

Kompendium do ćwiczeń laboratoryjnych

Dylatometryczne badania przemian fazowych w stalach

1. Podstawy teoretyczne dotyczące przemian fazowych w stalach

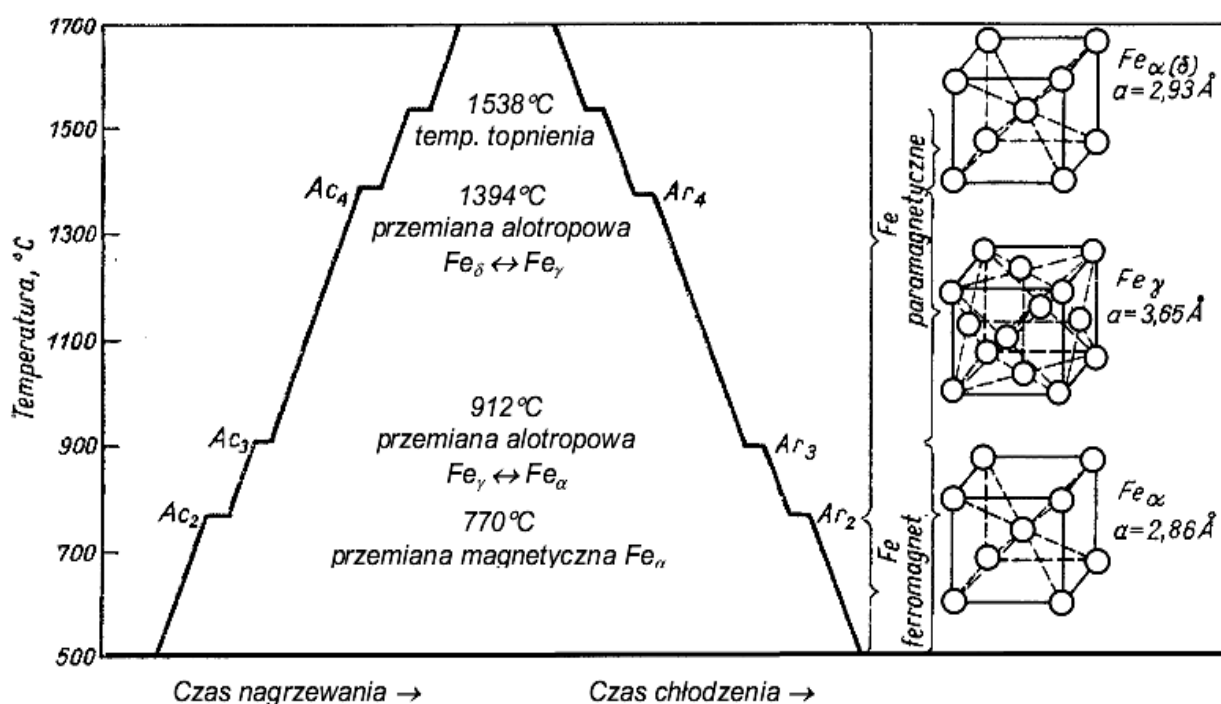
1.1. Przemiany alotropowe w czystym żelazie

Żelazo zaliczane jest do grupy metali przejściowych, należy do pierwiastków polimorficznych i występuje w trzech odmianach alotropowych. W odpowiednich zakresach temperatur odmiany alotropowe żelaza oznaczane są w następujący sposób:

- Fe- α (lub Fe $_{\alpha}$) – poniżej temperatury 912°C, struktura regularna przestrzennie centrowana RPC (A2), parametr sieci $a_0 = 0,286$ nm;
- Fe- γ (lub Fe $_{\gamma}$) – w zakresie temperatur 912÷1394°C, struktura regularna ściennie centrowana RSC (A1), parametr sieci $a_0 = 0,365$ nm;
- Fe- δ (lub Fe $_{\delta}$) – powyżej 1394°C do temperatury topnienia 1538°C, struktura regularna przestrzennie centrowana RPC (A2), parametr sieci $a_0 = 0,293$ nm.

Punkt Curie żelaza występuje przy temperaturze 770°C, a więc poniżej tej temperatury żelazo jest ferromagnetyczne a powyżej paramagnetyczne.

Przemiany fazowe w czystym żelazie należą do kategorii przemian alotropowych. Ich temperatury można określić na podstawie analizy termicznej w oparciu o krzywe nagrzewania lub chłodzenia (Rys.1). Przemiany te uwidaczniają się w postaci przystanków temperatury spowodowanych pochłanianiem lub wydzielaniem ciepła podczas przemiany. Temperatury przemian, czyli punkty przełomowe w czystym żelazie oraz stalach, przyjęto oznaczać literą A (z francuskiego; *arret* - przystanek), z indeksem "c" - gdy przemianę oznaczono przy nagrzewaniu (*chauffage*) lub indeksem "r" - gdy przemiana zachodzi podczas chłodzenia (*refroidissement*). Temperatury te ustala się na podstawie bardzo wolnych przebiegów nagrzewania i chłodzenia, tak aby w największym stopniu przybliżyć się do warunków równowagi.



Rys.1. Przemiany alotropowe w czystym żelazie; krzywe nagrzewania i chłodzenia; komórki elementarne odmian alotropowych żelaza.

Temperatura A_4 – odpowiada przemianie alotropowej $Fe-\delta \leftrightarrow Fe-\gamma$.

A_3 – odpowiada przemianie alotropowej $Fe-\gamma \leftrightarrow Fe-\alpha$;

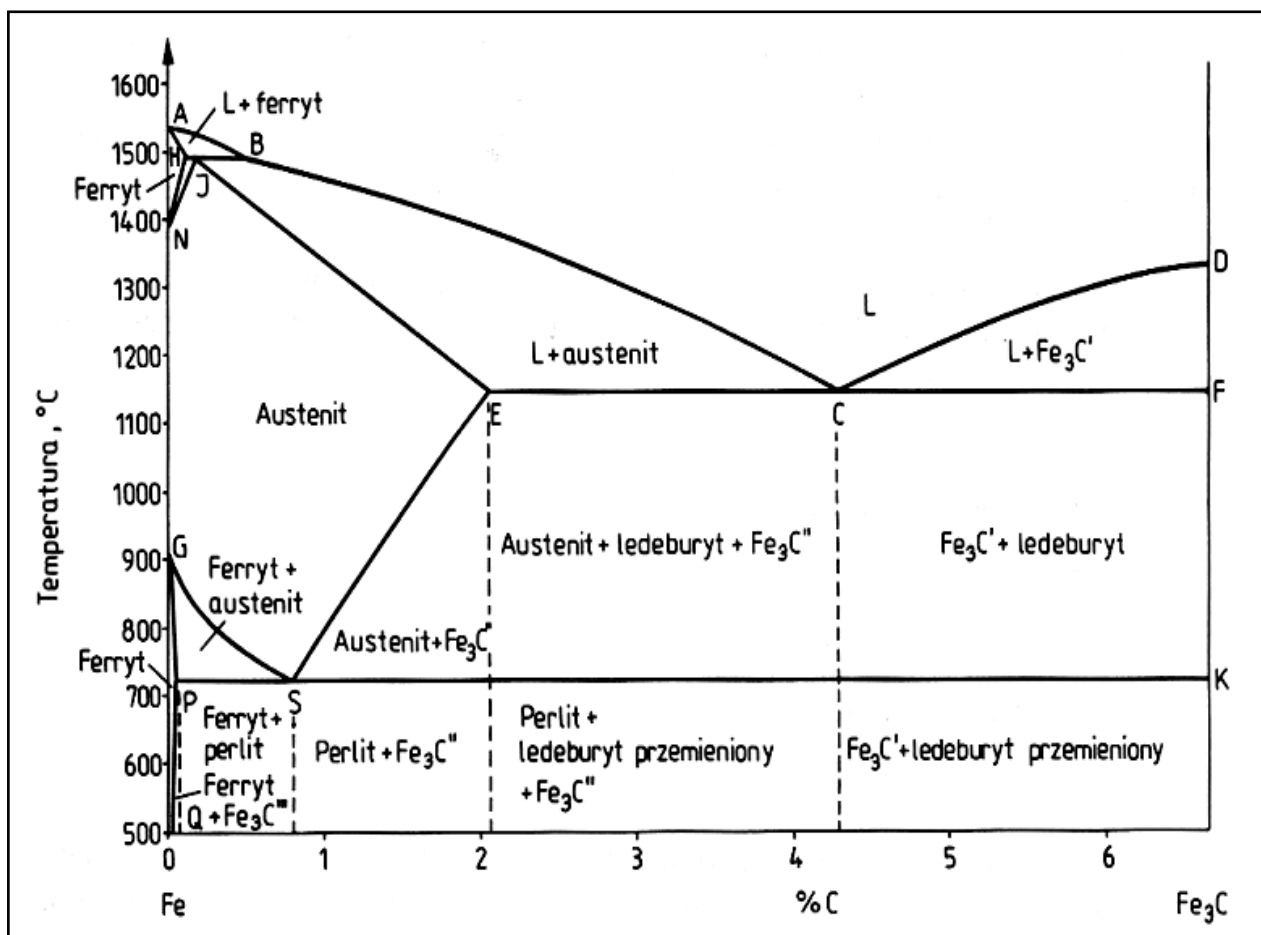
A_2 – odpowiada przemianie magnetycznej żelaza α ($Fe-\alpha$).

