopowych. Celem tych badań jest ujawnienie wad zewnętrznych i wewnętrznych zarówno samych spoin jak i całych złącz spawanych. Do wad zewnętrznych zalicza się: błędy kształtu geometrycznego i wymiaru poprzecznego spoiny, podtopienia, nadlewy, kratery, porowatość zewnętrzną, pęknięcia wzdłużne i poprzeczne. Wadami wewnętrznymi są natomiast: braki przetopu, przyklejenia, zażużlenia, pory, pęcherze i pęknięcia wewnętrzne w materiale spoiny oraz w strefie wpływu jej ciepła na materiał spawany. Szczegółowy opis i klasyfikacja tych wad oraz dane dotyczące najważniejszych przyczyn i sposobów zapobiegania ich powstawaniu można znaleźć w literaturze specjalistycznej.

Wyraźny obraz makrostruktury złącz spawanych ze stali węglowych i stopowych otrzymuje się przez wytrawienie makrozgładów odczynnikiem Adlera (tabela 1.1). Przykład makrostruktury złącza spawanego ze stali węglowej ujawnionego tym odczynnikiem pokazano na rys. 1.13. Do badań makroskopowych złącz spawanych stali.



Rys. 1.13 Makrostruktura złącza spawanego, ujawniona odczynnikiem Adlera, wg E. Tasaka

1.2. Badania przełomów

Możliwość zastosowania do badań makroskopowych tworzyw metalicznych analizy ich przełomów (zarówno naturalnych jak i wykonanych specjalnie w kontrolowanych warunkach) wynika z prostej konsekwencji faktu, że ścieżka (trajektoria) pękania realizowana w materiale pod wpływem wystarczająco dużych naprężen rozciągających, wybiera (w płaszczyźnie prostopadłej do działania tych naprżeń) miejsca najsłabsze. Miejscami tymi są przede wszystkim wszelkiego rodzaju wady materiałowe (np. pęknięcia wewnętrzne, skupiska wtrąceń niemetalicznych, segregacje, niezgrzane pęcherze, pozostałości jamy usadowej itp.).

1.2.1. Próba przełomu niebieskiego (wg PN-60/H-04509)

Próbie tej poddaje się zwyklepółwyroby stalowe w postaci kęsów, grubych prętów oraz odkuwek. Wykonuje się je w następujący sposób: po wycięciu z całego przekroju badanego półwyrobu (prostopadle do kierunku przeróbki plastycznej) próbki w kształcie płytka o grubości od 20 do 40 mm, w jej środku nacina się karb na głębokość 1/5 do 1/4 grubości płytka. Próbkę z tak naciętym karbem nagrzewa się do około 400°C, ustawia na prasie i po odczekaniu do osiągnięcia przez nią temperatury 300°C łamie się. Wybrana temperatura łamania jest temperaturą, przy której powierzchnia metaliczna stali oraz różnych stopów na osnowie żelaza pokrywa się nalotem tlenków żelaza o barwie niebieskiej, stąd nazwa tej próby.

W takich warunkach wykonania próby, przełom biegący przez zdrową osnowę metaliczną przybiera kolor niebieski i na jego tle widoczne są bardzo kontrastowo zachowujące swoje naturalne barwy (zwykle jasno popielate) makroskopowe skupiska faz o charakterze niemetalicznym. Na niebieskim tle przełomu osnowy metalicznej można również zlokalizować miejsca segregacji, o jaśniejszej barwie niebieskiej oraz płatki wodorowe, które mają zabarwienie ciemnobrązowe.

Powierzchnia przełomu jest równoległa do kierunku przeróbki plastycznej, dzięki czemu ujawnia się na niej także włóknistość materiału dającą możliwość oceny stopnia jego przeróbki plastycznej.

Identyfikacji i klasyfikacji poszczególnych rodzajów wad materiałowych, wykrywanych w próbie przełomu niebieskiego, dokonuje się w oparciu o odpowiednie wzorce dołączone do normy PN-60/H-04509.

