

**LABORATORIA  
APARATURA  
BADANIA**

ISSN-1427-5619

**6 / 2018**

**DWUMIESIĘCZNIK**



**Wpływ instalacji z miedzi  
na własności zdrowotne  
wody do picia**

**Parametry badane w wodzie  
przeznaczonej do spożycia  
przez ludzi**

# Badania dylatometryczne w zastosowaniu do stopów metali

Mateusz Morawiec, Mariusz Król, Adam Grajcar\*

Projektowanie obróbki cieplnej, bądź cieplno-plastycznej stopów żelaza i metali nieżelaznych wymaga znajomości kinetyki przemian fazowych dla różnych temperatur, szybkości chłodzenia oraz sposobu chłodzenia. Przemiany te zachodzą w stanie stałym i prowadzą do zmian strukturalnych materiału, a co za tym idzie własności mechanicznych. Dlatego znajomość ww. parametrów jest istotna podczas projektowania procesów technologicznych materiałów metalowych.

Jedną z technik stosowaną w celach analizy przemian fazowych zachodzących w materiale jest dylatometria. Badania dylatometryczne przeprowadza się na urządzeniu zwanym dylatometrem. Urządzenie to pozwala na prowadzenie badań dylatometrycznych w atmosferze powietrza, gazów obojętnych lub próżni. Dodatkowo, w zależności od potrzebnej szybkości chłodzenia, medium chłodzącym jest argon lub hel (większe szybkości chłodzenia). Próbki do badań dylatometrycznych – w zależności od typu badania i szybkości chłodzenia – mają postać pręta lub rurki. Próbki pełne stosowane są podczas analizy dylatometrycznej z odkształceniem lub badań z bardzo małymi szybkościami chłodzenia. W celu zwiększenia szybkości chłodzenia próbki muszą zostać nawiercone w celu przepuszczenia przez ich wnętrze medium chłodzącego i zmniejszenia objętości chłodzonego materiału. Wymiary próbek do badań bez odkształcenia to – w przypadku próbek litych – 4 mm średnicy i 10 mm długości, a w przypadku próbek stosowanych przy dużych szybkościach chłodzenia to

– mają postać pręta lub rurki. Próbki pełne stosowane są podczas analizy dylatometrycznej z odkształceniem lub badań z bardzo małymi szybkościami chłodzenia. W celu zwiększenia szybkości chłodzenia próbki muszą zostać nawiercone w celu przepuszczenia przez ich wnętrze medium chłodzącego i zmniejszenia objętości chłodzonego materiału. Wymiary próbek do badań bez odkształcenia to – w przypadku próbek litych – 4 mm średnicy i 10 mm długości, a w przypadku próbek stosowanych przy dużych szybkościach chłodzenia to

– mają postać pręta lub rurki o średnicy wewnętrznej 2 mm, zewnętrznej 4 mm i długości 10 mm. Dla bardzo dużych szybkości (1000°C/s) średnica wewnętrzna wynosi 3,8 mm, a zewnętrzna 4 mm. Próbki do badań z odkształceniem mają najczęściej wymiary: 5 mm średnicy i 10 mm długości.

Analiza przemian fazowych odbywa się na podstawie pomiarów zmian współczynnika liniowej rozszerzalności cieplnej. Pomiar ten odbywa się na drodze rejestracji zmiany położenia rurki ceramicznej/kwarcowej (która jest również uchwytem dla próbki, rys. 1a),

przez układ pomiarowy, z którym ta rurka jest połączona (rys. 1b).

Podczas pomiaru wykorzystywany jest fakt, że podczas grzania próbki zaczyna się rozszerzać zgodnie z zależnością:

$$l = l_0(1 + \alpha \cdot \Delta T) \quad (1)$$

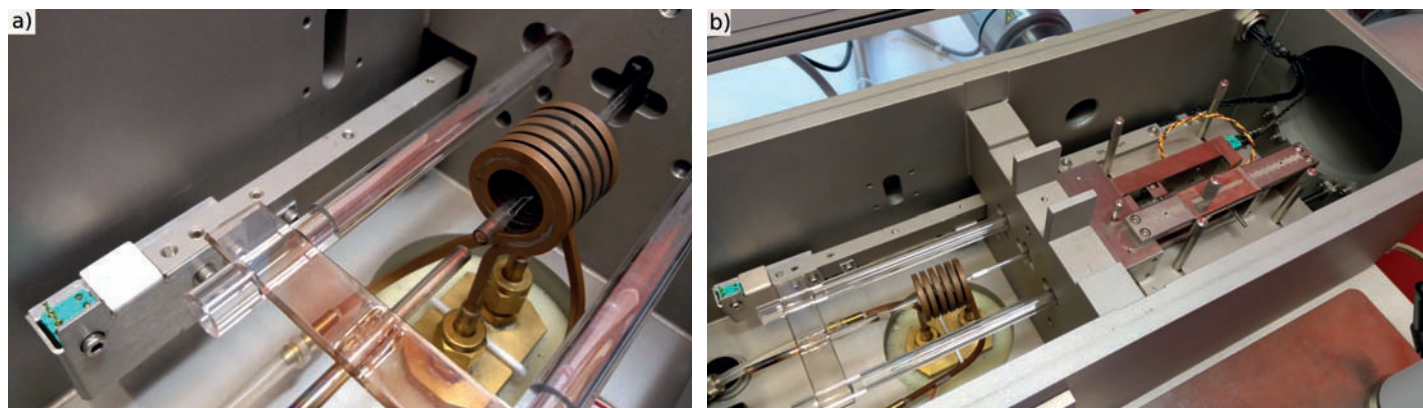
gdzie:

$l$  – długość materiału po zmianie temperatury,

$l_0$  – długość początkowa próbki,

$\alpha$  – współczynnik rozszerzalności liniowej,

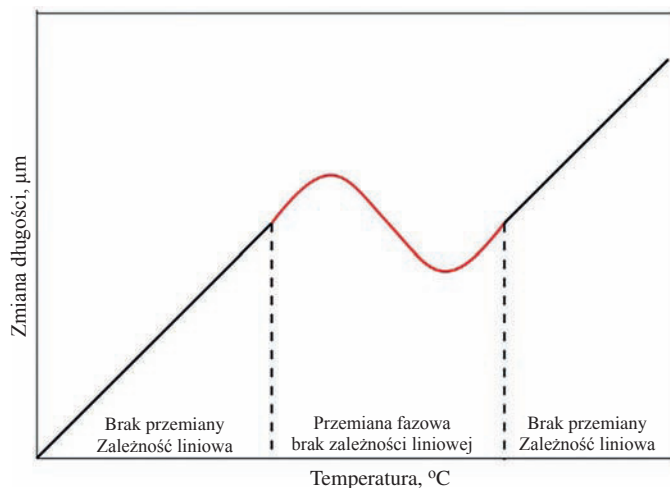
$\Delta T$  – przyrost temperatury.



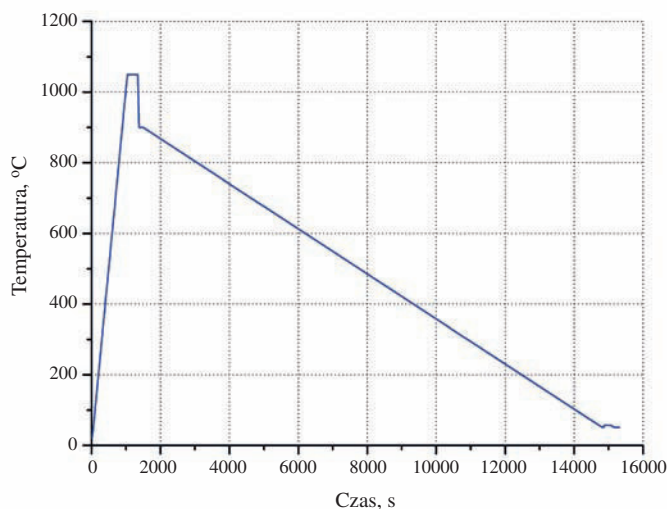
Rys. 1. Komora robocza dylatometru: a) uchwyt na próbkę wraz z układem grzania indukcyjnego, b) układ analizujący zmianę położenia rurki będącej w kontakcie z próbką