Odmiany alotropowe żelaza tworzą z węglem roztwory stałe międzywęzłowe, które wykazują różną zdolność rozpuszczania węgla. Zależy ona ponadto od temperatury, przy czym maksymalna rozpuszczalność występuje zawsze przy temperaturach przemian (perytektycznej, eutektycznej i eutektoidalnej), które występują na wykresie $Fe-Fe_3C$:

Ferryt (δ) → (tzw. ferryt wysokotemperaturowy) jest międzywęzłowym roztworem stałym węgla w żelazie- δ ; występuje w polu AHN; maksymalna rozpuszczalność węgla wynosi 0,09% przy temperaturze przemiany perytektycznej (1495°C).

Austenit (γ) → jest międzywęzłowym roztworem stałym węgla w żelazie- γ ; występuje w polu NJESG; rozpuszczalność węgla w $Fe-\gamma$ jest znacznie większa niż w $Fe-\alpha(\delta)$ i zmienia się wraz ze zmianą temperatury wzdłuż linii SE; w temperaturze przemiany eutektoidalnej rozpuszczalność wynosi 0,77%C, natomiast w temperaturze przemiany eutektycznej (1148°C) rozpuszczalność jest maksymalna i wynosi 2,11%C.

Ferryt (α) → jest międzywęzłowym roztworem stałym węgla w żelazie- α ; występuje w polu GPQ; rozpuszczalność węgla w $Fe-\alpha$ jest niewielka i zależy od temperatury; w temperaturze 20°C rozpuszczalność wynosi 0,008%C, natomiast w temperaturze przemiany eutektoidalnej (727°C) około 0,022%C; rozpuszczalność węgla w ferrycie α zmienia się wzdłuż linii QP.



Rys.2. Wykres równowagi fazowej żelazo-cementyt ($Fe-Fe_3C$) – opis wykresu składnikami strukturalnymi.

1.2. Przemiany fazowe w stalach węglowych

Poniżej zestawiono oznaczenia temperatur przemian, ogólnie stosowane w literaturze w odniesieniu do wykresu równowagi żelazo-cementyt ($\text{Fe-Fe}_3\text{C}$):

A₁ – temperatura przemiany eutektoidalnej (727°C) austenitu w perlit (tzn. mieszaninę ferrytu i cementytu) podczas chłodzenia (linia PSK), przy nagrzewaniu proces przebiega odwrotnie;

A₂ – temperatura przemiany magnetycznej ferrytu - do ok. 0,45%C temperatura ta wynosi 770°C , a przy większych zawartościach węgla zmienia się tak, jak zakres istnienia ferrytu w stalach;

A₃ – zakres temperatur na linii GS; początek wydzielania ferrytu przedeutektoidalnego przy chłodzeniu z austenitu w stalach podeutektoidalnych oraz końca przemiany ferrytu w austenit przy nagrzewaniu - punkt G (912°C) odpowiada temperaturze przemiany alotropowej czystego żelaza;

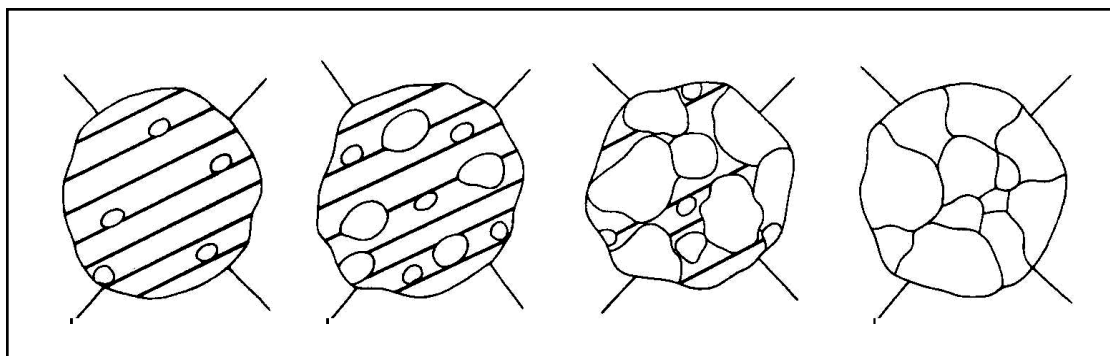
A₄ – zakres temperatur na linii NJ - koniec istnienia ferrytu wysokotemperaturowego przy chłodzeniu - punkt N (1394°C) odpowiada temperaturze przemiany alotropowej żelaza;

A_{cm} – zakres temperatur na linii SE - początek wydzielania się cementytu drugorzędowego z austenitu podczas chłodzenia stali nadeutektoidalnych oraz końca rozpuszczania się cementytu w austenicie przy nagrzewaniu.

Najistotniejsze z punktu widzenia obróbki cieplnej stali węglowych są temperatury przemian (punkty przełomowe) oznaczone symbolami **A₁**, **A₃** i **A_{cm}**. Znajomość tych temperatur, powyżej których fazą stabilną jest austenit, umożliwia prawidłowe przeprowadzenie austenityzowania stali, podstawowego zabiegu dla większości rodzajów obróbki cieplnej.

1.2.1. Przemiany przy nagrzewaniu stali

Temperatury przemian występujące na wykresie $\text{Fe-Fe}_3\text{C}$ odnoszą się do warunków równowagi w poszczególnych stopach. W warunkach rzeczywistych, ze względu na występowanie histerezy cieplnej, przemiany przy nagrzewaniu będą przebiegać przy wyższych temperaturach, zależnie od szybkości nagrzewania (stosowanie indeksu "c" – *chauffage*).

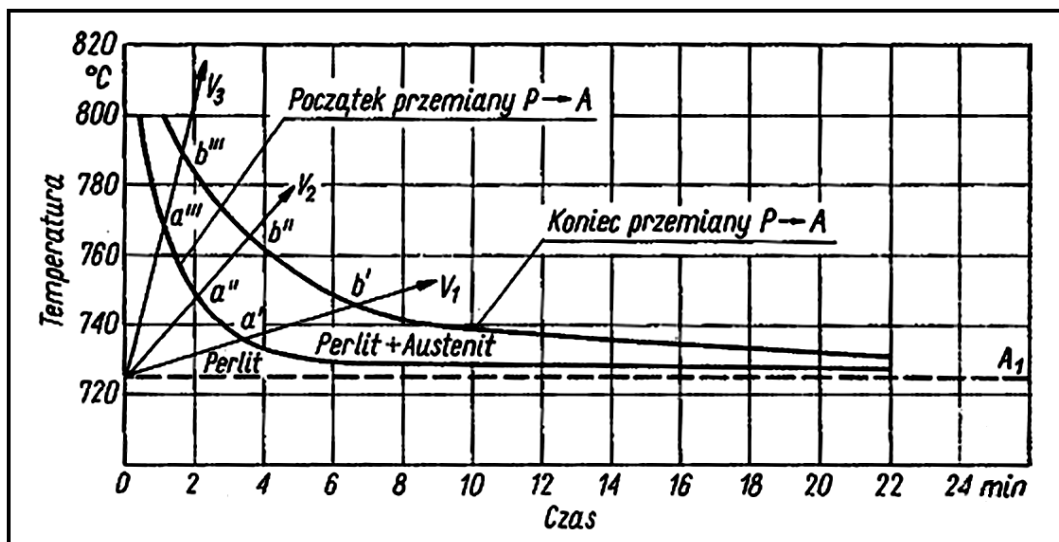


Rys.3. Schemat przebiegu przemiany fazowej perlitu w austenit podczas nagrzewania stali eutektoidalnej (perlitycznej).

Podczas nagrzewania stali o strukturze perlitycznej zarodki austenitu powstają na bardzo rozbudowanych powierzchniach pomiędzy płytkami ferrytu i cementytu (rys. 3). W stopach żelaza z węglem procesem, który kontroluje szybkość tworzenia się austenitu jest dyfuzja międzywęzłowych atomów węgla, ponieważ tylko ten pierwiastek musi dyfundować na większe odległości. Zajmujące pozycje w węzłach sieci atomy żelaza przechodzą tylko przez granice międzyfazowe i wbudowują się w strukturę austenitu,

przemieszczając się tylko na bardzo niewielkie odległości, które wynoszą zaledwie kilka średnic atomowych.

