

31 / 1986

Zdzisław Kiedrzyński

ULTRADŹWIĘKOWE BADANIA
KRZEPNIĘCIA I TOPNIENIA
STOPÓW Fe+C

31/1986

P-269



WARSZAWA 1986

ISSN 0208-5658

Praca wpłynęła do redakcji dnia 11 grudnia 1985 r.



56891



N a p r a w a c h r ę k o p i s u

Instytut Podstawowych Problemów Techniki PAN

Nakład 140 egz. Ark.wyd. 1,26 Ark.druk. 2

Oddano do drukarni w lipcu 1986 r.

Nr zamówienia 438/86.

Warszawska Drukarnia Naukowa, Warszawa,
ul. Śniadeckich 8

Zdzisław Kiedrzyński
Zakład Akustyki Fizycznej

ULTRADŹWIĘKOWE BADANIA
KRZEPNIĘCIA I TOPNIENIA
STOPÓW Fe + C

1. Streszczenie

W pracy opisano zasady badań krzepnięcia i topnienia stopów Fe + C przy zastosowaniu ultradźwięków jako detektora przemian i w warunkach dążenia do równowagi dla bardzo powolnych zmian temperatury.

Opisano model próbki o temperaturze nieco zróżnicowanej oraz o temperaturze wyrównanej.

Omówiono sposób badań zachowujący właściwe warunki: metalurgiczne, ultradźwiękowe oraz pomiaru temperatury.

Przedstawiono zastosowaną aparaturę ultradźwiękową, termiczną i rejestrującą oraz układ pomiaru temperatury, których fotografie przedstawiono /na koncu niniejszej pracy/.

Podano przykładowo wyniki badań stopów Fe + C, wykonywanych ze składników spektralnie czystych. Wyniki podano w postaci wykresów, automatycznie zarejestrowanych i widocznych na tych wykresach punktów osobliwych określających charakterystyczne temperatury przemian.

Podano dane bibliograficzne autora, obejmujące całokształt wyników badań opisanych stopów zakresu: perytektycznego, nadperytektycznego - podeutektycznego, otoczenia eutektycznego i zakresu nadeutektycznego dla stopów wykonywanych ze składników spektralnie czystych oraz podstawowe wnioski.

2. Wstęp

Podstawowy dla metalurgii żelaza i najważniejszy poznawczo układ stopów żelaza i węgla zmieniał się stopniowo w wyniku publikowania coraz to nowszych opracowań [1,2,3], dokonywanych między innymi w oparciu o badania doświadczalne stopów Fe + C sporządzanych z coraz to bardziej czystych, a dawniej niedostępnych składników.

Układ stopów Fe + C był przedmiotem nie tak dawnych badań Chipmana [4], zaś z polskich uczonych profesorowie: Krupkowski [3] i Wesołowski również poświęcali swój trud naukowy tej problematyce.

W kontynuacji badań tego układu wziął udział również autor niniejszej pracy, w której chciałby przedstawić zasady i przykładowe wyniki badań stopów Fe + C. Stopy te wykonywane ze spektralnie czystych składników w postaci mikropróbek były badane w warunkach dążenia do równowagi - dla bardzo powolnych zmian temperatury.

Wyniki badań autora nad tym problemem opisują w zarysie prace dotyczące zakresów: perytektycznego [5], nadperytektycznie - podeutektycznego [6], oraz otoczenia eutektycznego i zakresu nadeutektycznego [7], układu stopów Fe + C.

Prace powyższe dają ogólne potwierdzenie postaci układu dotychczasowego ale wnoszą jednak pewne nowe dane tak w odniesieniu do położenia punktu roztworu stałego granicznego δ jeszcze bardziej na prawo, jak i linii solidusu ten roztwór ograniczającej [6]. Również badania stopów eutektycznych i nadeutektycznych przeprowadzone przez autora [7] dla stopów wykonywanych z bardzo czystych składników wskazują na istnienie tylko stopów układu żelazo - grafit w opisanym zakresie składów.

Realizacja powyższych badań była możliwa dzięki zastosowaniu próbek zminiaturyzowanych, a więc niekosztownych nawet przy stosowaniu do ich wykonania bardzo czystych składników. Odpowiedni dobór środowiska metalurgicznego, dokładny pomiar temperatury i zastosowanie ultradźwięków jako detektora występujących przemian utworzyły subtelne narzędzie do ich badania od wysokich temperatur rzędu 1600°C, z dokładnością nawet do 1 K

3. Rozważania teoretyczne

W przemianach fazowych na pograniczu cieczy i ciała stałego, przy krzepnięciu, występuje przemiana cieczy metalicznej w kryształy, związana z pojawieniem się nowych, innych własności powstającej nowej fazy metalurgicznej.