1.2.2. Próba przełomu po ulepszaniu cieplnym (wg PN-60/H-04513)

Na przełomie po tej próbie ujawnia się te same wady materiałowe co w próbie przełomu niebieskiego. Obraz wad na tle przełomu powstałego przy temperaturze pokojowej jest jednak znacznie mniej kontrastowy.

Sposób pobierania i przygotowania próbki do ulepszania cieplnego jest taki sam jak do próby przełomu niebieskiego. Ulepszanie cieplne próbki polega na jej zahartowaniu i wysokim odpuszczaniu przy $550\text{--}600^{\circ}\text{C}$. Po złamaniu tak przygotowanej próbki na prasie dokonuje się badań makroskopowych powierzchni przełomu, celem określenia rodzaju ujawnionych na niej wewnętrznych wad materiałowych.

1.2.3. Próba określania wielkości ziarna, skłonności do przegrzania i grubości warstwy zahartowanej na przełomach stali węglowych narzędziowych

Poszczególne gatunki stali węglowych narzędziowych produkowane są w dwóch odmianach: jako płytka i głębokohartujące się. Odmiany te nie różnią się wyraźnie składem chemicznym. Dlatego kwalifikacji poszczególnych wytopów tych stali do jednej z nich odmian dokonuje się w oparciu o następującą próbę:

- z gotowego wyrobu hutniczego pobiera się odcinki próbne o przekroju 27×27 mm lub 30×30 mm, obrabia mechanicznie na wymiar $25\times25\times120$ mm i w połowie długości nacina karb o głębokości ok. 3 mm,
- tak przygotowane próbki wyżarza się zmękczajaco na sferoidyt,
- próbki o takiej strukturze wyjściowej austenityzuje się przy czterech różnych temperaturach (np. 760, 800, 840, 880°C), hartuje w wodzie i łamie.

Na przełomach określa się metodą porównawczą wielkość ziarna (w warstwie zahartowanej), przez porównanie z dziesięciostopniową skalą wzorcową Jernkontoret, mierzy grubość warstwy zahartowanej oraz zlicza liczbę pęknięć. Wynik badania zapisuje się skrótnie w następujący sposób: na przykład 9/5 3P, gdzie licznik ułamka oznacza wielkość ziarna w warstwie zahartowanej, wg skali Jernkontoret (1 w tej skali oznacza ziarno największe, 10 – ziarno najmniejsze), mianownik – grubość warstwy zahartowanej w mm, a liczba całkowita (przed P) – ilość zaobserwowanych na przełomie pęknięć.

W tej samej próbie możliwa jest również ocena skłonności stali do przegrzania. W tym przypadku określa się zakres temperatur, w którym wielkość ziarna warstwy zahartowanej rośnie więcej niż o dwie jednostki skali Jernkontoret. Dla stali mało skłonnych do przegrzania (z małą skłonnością do rozrostu ziarna) przyjmuje się, że zakres ten wynosi około 120°C , a dla stali o dużej skłonności do przegrzania około 40°C .

1.2.4. Badania makroskopowe przełomów naturalnych

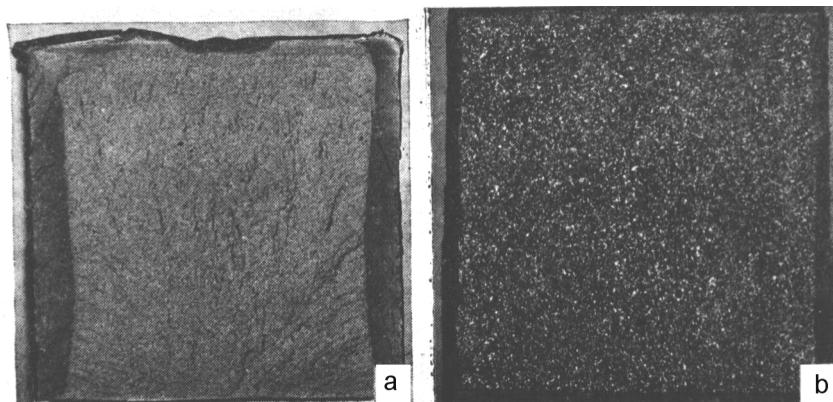
Z przełomami naturalnymi tworzyw metalicznych mamy do czynienia w przypadku różnego rodzaju awarii i katastrof maszyn oraz konstrukcji metalowych.