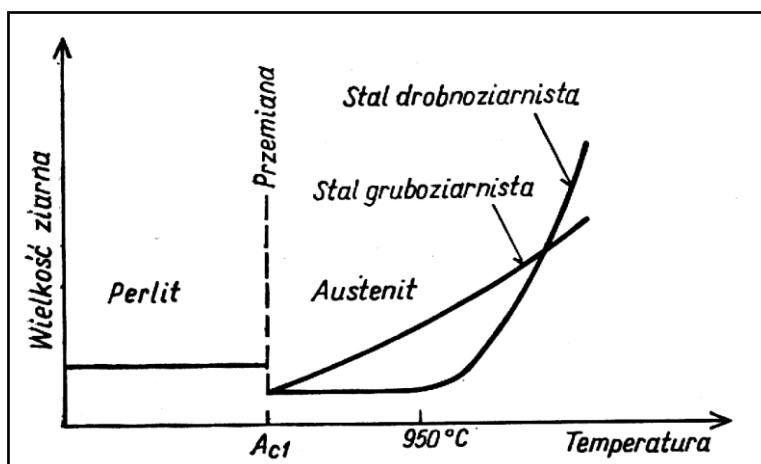
Przy nagrzewaniu ciągłym, przemiana perlitu w austenit nie zachodzi przy stałej temperaturze, lecz w pewnym zakresie temperatur leżącym tym wyżej, im większa jest szybkość nagrzewania (rys. 4). Przemiana rozpoczyna się od tworzenia zarodków austenitu na granicach międzyfazowych ferryt/cementyt i zachodzi poprzez ciągły wzrost ziaren austenitu. Przebieg przemiany przedstawiono schematycznie na rysunku 3.



Rys.4. Wpływ szybkości nagrzewania na temperaturę przemiany perlitu w austenit ; P – perlit, W – cementyt, An – austenit niejednorodny, Aj – austenit jednorodny, Ap – krzywa początku tworzenia się austenitu ($V_1 = 3^\circ\text{C/h}$; $V_2 = 0,25^\circ\text{C/s}$; $V_3 = 6^\circ\text{C/s}$)

Na rysunku 4 przedstawiono zmiany temperatury przemiany perlitu w austenit (A_{c1}) w zależności od stopnia przegrzania. Położenie krzywych wskazuje, że im większa jest szybkość nagrzewania tym przy wyższej temperaturze i szybciej zachodzi przemiana, tzn. krótszy jest czas trwania przemiany.

Przemianie perlitu w austenit towarzyszy zmniejszenie wielkości ziarna. Nowo powstałe ziarna austenitu są zwykle bardzo drobne i w zasadzie ich wymiary nie zależą od wielkości kolonii perlitu, z których powstają. Dalsze nagrzewanie wywołuje rozrost ziarna austenitu. Schemat rozrostu ziarn austenitu przedstawiono na rysunku 5. Rozróżnia się dwa typy stali; stale nie mające skłonności do rozrostu ziarn austenitu - noszą nazwę stali drobnoziarnistych, oraz stale wykazujące skłonność do rozrostu - stale gruboziarniste.



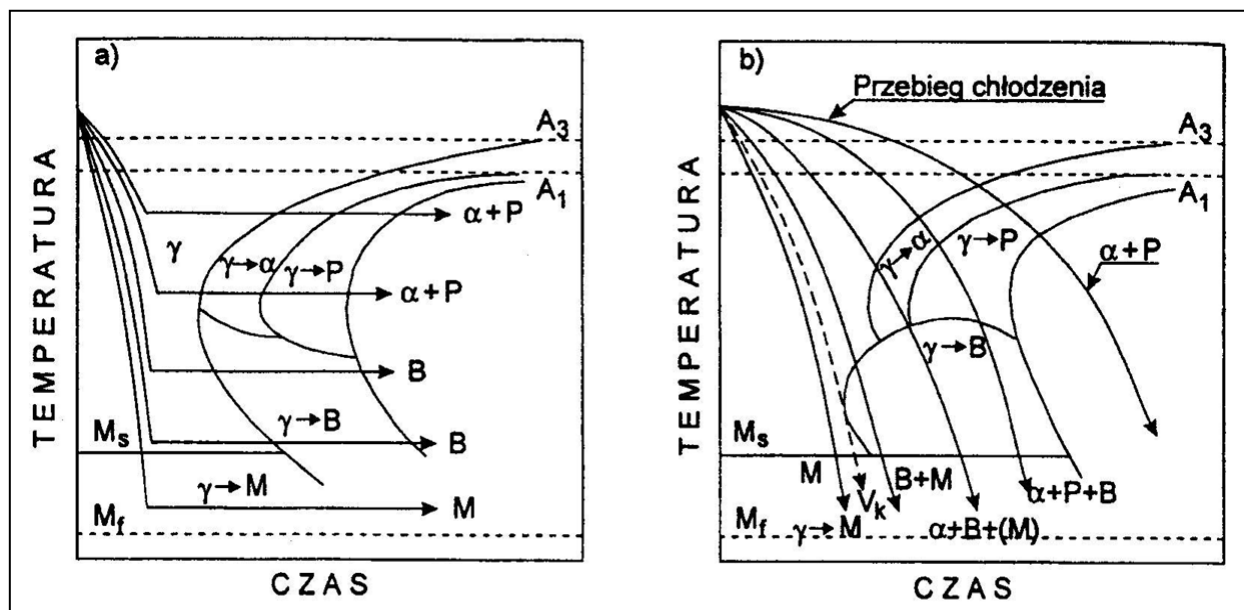
Rys.5. Schemat rozrostu ziarn austenitu w stali eutektoidalnej drobno- i gruboziarnistej

1.2.2. Przemiany przy chłodzeniu stali

Przemiany w stali podczas chłodzenia przedstawia się za pomocą wykresów CTP (czas-temperatura-przemiana). Przy czym rozróżnia się dwa rodzaje tych wykresów:

- wykresy CTPi, przedstawiające przemiany zachodzące w stali w warunkach izotermicznych (rys. 6a);
- wykresy CTPc, przedstawiające przemiany zachodzące w stali podczas chłodzenia ciągłego (rys. 6b).

Na wykresach tych, oprócz danych o rodzaju i stopniu zaawansowania poszczególnych przemian w funkcji czasu, zamieszcza się również ilościowe dane dotyczące udziałów objętościowych produktów przemian austenitu i ich własności.



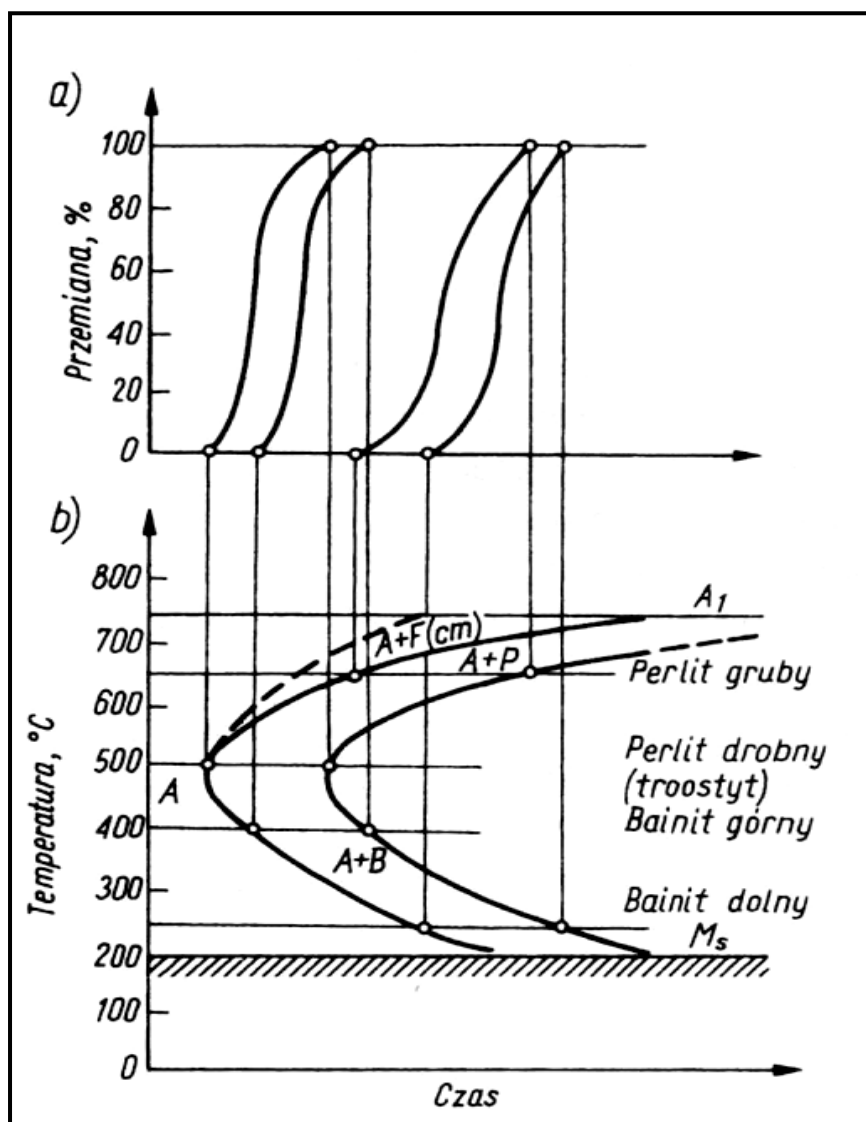
Rys. 6. Schematy wykresów przemian przechłodzonego austenitu stali podeutektoidalnej: (a) wykres CTPi, (b) wykres CTPc; zastosowane symbole oznaczają: γ – austenit, α – ferryt, P – perlit, B – bainit, M – martenzyt