Wobec budowy kryształu z wielu warstw atomowych, początek krystalizacji jest związany z nagłym wydzieleniem się pewnej porcji ilościowej /kwantu/ nowej fazy krystalicznej. Faza ta powstaje z cieczy metalicznej w chwilowo ustalonej temperaturze z przyczyny wydzielenia się adekwatnej porcji utajonego ciepła przemiany.

Porcję fazy nagle skrytalizowanej jak i porcję ciepła utajonego powiększa odpowiednio przechłodzenie.

Rozpad resztek cieczy metalicznej z końcem krystalizacji bywa również związany z nagłą, skwantyzowaną krystalizacją, jeśli porcja cieczy jest już tak mała, że ulega nagłemu uporządkowaniu sieciowemu przez otaczające ją kryształy. Może jednak być to porcja tak bardzo mała, że własności materiału zmieniają się niedostrzegalnie z zakończeniem krzepnięcia, chociaż dążenie do jego końca, w miarę zmian własności w wyniku postępującej krystalizacji bywa dobrze obserwowalne.

Ogólnie zatem z początkiem, a nawet z końcem krystalizacji występujące nagle i stałotemperaturowe zmiany własności próbek mogą być wykrywalne w drodze obserwacji wpływu tych zmian na propagację impulsu ultradźwiękowego, przebiegającego poprzez próbkę za pośrednictwem odpowiednio dobranej pod względem metalurgicznym i akustycznym, linii ultradźwiękowej, w której nagle zmiany nie zachodzą.

Odpowiednio również intensywnie zmieniające się w zakresie krystalizacji własności próbki wyróżniają ten zakres z obszaru temperaturowego istnienia samej cieczy metalicznej o prawie niezmiennych własnościach wraz z temperaturą lub obszaru istnienia tylko kryształów, oczywiście przed wystąpieniem w nich przemian fazowych w stanie stałym. Związane z tym zakresem, pojawiające się intensywne zmiany propagacji impulsu ultradźwiękowego przez próbkę pozwalają na zarejestrowanie w funkcji temperatury tych zmian jakościowo, przy czym odpowiednie punkty

osobliwe wykresu będą określały punkty likwidusu i solidusu /tj początku i końca krzepnięcia/ zaś inne zmiany stałotemperaturowe własności próbki - jej przemiany stałotemperaturowe jak na przykład krzepnięcie /lub topnienie/ czystego metalu - albo w stopach przemianę eutektyczną lub, w szczególności, perytektyczną. Do takich badań stosuje się fale podłużne.

Próbka jest badana w linii ultradźwiękowej, przedstawionej na rys. 1, przy pomocy aparatury ultradźwiękowo - termicznej pokazanej na fot. 1, 2 i 3, a temperatura próbki jest mierzona urządzeniem [8] przedstawionym na fot. 4, 5 i 6.

Jeśli próbka jest odpowiednio długa to istnieje w niej znaczące choć niewielkie zróżnicowanie temperatury, porządkujące krzepnięcie płynu metalicznego poczynając od końców próbki, zgodnie z kierunkiem odpływu ciepła ku zakończeniom sond /rys./.

Rysunkowa tabela 1 przedstawia kolejne zjawiska w przekroju podłużnym próbki, zachodzące podczas krzepnięcia /w kolejności od góry, zaś w odwrotnej kolejności - przy topnieniu/. Z rysunków tabeli 1 widać, że pierwsze warstwy krystaliczne pojawiają się, przy krzepnięciu, na zakończeniach próbki zaś resztką płynu metalicznego zgodnie z niewielkimi różnicami temperatury w próbce /mniejszymi przynajmniej o rząd wielkości od dokładności jej pomiaru temperatury/ krystalizuje z obrączki cieczerwowej o przekroju pokazanym na rysunku. Wykres przedstawiony na rys., stanowiący znany metalurgiczny diagram krzepnięcia roztworu stałego ilustruje ten proces dodatkowo /przy czym na obu częściach rysunku 2 symbolika jest odpowiednia/.

Zjawiska w próbce kształtują propagację ultradźwięków, przedstawioną przez przybliżone wzory 1 - 4, odpowiednio do rysunków tab. 1. Wyrażają one zależności napięcia odpowiedniego do amplitudy od napięcia zależnego od temperatury.

Oznaczenia symboli zawarto w tabelach 2 i 2a.

Powstawanie punktów osobliwych związanych ze zmianą wartości funkcji tłumaczą wzory 5 - 8. Natomiast wzory 16 do 19 ilustrują nagle zmiany pochodnej opisanej funkcji.