Badania makroskopowe takich przełomów prowadzone pod kątem ustalenia miejsca zainicjowania pęknięcia głównego i sposobu jego dalszego rozwoju, dostarczają informacji, które są niezbędne do ustalenia przyczyn i tym samym zapobiegania takim zdarzeniom w przyszłości.

Z punktu widzenia zachowania się materiału konstrukcyjnego podczas jego pękania rozdzielczego, istotne znaczenie ma ustalenie czy przełom powstały w miejscu pęknięcia jest przełomem ciągliwym kruchym, czy też przełomem zmęczeniowym. Dochodzeniem do odpowiedzi na takie pytanie, w oparciu o wyniki badań topografii i morfologii powierzchni przełomów, zajmuje się aktualnie wyodrębniony już dział metaloznawstwa, zwany fraktografią. Dlatego w tym miejscu ograniczymy się jedynie do przedstawienia najważniejszych makroskopowych cech charakterystycznych trzech podstawowych rodzajów przełomów naturalnych.

Przełom ciągliwy powstaje przy pękaniu tworzyw metalicznych z udziałem odkształceń plastycznych (**rys. 1.14a**). Charakteryzuje się wyglądem włóknistym, matowym, jedwabistym. Części brzegowe przełomu zerwane są ukośnie pod kątem 45° . W okolicy przełomu widać znaczne przewężenie pękniętego elementu. Na przełomach ciągliwych, elementów konstrukcyjnych w postaci okrągłych prętów, daje się zwykle wyróżnić trzy strefy: środkową włóknistą, pośrednią promienistą i brzegową ściętą.

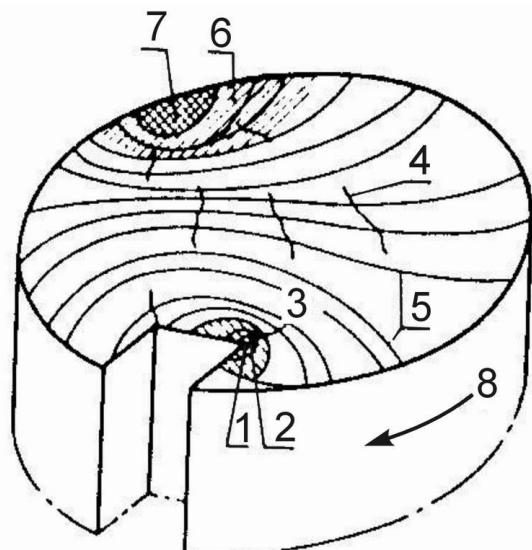
Przełom kruchy powstaje przy nagłym, katastroficznym pękaniu elementów konstrukcyjnych z tworzyw metalicznych, bez udziału odkształceń plastycznych (**rys. 1.14b**).



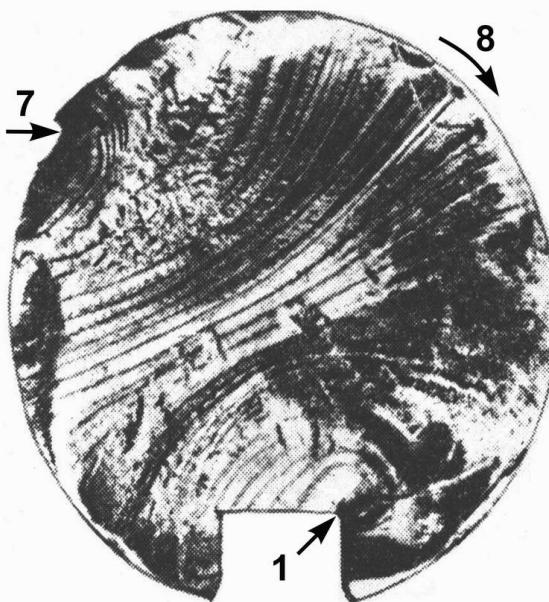
Rys.14. Makrostruktura powierzchni przełomu stali typowo ciągliwego (a) i kruchego (b), wg Ł. P. Gerasimowa