Wykresy przemian austenitu w warunkach izotermicznych (CTPi) otrzymujemy w następujący sposób. Jeżeli przechłodzimy austenit do temperatury poniżej A_{r1} i wytrzymując materiał w tej temperaturze będziemy analizować postęp przemiany, a wyniki przedstawimy w układzie "ilość przemienionego austenitu – logarytm czasu", to otrzymamy tzw. krzywą typu "S" (rys. 7a).

Jak można zauważyć, po przechłodzeniu do odpowiedniej temperatury austenit początkowo nie ulega przemianie. Ten okres czasu nazywamy okresem inkubacyjnym lub trwałości austenitu. W miarę izotermicznego wytrzymania austenitu w określonej temperaturze rozpoczyna się przemiana, po czym przechodzi przez maksimum szybkości przemiany i po pewnym czasie ulega zakończeniu.

Wyznaczając tego typu krzywe kinetyczne przemiany austenitu dla różnych temperatur, jak to pokazano na rysunku 7a, nanosi się punkty początku i końca przemiany austenitu na wykres w układzie współrzędnych "temperatura – logarytm czasu" w sposób pokazany na rysunku 7b. Łącząc następnie linią ciągłą punkty początku i końca przemiany, otrzymujemy wykres przemiany austenitu w warunkach izotermicznych (CTPi).

Należy jednak podkreślić, że tylko nieliczne zabiegi obróbki cieplnej polegają na rozkładzie austenitu w warunkach izotermicznych. Podczas zdecydowanej większości zabiegów występuje chłodzenie ciągłe, dlatego też większe znaczenie dla praktyki obróbki cieplnej mają wykresy CTPc.



Rys. 7. Kinetyczne krzywe typu "S", przemiany austenitu przy różnych temperaturach (a) oraz sposób ustalenia przebiegu linii wykresu izotermicznego rozkładu austenitu CTP_i (b)

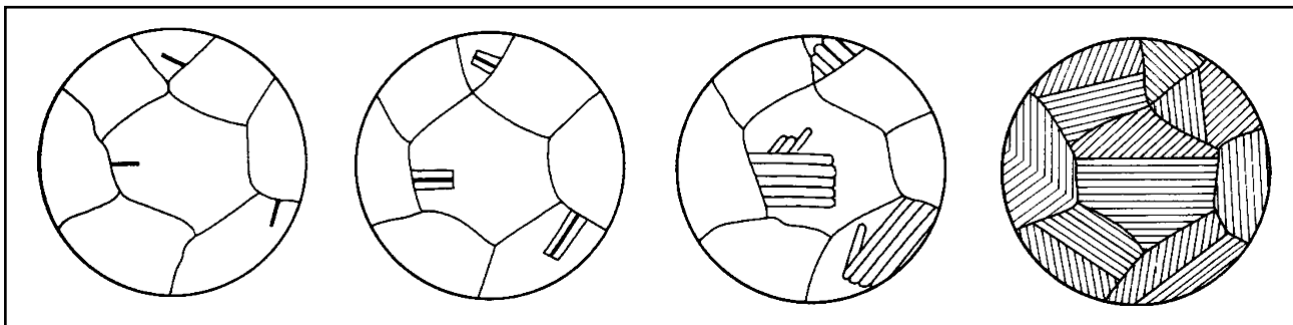
Analizując wykresy CTP widzimy, że w trakcie chłodzenia austenitu zachodzić mogą trzy następujące przemiany: perlityczna, bainityczna i martenzytyczna.

W zasadzie w przypadku dwóch pierwszych przemian, ich przebieg polega na rozkładzie austenitu na mieszaninę ferrytu i cementytu ($\alpha + \text{Fe}_3\text{C}$). Szybkość zachodzenia obu przemian w zasadniczym stopniu zależy od stopnia przechłodzenia, a tym samym od szybkości dyfuzji i różnicy energii swobodnych (rys. 8).

W miarę wzrostu przechłodzenia następuje działanie dwóch przeciwnych czynników, które wpływają odmiennie na szybkość przemiany. Z jednej strony przechłodzenie zwiększa różnicę energii swobodnych między austenitem a mieszaniną ferrytu i cementytu, co przyspiesza zarodkowanie i zachodzenie przemiany. Z drugiej strony zmniejsza się szybkość dyfuzji węgla, co z kolei opóźnia przemianę. W wyniku łącznego działania obu czynników szybkość przemiany początkowo rośnie ze wzrostem przechłodzenia, osiągając przy pewnej wartości przechłodzenia maksimum (V_m), a następnie maleje. Temperaturę odpowiadającą maksymalnej szybkości przemiany szacuje się zwykle na około 500-550°C lub inaczej $T_m \sim A_1 - 200^\circ\text{C}$ (rys. 9).

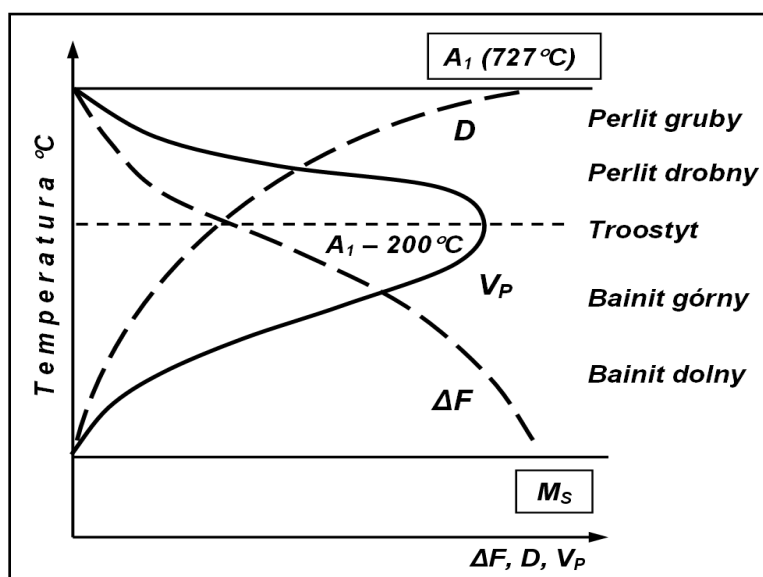
Przy niewielkim stopniu przechłodzenia austenitu, tzn. nieco poniżej temperatury A_1 (727°C), węgiel może dyfundować na większe odległości i powstaje perlit gruboziarnisty

(grube płytki cementytu i ferrytu). Obniżenie temperatury przemiany skracza czas przemiany, dyfuzja węgla zachodzi na mniejszych odległościach, powstaje więcej cieńszych płytek i w efekcie tworzy się perlit drobnoziarnisty.



Rys. 8. Schemat przebiegu przemiany fazowej austenitu w perlit podczas chłodzenia stali eutektoidalnej (perlitycznej)

Tak więc zarówno perlit gruboziarnisty jak i drobnoziarnisty są strukturami tego samego typu, składającymi się z ferrytu i cementytu, różniącymi się tylko stopniem dyspersji obu tych faz. Dla przechłodzenia, przy którym występuje maksimum szybkości przemiany, otrzymujemy perlit o stopniu dyspersji uniemożliwiającym rozróżnienie płytek ferrytu i cementytu za pomocą mikroskopii optycznej, zwany troostytem (rys. 9).