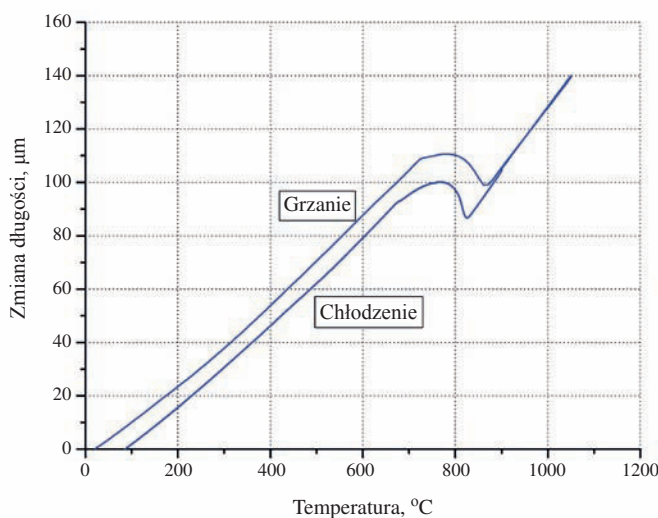
Rozszerzanie to powoduje liniowe przemieszczenie rurki pomiarowej o taką odległość na jaką rozszerzył się materiał. Ta zmiana położenia z kolei jest rejestrowana przez układ pomiarowy i zapisywana w systemie komputerowym. Na podstawie informacji jak zmieniała się długość próbki w funkcji temperatury jesteśmy w stanie przeanalizować przemiany fazowe zachodzące w materiale. Zgodnie z zależnością (1), wraz ze zwiększaniem temperatury materiału jego wymiary powinny rosnać w sposób liniowy. Natomiast podczas przemian fazowych, które prowadzą do zmniejszenia lub zwiększenia objętości materiału, można zaobserwować zmianę przebiegu tej krzywej. Ta zmiana pozwala na dokładne określenie temperatury początku i końca przemiany, która miała miejsce. Proces ten schematycznie przedstawiono na rysunku 2. Pierwszym etapem podczas analizy jest zaprojektowanie cyklu cieplnego jakiemu ma być poddany badany materiał. Projektowanie to odbywa się w oprogramowaniu dylatometru i pozwala na ustalenie szybkości grzania lub chłodzenia do zadanej temperatury oraz wygrzewania w tych temperaturach. Na rysunku 3 przedstawiono przykładowy schemat cyklu cieplnego dla próbki stali konstrukcyjnej. Cykl ten przedstawia proces grzania materiału do temperatury 1050°C z szybkością 1°C/s, wygrzewania w tej temperaturze przez 300 s, po czym następuje chłodzenie do temperatury 900°C i wytrzymanie w niej przez 20 s.



Rys. 2. Wpływ przemian fazowych na przebieg krzywej zmiany długości w funkcji temperatury



Rys. 3. Cykl cieplny dla próbki stali konstrukcyjnej



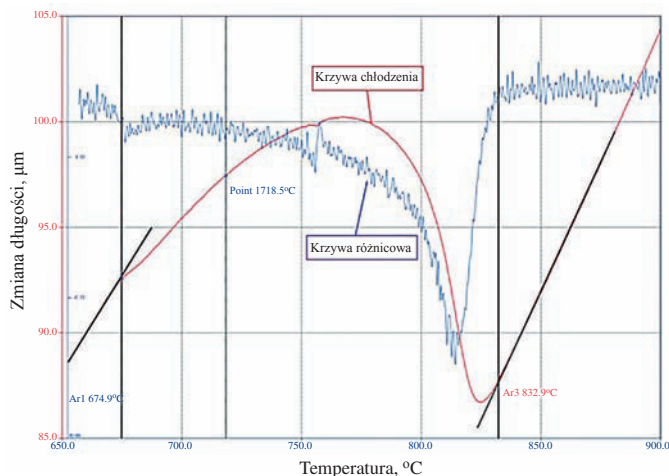
Rys. 4. Otrzymana pętla temperaturowa analizowanego materiału dla zadanego cyklu cieplnego

Tak przygotowany materiał następnie chłodzono do temperatury pokojowej z szybkością 4°C/min. Chłodzenie przeprowadzone w ten sposób symuluje powolne chłodzenie, podobne do tego jakie zachodzi w trakcie chłodzenia materiału wraz z piecem (symulacja chłodzenia w warunkach zbliżonych do równowagowych). Następnie na podstawie zgromadzonych informacji można wyznaczyć krzywe  $\Delta l$  w funkcji temperatury, które służą do analizy przemian fazowych zachodzących w materiale. Wynikiem badania dylatometrycznego jest pętla histerezy zmiany długości próbki w funkcji temperatury (rys. 4) – jest to krzywa przedstawiająca zmianę długości próbki podczas całego cyklu cieplnego. Tak jak wspomniano wcześniej widać, że w temperaturze około 730°C krzywa grzania traci charakter liniowy. Świadczy to o tym, że w materiale zaczęły zachodzić zmiany strukturalne (w tym przypadku przemiana ferrytu w austenit), które zakończyły się po osiągnięciu temperatury około 880°C, gdzie przebieg krzywej jest ponownie liniowy. Podobną analizę można przeprowadzić na krzywej chłodzenia; różnica w przebiegu tych krzywych wynika z innej szybkości grzania (1°C/s) i chłodzenia (4°C/min). Jednak aby przeprowadzić dokładną analizę w danych warunkach temperaturowych należy interesujący fragment krzywej powiększyć tak, aby możliwe było przeanalizowanie jej przebiegu. Taką krzywą przedstawiono na rysunku 5 – widoczna jest krzywa zmiany długości w funkcji temperatury oraz krzywa