Przełom kruchy cechuje się na ogół wyglądem ziarnistym, błyszczącym. Stopień płaskości jego powierzchni świadczy o stopniu przeciążenia materiału i jego kruchości w warunkach awarii. Bardzo płaska powierzchnia przełomu świadczy o dużej kruchości materiału, który w określonych warunkach mógł pękać z bardzo dużą prędkością rozprzestrzeniania się frontu pęknięcia, przy poziomie naprężeń nominalnych (obliczeniowych) znacznie niższym od granicy plastyczności. W miejscu przełomu nie ma przewężenia przekroju pękniętego elementu. Jodełkowaty układ nierówności powierzchni przełomu świadczy o pękaniu wysokonapreżeniowym. Przełom taki przechodzi zazwyczaj w przełom ciągliwy.

a)



b)



Rys. 1.15. Makrogeometria powierzchni przełomu zmęczeniowego w ujęciu poglądowym (a), wg S. Kocańdy i w rzeczywistości (b), wg D. J. Wulpi

Przełom zmęczeniowy (rys. 1.15) może powstać w elementach konstrukcyjnych przenoszących obciążenia zmienne o dużej liczbie cykli.

Pękanie zmęczeniowe, podobnie jak pękanie kruche, nie powoduje widocznego odkształcenia plastycznego (przewężenia) elementu pękniętego w miejscu przełomu. W odróżnieniu od pękania kruchego, front tego pęknięcia rozprzestrzenia się skokowo ale w sumie bardzo powoli - od 10^{-10} m/cykl, w początkowej fazie propagacji frontu pęknięcia, do 10^{-4} m/cykl na końcu. Po przekroczeniu pewnej krytycznej wielkości szczeliny pęknięcia zmęczeniowego i tym samym wystarczająco dużym osłabieniu przekroju czynnego, następuje ostateczne pęknięcie rozdzielcze w postaci tzw. „dołomu”, z nagłym utworzeniem strefy przełomu doraźnego, najczęściej o charakterze kruchym.

Wygląd przełomu zmęczeniowego jest dlatego bardzo charakterystyczny bo składa się z dwóch łatwych do odróżnienia stref:

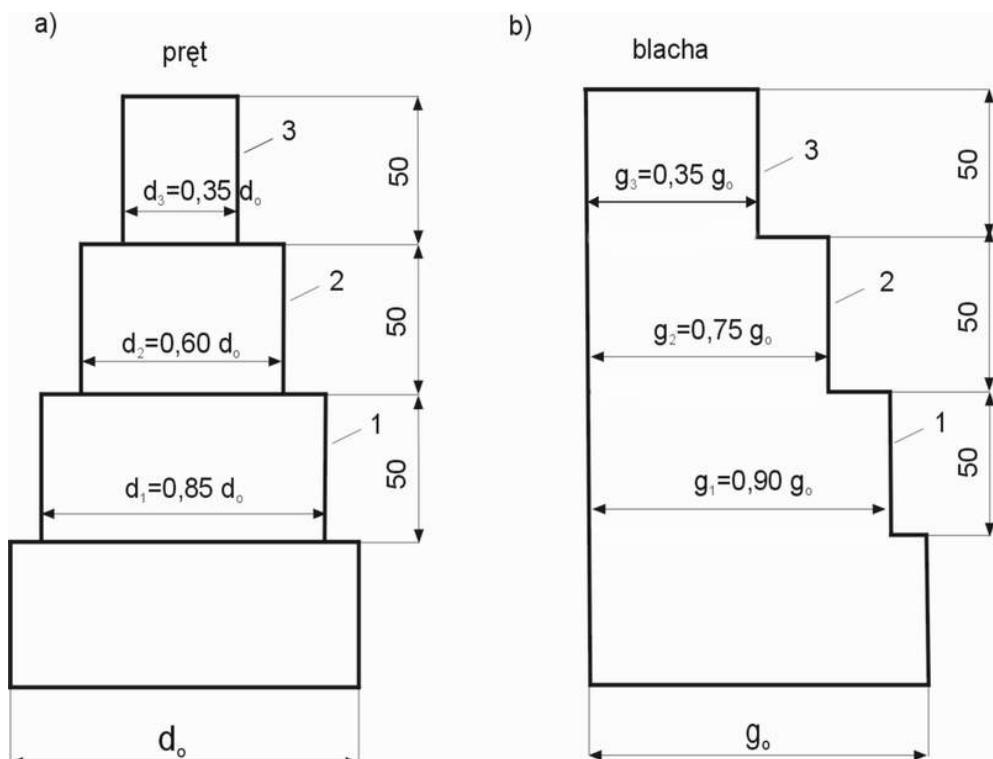
- strefy pękania zmęczeniowego o gładkiej muszlowej (czasem wybłyszczonej) powierzchni z wyraźnie zaznaczonymi liniami kolejnych „przystanków” frontu pękania (zwanych liniami „spoczynku”). Kształt tych linii ma postać koncentrycznych kół, których środek wyznacza położenie ogniska pęknięcia. Najczęściej bywa nim wada materiałowa lub karb powierzchniowy.
- strefy przełomu doraźnego, o powierzchni chropowatej, zwykle o charakterze kruchym, transkrystalicznym. Zdarza się jednak również, że ta strefa przełomu tworzy się z udziałem odkształceń plastycznych.