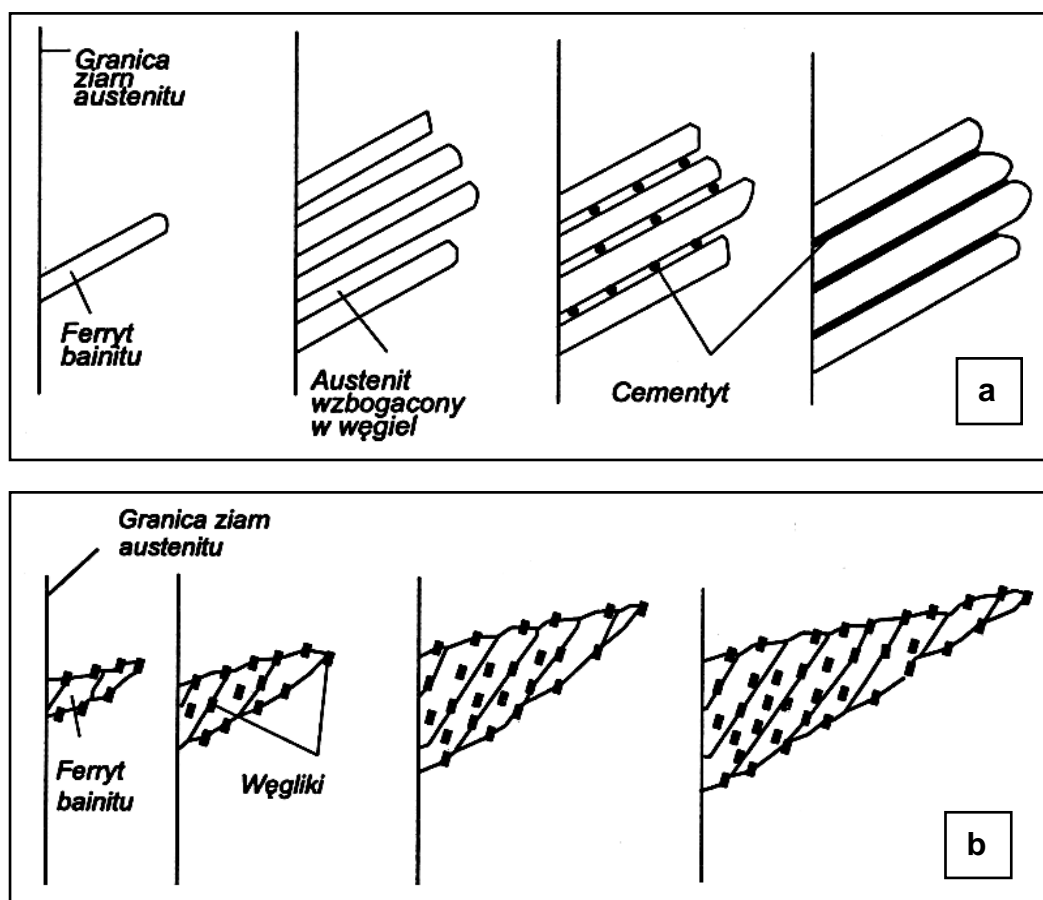


Rys. 9. Zależność szybkości rozkładu austenitu od stopnia przechłodzenia V_P – szybkość przemiany, ΔF – różnica energii swobodnych, D – współczynnik (szybkość) dyfuzji

Po przechłodzeniu austenitu poniżej temperatury 500-550°C zachodzi przemiana bainityczna, która przebiega częściowo na drodze dyfuzyjnej a częściowo bezdyfuzyjnej. Rozróżnia się bainit górny, powstały w wyższej temperaturze, to znaczy nieco poniżej maksimum szybkości przemiany oraz bainit dolny, powstały w niższej temperaturze, która jest bliższa temperaturze M_S (rys. 9 i 10).

Bainit jest również mieszaniną ferrytu i cementytu jak perlit, ale mechanizm jego tworzenia jest inny. W tym zakresie temperatur szybkość dyfuzji węgla w austenicie jest bardzo mała. W takich warunkach z austenitu powstają płytki ferrytu przesyconego węglem, z których wydziela się nadmiar węgla w postaci drobnych wydzieliń cementytu. Różnica pomiędzy bainitem górnym i dolnym polega w zasadniczym stopniu na morfologii i stopniu przesylenia węglem ferrytu oraz stopniu dyspersji wydzieliń cementytu. Z tego

względu bainit górny określa się zwyczajowo jako "pierzasty", natomiast bainit dolny jako "iglasty" (rys. 10).



Rys. 10. Schematy tworzenia się bainitu: **(a)** górnego i **(b)** dolnego

Przy powolnym chłodzeniu austenit rozkłada się na mieszaninę ferrytu i cementytu ($\alpha + \text{Fe}_3\text{C}$), kiedy to jest czas na dyfuzję i koncentrację węgla, dzięki czemu powstaje cementyt, a opuszczone przez węgiel obszary austenitu zamieniają się w ferryt. Jeżeli austenit zostanie gwałtownie przechłodzony, z szybkością większą od krytycznej (V_K), to powstanie metastabilna (nie trwała) faza zwana martenzytem, która zawsze będzie miała tendencję do rozpadu na równowagowe fazy (tzn. ferryt i cementyt), co zwykle ma miejsce przy zastosowaniu procesów wyżarzania (odpuszczania).

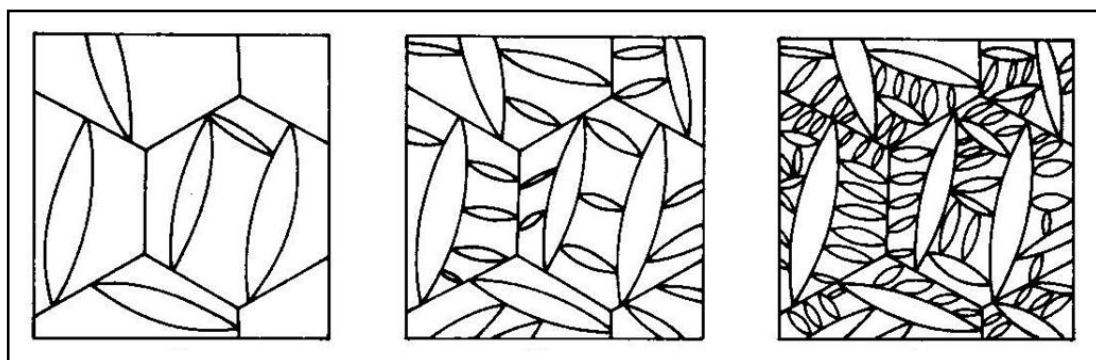
Podczas chłodzenia austenitu z szybkością równą lub większą od krytycznej (V_K – rys. 6b) dyfuzja węgla jest niemożliwa, a w związku z tym przemiany dyfuzyjne nie zachodzą. Dochodzi wówczas do gwałtownej przebudowy struktury krystalicznej, na drodze mechanizmu ścinania, ze struktury regularnej ściennie centrowanej (RSC) austenitu na regularną przestrzennie centrowaną (RPC) martenzytu.

W zależności od zawartości węgla w martenzyście, struktura regularna przestrzennie centrowana ulega tetragonalnemu zniekształceniu i przekształca się w strukturę tetragonalną przestrzennie centrowaną. Tetragonalność martenzytu oceniana jest w stalach ilorazem (c/a) i zależy od zawartości węgla ($c/a = 1 + 0,045 \%C$).

Przemiana martenzytyczna jest zatem przemianą bezdyfuzyjną i zachodzi w stalach tylko w warunkach ciągłego chłodzenia w zakresie pomiędzy temperaturą M_s (martenzyt start) a temperaturą M_f (ang. *martensite finish*). Temperatury M_s i M_f zależą od składu chemicznego austenitu i obniżają się ze wzrostem zawartości węgla oraz większości pierwiastków stopowych.

Tworzące się w austenicie zarodki martenzytu rosną w postaci płytek (listew) z szybkością rozchodzenia się dźwięku w stali ($1000\div 7000$ m/s), dopóki nie natrafiają na przeszkodę (np. granice ziarn austenitu lub inne płytki martenzytu). Przemiana postępuje przez tworzenie się nowych płytek (listew) martenzytu nie zaś poprzez rozrost uprzednio powstałych (rys. 11). W literaturze przedmiotu funkcjonuje pojęcie igła martenzytu, aczkolwiek zgodnie z najnowszą klasyfikacją martenzyt dzieli się na martenzyt listwowy i martenzyt płytkowy.

Martenzyt listwowy tworzy się w większości stopów żelaza. Charakteryzuje się dużą gęstością dyslokacji tworzących często podstrukturę komórkową. Listwy martenzytu układają się równolegle względem siebie tworząc tzw. pakiety. Martenzyt płytkowy powstaje tylko w niektórych stopach żelaza (np. w stalach o dużej zawartości węgla) i występuje w postaci płytek o zróżnicowanej wielkości i kształcie zbliżonym do soczewek. Płytki mogą być zbliżniaczone całkowicie lub częściowo.