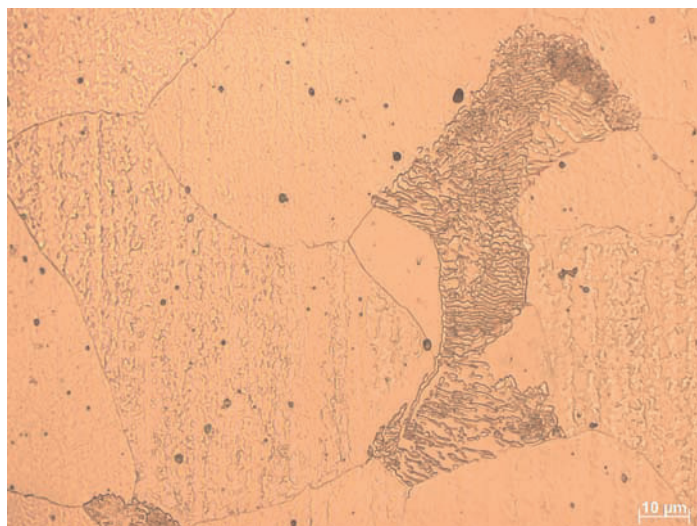


różnicowa, będąca graficzną interpretacją pierwszej pochodnej otrzymanych wyników. Krzywa chłodzenia wraz z krzywą różnicową umożliwiają analizę przemian fazowych przez wyznaczenie ich punktów początku i końca.

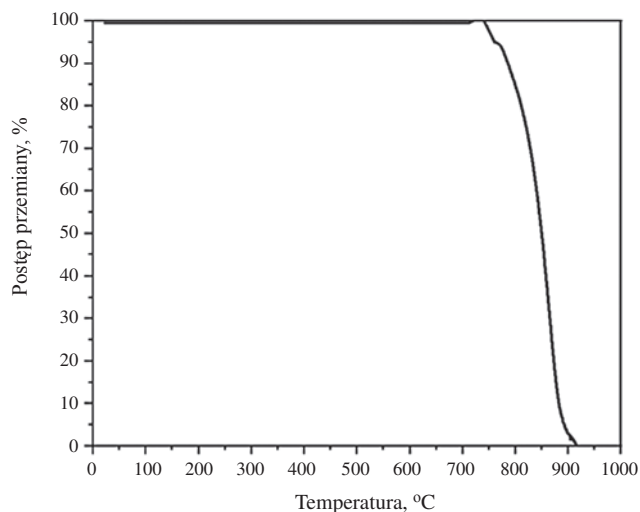
Na przykładzie krzywej przedstawionej na rysunku 5 widać, że podczas chłodzenia z szybkością 4°C/min, w temperaturze 833°C rozpoczęła się przemiana fazowa. Stwierdzono to przez poprowadzenie stycznej do krzywej chłodzenia, która w miejscu niepokrywania się z krzywą różnicową wyznacza punkt rozpoczęcia przemiany. Dodatkowo na krzywej różnicowej dla tego samego punktu widać gwałtowny spadek wartości. W podobny sposób wyznaczono temperaturę końca przemiany. Dodatkowo krzywa różnicowa wspomaga określanie punktów początku i końca przemian, zachodzących jednocześnie w zakresie nieliniowym (określenie początku i końca przemian pośrednich). Sama taka analiza jednakże nie umożliwia pełnej identyfikacji przemian strukturalnych zachodzących w stopie. Dylatometria pozwala na określenie temperatur początku i końca przemian fazowych, charakteru ich przebiegu oraz stopnia przemiany. Natomiast dla potwierdzenia otrzymanych wyników należy przeprowadzić analizę mikrostrukturalną materiału po próbie dylatometrycznej. Przykład takiej mikrostruktury przedstawiono na rysunku 6. Jak widać po chłodzeniu mikrostruktura stali niskowęglowej składa się z ferrytu oraz perlitu. Dopiero na tym etapie