Obydwie strefy mogą być usytuowane w dwóch płaszczyznach, różniących się kątem nachylenia, względem osi pękniętego elementu.

1.3. Próba toczenia lub strugania schodkowego

Próba ta, którą można zaliczyć do specjalnych metod badań makroskopowych, stosowana jest do oceny jakości metalurgicznej stalowych wyrobów hutniczych, pod względem rozkładu w ich objętości, ilości i wielkości makroskopowych wewnętrznych nieciągłości, głównie w postaci wtrąceń niemetalicznych i niezgrzanych pęcherzy. Prowadzona zgodnie z normą PN-60/H-

04508, polega na toczeniu lub struganiu kolejnych kilku warstw próbki badanego wyrobu, wg schematu na rys. 1.16 oraz poddaniu świeżo obrobionych powierzchni badaniom makroskopowym na obecność nieciągłości materiałowych. W wyniku badania podaje się liczbę i klasę ich wielkości. Celem zapewnienia dobrej wykrywalności tych wad końcową operację obróbki skrawaniem wykonuje się drobnym wiórem.



Rys.16. Schemat toczenia (a) i strugania schodkowego (b) próbek do badań rozkładu w ich objętości makroskopowych wad wewnętrznych, wg K. Przybyłowicza

1.4. Ujawnianie makroskopowych wad wewnętrznych metodami nieniszczącymi

Konieczność stosowania do badań makroskopowych wad wewnętrznych w tworzywach metalicznych metod nieniszczących jest oczywista w przypadku stosowania ich na odpowiedzialne elementy konstrukcyjne, których nieoczekiwana utrata niezawodności byłaby równoznaczna z zagrożeniem życia ludzi lub poważnymi stratami ekonomicznymi. Materiały stosowane na takie elementy konstrukcyjne, jak również same ich połączenia muszą dlatego podlegać stu procentowej kontroli jakości na obecność wad wewnętrznych.

Prowadzeniem tego rodzaju kontroli jakości, bazującej na możliwości ujawniania i określania wielkości wad wewnętrznych metodami pośrednimi, zajmuje się odrębna dziedzina wiedzy i techniki zwana defektoskopią.

Najważniejszymi metodami badawczymi, którymi defektoskopia posługuje się do wykrywania wad wewnętrznych są: metoda ultradźwiękowa, radiologiczna, indukcyjna i magnetyczna.

Kluczową sprawą przy stosowaniu tego rodzaju badań jest określenie krytycznej wielkości wady przez konstruktora oraz wybór odpowiedniej metody badawczej, gwarantującej zakładaną wykrywalność, przy możliwie jak najmniejszym koszcie.