Rys. 11. Schemat powstawania igieł martenzytu w ziarnach austenitu

Postęp przemiany martenzytycznej jest hamowany przez rosnące naprężenia ściskające w austenicie (większa objętość martenzytu od austenitu) i w związku z tym przemiana ta często nie zachodzi do końca. Jeżeli podczas hartowania osiągnięto temperaturę M_f , wówczas pozostałą część nie przemienionego austenitu nazywamy austenitem szczątkowym. Jeżeli natomiast podczas hartowania nie osiągnięto temperatury M_f (np. wtedy gdy wskutek dużej zawartości węgla w austenicie temperatura M_f jest niższa od temperatury otoczenia) to pozostały nieprzemieniony austenit nazywamy austenitem reszkowym. Austenit szczątkowy zajmuje obszary między listwami (płytkami) oraz na styku pakietów płytek lub listew. Nazywany jest wówczas austenitem wyspowym.

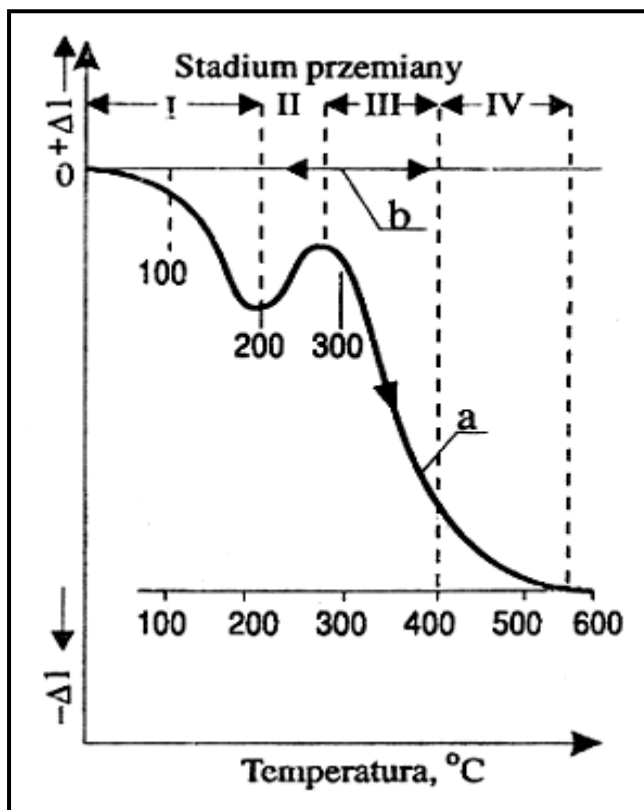
1.2.3. Przemiany podczas odpuszczania stali

Martenzyt jako faza metastabilna nie występuje na wykresie równowagi fazowej żelazo – cementyt. Po pewnym czasie w temperaturach poniżej temperatury eutektoidalnej (A_1) dąży do bardziej stabilnej struktury ferrytu i węglików żelaza. Proces taki zachodzi podczas nagrzewania zahartowanej stali do temperatury poniżej A_1 . Taką obróbkę cieplną nazywa się odpuszczaniem. Przemiany zachodzące podczas odpuszczania przedstawia się zwykle na krzywej dylatometrycznej (rys. 12). W dylatometrze różnicowym można śledzić przemiany zachodzące w zahartowanej stali eliminując zmiany wywołane rozszerzalnością cieplną. Stal wyżarzona daje linię poziomą (b) – brak widocznych przemian; stal zahartowana daje krzywą (a) – widoczne są przemiany struktury.

W pierwszym (I) stadium odpuszczania, tj. w zakresie temperatur $80\div 200^\circ\text{C}$ zmniejsza się parametr c sieci martenzytu i stosunek (c/a) maleje do wartości zbliżonej do jedności. Zawartość węgla w martenzycie zmniejsza się, gdyż wydzielają się bardzo drobne węgliki żelaza o składzie chemicznym zbliżonym do wzoru Fe_2C (widoczny skurcz na krzywej dylatometrycznej). Martenzyt taki nazywa się martenzytem odpuszczonym. Rozróżnia się

węgliki ϵ ($\text{Fe}_{2,4}\text{C}$) oraz η (Fe_2C). Należy sądzić, że węgliki w martenzycie odpuszczonym są tego samego rodzaju, jak bainicie dolnym powstającym z austenitu. Płytki węglika $\text{Fe}_{2,4}\text{C}$ są koherentne z martenzytem. Koherencja ta polega na sprzężeniu sieci węglika z siecią martenzytu wzdłuż określonej płaszczyzny krystalograficznej.

Zmniejszenie stopnia przesylenia martenzytu węglem i związane z tym zmniejszenie naprężeń ściskających powoduje, że w następnym, drugim (II) stadium odpuszczania (ok. $200\div 300^\circ\text{C}$) następuje przemiana austenitu szczątkowego w martenzyt odpuszczony, tzn. mieszaninę przesyconego ferrytu i węglików żelaza. Przemiana ta jest zbliżona swoim mechanizmem do przemiany bainitycznej i powoduje wzrost długości (ok. 3%) próbki zahartowanej w porównaniu z próbką niezahartowaną.



Rys. 12. Krzywa dylatometryczna podczas odpuszczania stali węglowej (1,2%C)

W trzecim (III) stadium odpuszczania (ok. $300\div 400^\circ\text{C}$) następuje przemiana węglików przejściowych, tzn.: ϵ ($\text{Fe}_{2,4}\text{C}$) oraz η (Fe_2C), w cementyt (Fe_3C). Przemiana ta zachodzi mechanizmem zarodkowania niezależnego, tzn. polega na rozpuszczaniu się węglików przejściowych (chwilowe lokalne przesylenie osnowy węglem) i niezależnym wydzielaniu się cementytu.

W ostatnim, czwartym (IV) stadium odpuszczania (powyżej ok. 400°C), następuje dalsze wydzielanie cementytu oraz następuje jego koagulacja, polegająca na rozpuszczaniu się cząstek drobnych i rozroście dużych, które zaczynają przyjmować kształt zbliżony do kulistego. Struktura po takim odpuszczaniu nosi nazwę sorbitu.

W przypadku dalszego zwiększania temperatury (powyżej ok. 600°C) następuje dalsza koagulacja cementytu i zdrowienie a nawet rekrytalizacja zdefektowanej osnowy ferrytycznej. W wyniku tego otrzymuje się strukturę tzw. sferoidytu czyli cementytu kulkowego w osnowie ferrytu.

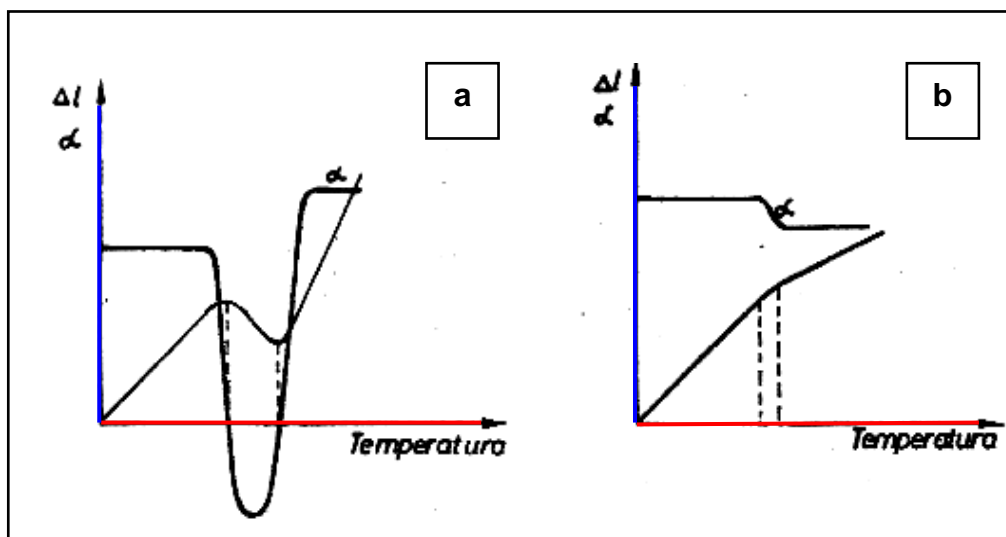
2. Badania dylatometryczne przemian fazowych w stalach

Spośród metod stosowanych w metaloznawstwie do badania przemian fazowych dużą prostotą a jednocześnie precyzją odznacza się metoda dylatometryczna. Jest ona stosowana do określania punktów (temperatur) krytycznych w stalach, do opracowywania wykresów kinetyki przemiany przechłodzonego austenitu przy chłodzeniu ciągłym (CTPc) i w warunkach izotermicznych (CTPi) oraz badania przemian zachodzących podczas odpuszczania stali.