Rys. 5. Krzywa chłodzenia wraz z krzywą różnicową przy chłodzeniu próbki z szybkością 4°C/min



Rys. 6. Mikrostruktura stali niskowęglowej po chłodzeniu z szybkością 4°C/min

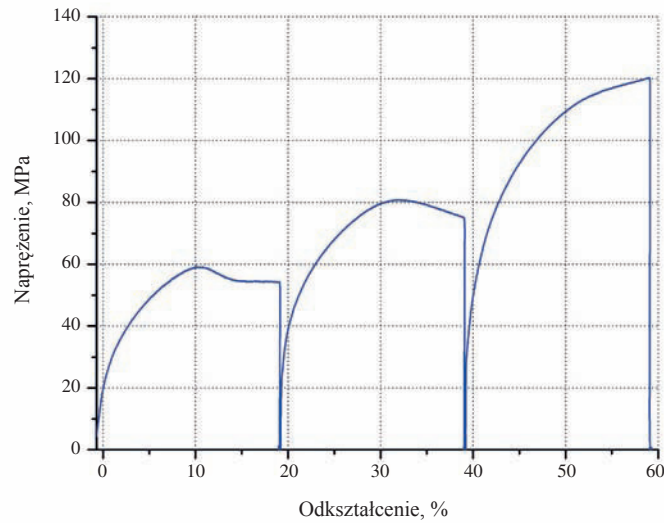


Rys. 7. Krzywa postępu przemiany w funkcji temperatury wyznaczona podczas chłodzenia

możliwe jest określenie, w jakim zakresie temperaturowym miała miejsce przemiana fazowa (przemiany fazowe). Analiza dylatometryczna poza określeniem temperatur początku i końca poszczególnych przemian fazowych pozwala również na określenie postępu przemiany w funkcji temperatury. W tym celu należy przy użyciu stycznych określić gdzie zaczyna się i gdzie kończy dana przemiana. Na podstawie tej informacji oprogramowanie określi postęp przemiany, a wynik zostanie przedstawiony w postaci krzywej. Na rysunku 7 zaprezentowano krzywą postępu przemiany w funkcji temperatury, wyznaczoną podczas chłodzenia stali. Taka krzywa pozwala na procentowe określenie postępu przemiany w danej temperaturze, co jest istotną informacją podczas analizy przemian fazowych zachodzących w materiale. Możliwe jest również przeprowadzenie analizy dylatometrycznej próbek poddanych odkształceniu. Dylatometr wyposażony jest w układ hydrauliczny, przy pomocy którego możliwe jest odkształcenie materiału w czasie badania. Dylatometr pozwala na maksymalnie 70% stopień odkształcenia materiału w trakcie badania. Możliwe jest jedno- i wielokrotne odkształcenie próbki, co pozwala na analizę przemian fazowych po skomplikowanych zabiegach obróbki cieplno-plastycznej. Podczas projektowania cyklu cieplnego z odkształceniem istnieje możliwość nie tylko sterowania stopniem odkształcenia, ale również szybkością z jaką ten materiał będzie odkształcany.



Układ hydrauliczny pozwala na odkształcenie materiału z szybkością do  $250 \text{ s}^{-1}$ . Na rysunku 8 przedstawiono krzywą naprężenia w funkcji odkształcenia dla materiału poddanemu 3 odkształceniom w różnych temperaturach. Na podstawie takich krzywych można zaobserwować jak temperatura wpływa na odkształcenie analizowanego materiału. W tym przypadku można zaobserwować, że pierwszemu odkształceniu (temperatura  $1100^\circ\text{C}$ ), towarzyszy rekrytalizacja dynamiczna materiału (spadek naprężenia w trakcie odkształcenia). W temperatu-



Rys. 8. Krzywa przedstawiająca zmianę siły w funkcji odkształcenia dla różnych temperatur odkształcenia

rze  $1000^\circ\text{C}$  widać, że rekrytalizacja została zapoczątkowana, jednak nie jest ona tak intensywna jak podczas wcześniejszego odkształcenia. W przypadku odkształcenia w  $900^\circ\text{C}$  widać, że temperatura jest za niska dla zajścia rekrytalizacji, co świadczy o silnej akumulacji odkształcenia w materiale tuż przed jego chłodzeniem (co będzie wpływać na kinetykę przemian fazowych).

\* Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Politechnika Śląska, Gliwice; mateusz.morawiec@polsl.pl

# ZOSTAŃ CZŁONKIEM

## Klubu Polskich Laboratoriów Badawczych



[www.pollab.pl](http://www.pollab.pl)