Ciała stałe składają się z atomów wykonujących drgania (ruchy oscylacyjne) wokół średnich położeń. Na energię atomu składają się, równe sobie, energie potencjalna i kinetyczna. Zrównoważenie sił przyciągania i odpychania w ruchu drgającym, wyznacza średnią odległość pomiędzy atomami i jednocześnie minimum energii całkowitej. Ze wzrostem temperatury wzrasta energia i amplituda drgających atomów. Rośnie zatem średnia odległość pomiędzy nimi a w konsekwencji również objętość ciała stałego. Zjawisko to określane jest mianem rozszerzalności cieplnej.

Przemianom fazowym w metalach i stopach metali, takim jak przemiany alotropowe, procesy wydzielania i rozpuszczania w stanie stałym, towarzyszy zmiana objętości właściwej oraz zmiana współczynnika rozszerzalności liniowej i objętościowej (rys. 13). Wymienione powyżej zmiany wykorzystuje się w badaniach dylatometrycznych będących jedną z metod analizy cieplnej:

- Zmiana temperatury materiału o określonym składzie fazowym powoduje równomierne zmiany jego wymiarów;
- Zależności temperaturowe objętości (V), gęstości (ρ), współczynnika rozszerzalności cieplnej (α), etc. zmieniają się skokowo przy przemianach fazowych;
- Poza zakresem pomiędzy temperaturą początku i końca przemiany, zależności tych parametrów od temperatury są w przybliżeniu liniowe.



Rys.13. Krzywe zmian wydłużenia (ΔL) i współczynnika rozszerzalności cieplnej (α) w zależności od temperatury, przy przemianach fazowych:

- (a) – pierwszego rzędu (nieciągła zmiana ciepła właściwego w funkcji temperatury),
(b) – drugiego rzędu (ciągła zmiana ciepła właściwego w funkcji temperatury).

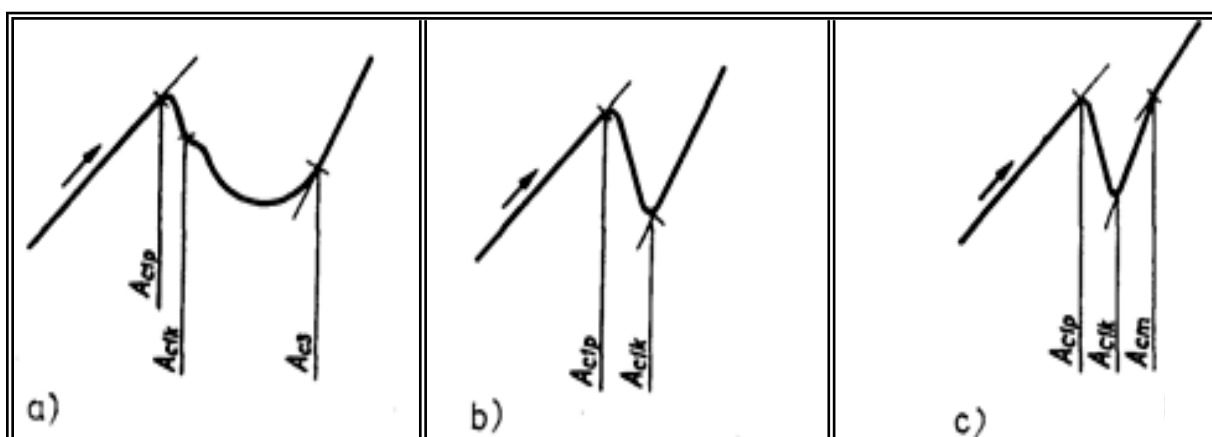
Z zależności przedstawionych na rysunku 13 wynika, że temperaturę początku i końca przemiany (tzw. punkty przełomowe lub krytyczne) można określić, mierząc i rejestrując zmiany objętości (długości) próbki w funkcji temperatury. Z tego faktu wynika istota badań

przemian fazowych w oparciu o metodę dylatometryczną. Podstawowym celem badań dylatometrycznych jest wyznaczenie temperaturowego i czasowego początku oraz końca przemian fazowych zachodzących podczas założonych zabiegów cieplnych, poprzez naśladowanie tych zabiegów w dylatometrze.

Bezpośrednie zastosowanie metody dylatometrycznej do pomiaru zmian objętości próbki materiału w funkcji temperatury $\Delta V = f(T)$, czasu $\Delta V = f(t)$ lub jednocześnie temperatury i czasu jest niezwykle trudne. W praktyce badania dylatometryczne sprowadzają się zatem do pomiaru i rejestracji zmian jednego wymiaru próbki, najczęściej długości, $\Delta L = f(T)$. Wszystkie rozwiązania konstrukcyjne dylatometrów do badania metali i stopów są oparte na tej samej zasadzie. Próbka badanego materiału, umieszczona w uchwycie kwarcowym lub korundowym, jest nagrzewana (chłodzona) z określoną szybkością lub wytrzymywana przy stałej temperaturze. Zmiany długości próbki są przekazywane do urządzenia powiększającego i rejestrującego te zmiany w funkcji temperatury próbki lub czasu. Przy ciągłej zmianie temperatury próbki i rejestracji zmian jej długości w funkcji czasu należy, niezależnie od tego, rejestrować również zmiany temperatury próbki w funkcji czasu.

Rozróżnienie typów dylatometrów opiera się na kilku podstawowych kryteriach konstrukcyjnych i pomiarowych. Ze względu na sposób pomiaru wydłużenia próbki rozróżnia się dylatometry różnicowe lub bezwzględne. Dylatometr różnicowy rejestruje zmianę różnicy wydłużenia pomiędzy próbką wzorcową a próbką badaną. Dylatometr bezwzględny rejestruje bezpośrednio powiększoną zmianę wydłużenia próbki badanej. Ze względu na sposób powiększenia wydłużenia rozróżnia się dylatometry mechaniczne, elektryczne, optyczne i laserowe. Z kolei ze względu na rodzaj realizowanego zabiegu cieplnego można wyróżnić dylatometry do badań przy ciągłej zmianie temperatury próbki oraz dylatometry do badań izotermicznych.

Rejestrowane na dylatogramie zmiany długości próbki, o określonym składzie fazowym i strukturalnym, są funkcją zmian jej temperatury, stąd na jakość (dokładność) dylatogramu wpływają błędy zarówno w układzie pomiarowym, jak i rejestrującym wydłużenie oraz temperaturę. Czułość pomiaru zmian wydłużenia próbki w większości produkowanych obecnie dylatometrów jest rzędu $10^{-5} \div 10^{-6}$ długości próbki.



Rys.14. Przykłady oraz sposób interpretacji dylatogramów (krzywych dylatometrycznych) w układzie: wydłużenie - temperatura, dla nagrzewania trzech stali węglowych; (a) - podoeutektoidalnej, (b) - eutektoidalnej, (c) – nadeutektoidalnej.

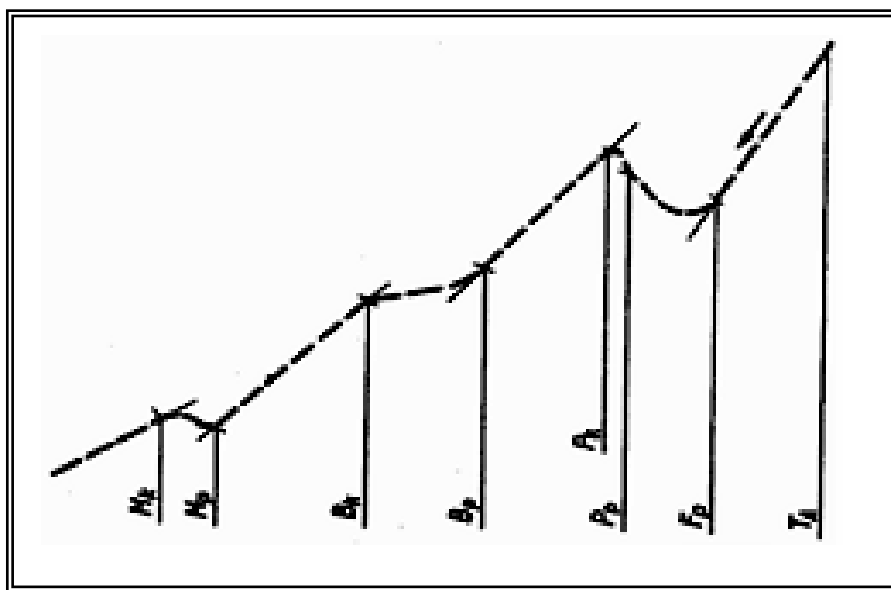
Jak dotąd nie sprecyzowano ścisłych kryteriów, jakimi należy się posługiwać przy określaniu początku lub końca przemiany fazowej na podstawie dylatogramu (krzywej dylatometrycznej). Kryteria dotychczas stosowane mają charakter mniej lub bardziej

arbitralny. Temperatury punktów przełomowych wyznacza się zwykle metodą graficzną w sposób przedstawiony na rysunkach 14a-c i 15. Za temperaturę początku przemiany fazowej przyjmuje się ostatni punkt wspólny krzywej dylatometrycznej i stycznej do tej części krzywej, która bezpośrednio poprzedza efekt dylatacyjny pochodzący od przemiany. Natomiast za temperaturę końca przemiany fazowej przyjmuje się pierwszy punkt wspólny dylatogramu i stycznej do tej części krzywej bezpośrednio po efekcie dylatacyjnym pochodzącym od przemiany.

Zgodnie z powyższym kryterium za początek przemiany fazowej perlitu w austenit (A_{c1p}) przyjmuje się punkt, w którym krzywa dylatometryczna ulega odchyleniu od stycznej zgodnie z kierunkiem nagrzewania (rys.14a-c). Za koniec przemiany fazowej (A_{c1k}) uważa się punkt załamania dylatogramu (rys.14a) lub przejścia krzywej w linię zbliżoną do prostej, aproksymowaną za pomocą stycznej (rys.14b,c).

Określając punkt przełomowy, który na dylatogramie (krzywej dylatometrycznej) oznacza koniec jednej i jednocześnie początek drugiej przemiany, można posłużyć się albo podanym powyżej kryterium początku względnie końca przemiany, w zależności od tego, którą ze stycznych można poprowadzić z większą dokładnością.

Temperatury przemian fazowych w stanie stałym, które zachodzą mechanizmem dyfuzyjnym, wykazują histerezę cieplną. Tzw. efekty przegrzania albo przechłodzenia zależą w wyraźny sposób od szybkości – odpowiednio – nagrzewania lub chłodzenia.



Rys.15. Dylatogram w układzie: wydłużenie - temperatura uzyskany podczas ciągłego chłodzenia stali podeutektoidalnej od temperatury austenizowania T_A :

- F_P - początek przemiany austenitu w ferryt,
- P_P - początek przemiany austenitu w perlit,
- P_K - koniec przemiany perlitycznej,
- B_P - początek przemiany austenitu w bainit,
- B_K - koniec przemiany bainitycznej,
- M_P - początek przemiany martenzytycznej (temperatura M_s);
- M_K - koniec przemiany martenzytycznej (temperatura M_f).

Zasady interpretacji podstawowych typów wykresów dylatometrycznych w odniesieniu do stali podaje norma PN-68/H-04500.

3. Obowiązujący zakres materiału

- Przemiany alotropowe w czystym żelazie;
- Wykres równowagi fazowej żelazo-cementyt ($\text{Fe} - \text{Fe}_3\text{C}$);
- Roztwory stałe na bazie odmian alotropowych żelaza;
- Symbolika (oznaczanie) podstawowych przemian na wykresie $\text{Fe} - \text{Fe}_3\text{C}$;
- Przemiana eutektyczna i eutektoidalna na wykresie $\text{Fe} - \text{Fe}_3\text{C}$ (temperatury, zakresy stężeń, zapis przemian, fazy wyjściowe i produkty);
- Przemiany przy nagrzewaniu stali:
 - przebieg przemiany perlitu w austenit;
 - zarodkowanie austenitu;
 - szybkość tworzenia się austenitu;
 - rozrost ziarn austenitu w stali drobno- i gruboziarnistej;
- Przemiany przy chłodzeniu stali:
 - wykresy CTPI i CTPc – konstrukcja wykresu w warunkach izotermicznych;
 - zależność szybkości rozkładu austenitu od stopnia przechłodzenia;
 - mikrostruktury tworzące się podczas chłodzenia austenitu;
 - przemiana perlityczna – perlit grubo- i drobnoziarnisty;
 - przemiana pośrednia – bainityczna;
 - warunki niezbędne dla zajścia przemiany martenzytycznej;
 - struktura martenzytu oraz austenit szczątkowy i resztkowy;
- Przemiany podczas odpuszczania stali:
 - zakresy odpuszczania i tworzące się struktury;
 - dylatometryczna krzywa odpuszczania;
- Wyjaśnienie zjawiska rozszerzalności cieplnej;
- Sposoby rejestracji zmian długości próbki i rodzaje dylatometrów;
- Zjawisko histerezy cieplnej – efekty przegrzania oraz przechłodzenia
- Zmiany objętości właściwej i współczynnika rozszerzalności cieplnej przy przemianach fazowych;
- Podstawowe zasady analizy dylatometrycznej w badaniach przemian fazowych;
- Kryteria stosowane dla określania początku lub końca przemian fazowych na podstawie dylatogramów;
- Interpretacja punktów przełomowych rejestrowanych na dylatogramach dla stali pod-, nad-, i eutektoidalnej;

Opracował: Dr hab. inż. Janusz Ryś

4. Instrukcja wykonawcza do ćwiczeń

Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się z przemianami fazowymi występującymi w żelazie i w stalach niestopowych oraz wyznaczenie punktów przełomowych w stali niestopowej C45 metodą dylatometryczną.

Wykonanie ćwiczenia

- Po przygotowaniu dylatometru do badań przez prowadzącego ćwiczenie (założeniu próbki do uchwytów dylatometru i objaśnieniu jego działania) włączyć piec dylatometru i regulować natężenie prądu grzania (tabela 1) tak, aby nagrzewanie odbywało się ze stałą szybkością około 5°C/min. Jednocześnie z włączeniem pieca uruchomić mechanizm rejestrujący przebieg zmian długości próbki w układzie wydłużenie – czas.
- Obserwować dylatogram i notować co 100°C zmiany wydłużenia próbki. Po osiągnięciu temperatury 700°C notować co 10°C zmiany wydłużenia próbki w zależności od temperatury w celu dokładnego uchwycenia temperatur odpowiadających punktom przełomowym badanej stali.
- Nagrzewanie próbki przerwać z chwilą dojścia do temperatury 850°C. W czasie studzenia próbki z piecem do temperatury około 500°C prowadzić analogiczne pomiary i obserwacje jak podczas nagrzewania (zależność wydłużenia próbki od temperatury notować co 10°C począwszy od 700°C).

Opracowanie wyników badań i sprawozdanie

- Zarejestrowany przez dylatometr przebieg zmian długości próbki w zależności od czasu należy skopiować.
- Korzystając z dylatogramu i wyników obserwacji narysować krzywą dylatometryczną w układzie L-T dla nagrzewania i chłodzenia, gdzie:

L – rzeczywista długość próbki

T – temperatura [°C]
- Na wykreślonych w ten sposób krzywych zaznaczyć punkty przełomowe oznaczając je w sposób przyjęty dla stali.
- Porównać temperatury punktów przełomowych wyznaczonych metodą dylatometryczną z temperaturami krytycznymi wynikającymi dla badanej stali niestopowej z układu Fe-Fe₃C oraz zinterpretować w oparciu o wiadomości teoretyczne rozbieżności między nimi.

Tabela 1. Dobór prądu grzania pieca dylatometru
w zależności od zakresu temperatury

Zakres temperatury [°C]	Prąd grzania pieca dylatometru [A]
0 - 100	2,3
100 - 200	2,7
200 - 300	3,0
300 - 400	3,4
400 - 500	3,7
500 - 600	4,0
600 - 700	4,3
700 - 800	4,7

Literatura

1. Przybyłowicz K.: *Metaloznawstwo*. WNT, Warszawa, 1994
2. Przybyłowicz K.: *Metody badania metali i stopów*. AGH Kraków, 1997
3. Pacyna J. [red.]: *Metaloznawstwo. Wybrane zagadnienia*. Uczelniane Wydawnictwa Naukowo-Dydaktyczne, Kraków, 2005
4. Rudnik S.: *Metaloznawstwo*. PWN, Warszawa, 1998
5. Różański W. [red.]: *Ćwiczenia z metaloznawstwa. Cz.II Obróbka cieplna i metody badań*. Skrypty uczelniane AGH, nr 851, Kraków, 1981
6. Dobrzański L.A., Nowosielski R.: *Metody badań metali i stopów. Badania własności fizycznych*. WNT, Warszawa, 1987
7. Przybyłowicz K., Jasieńska S. [red.]: *Nowoczesne metody badawcze w metalurgii i metaloznawstwie*. Skrypty uczelniane AGH, nr 644, Kraków, 1978
8. PN-68/H-04500: *Badania dylatometryczne metali i ich stopów*.