Otrzymane na wykresach tej funkcji punkty osobliwe pod postacią nieciągłej zmiany funkcji lub nieciągłej zmiany pochodnej funkcji pozwalają na odczytanie z wykresu punktów: solidusu i likwidusu.

$$1. V_f(\pi) \sim V_0 + kh U_f(\pi) \sim V_0 + kh (C N_f(\pi))^{\frac{1}{2}} \quad T \in (T_L + \varepsilon)$$

$$\sim V_0 + kh (C_L C e_{f_{1,2}}(\pi) w_{f_2}(\pi) e_{f_{2,3}}(\pi))^{\frac{1}{2}} \quad \varepsilon > 0$$

$$2. V_l(\pi) \sim V_0 + kh U_l(\pi) \sim V_0 + kh (C N_l(\pi))^{\frac{1}{2}} \quad T \in (T_L - \varepsilon)$$

$$\sim V_0 + kh (C_L C e_{l_{1,2}}(\pi) w_{l_2}(\pi) e_{l_{2,3}}(\pi) w_{f_3}(\pi) e_{l_{3,4}}(\pi) w_{l_4}(\pi) e_{l_{4,5}}(\pi))^{\frac{1}{2}}$$

$$3. V_{f_3}(\pi) \sim V_0 + kh U_{f_3}(\pi) \sim V_0 + kh (C N_{f_3}(\pi))^{\frac{1}{2}} \quad T \in (T_S + \varepsilon)$$

$$\sim V_0 + kh (C_S C e_{f_3}(\pi) w_{f_3}(\pi) \frac{S_q(\pi)}{S_p} w_{f_4}(\pi) e_{f_5}(\pi))^{\frac{1}{2}}$$

$$4. V_s(\pi) \sim V_0 + kh U_s(\pi) \sim V_0 + kh (C N_s(\pi))^{\frac{1}{2}} \quad T \in (T_S - \varepsilon)$$

$$\sim V_0 + kh (C_S C e_{s_{1,2}}(\pi) w_{s_2}(\pi) e_{s_{2,3}}(\pi))^{\frac{1}{2}}$$

$$5. V_{f_1} \sim V_0 + kh U_{f_1} \sim V_0 + kh (CN_{f_1})^{\frac{1}{2}}$$

$$\sim V_0 + kh (C_L C e_{f_{1,2}} W_{f_2} e_{f_{2,3}})^{\frac{1}{2}}$$

$$6. V_{l_1} \sim V_0 + kh U_{l_1} \sim V_0 + kh (CN_{l_1})^{\frac{1}{2}}$$

$$\sim V_0 + kh (C_L C e_{l_{1,2}} W_{l_2} e_{l_{2,3}} W_{l_3} e_{l_{3,4}} W_{l_4} e_{l_{4,5}})^{\frac{1}{2}}$$

$$7. V_{f_3} \sim V_0 + kh U_{f_3} \sim V_0 + kh (CN_{f_3})^{\frac{1}{2}}$$

$$\sim V_0 + kh (C_S C e_{f_{3,4}} W_{f_4} e_{f_{4,5}})^{\frac{1}{2}}$$

$$8. V_{s_3} \sim V_0 + kh U_{s_3} \sim V_0 + kh (CN_{s_3})^{\frac{1}{2}}$$

$$\sim V_0 + kh (C_S C e_{s_{1,2}} W_{s_2} e_{s_{2,3}})^{\frac{1}{2}}$$

- 9. $C_L \sim N q_{L_1} q_{L_2} \sim N q q_{L_1} q_{L_2} \prod_{i=1}^{n-1} \prod_{i=1}^{n-1} e_{L_{1,i+1}} e_{L_{2,i+1}} e_{L_{2,i+1}} W_{L_{2,i+1}} W_{L_{2,i}}$
- 10. $C_S \sim N q_{S_1} q_{S_2} \sim N q q_{S_1} q_{S_2} \prod_{i=1}^{n-1} \prod_{i=1}^{n-1} e_{S_{1,i+1}} e_{S_{2,i+1}} e_{S_{2,i+1}} W_{S_{2,i+1}} W_{S_{2,i}}$
- 11. $C \sim \frac{2 \rho c_0 a^2}{S_0} \quad 12. C_{T=T_{\pm}} \sim e_{f_{1,2}|T=T_{\pm}} W_{f_{2,2}|T=T_{\pm}} e_{f_{2,3}|T=T_{\pm}}$
- 13. $C_{T=T_L} \sim e_{L_{1,2}|T=T_L} W_{L_{2,2}|T=T_L} e_{L_{2,3}|T=T_L} W_{f_{3,3}|T=T_L} e_{L_{3,4}|T=T_L} W_{L_{4,4}|T=T_L} e_{L_{4,5}|T=T_L}$
- 14. $C_{T=T_{S+}} \sim e_{f_{1,2}|T=T_{S+}} W_{f_{2,2}|T=T_{S+}} \frac{S_{q_{T=T_{S+}}}}{S_p} W_{f_{3,4}|T=T_{S+}} e_{f_{3,4,5}|T=T_{S+}}$
- 15. $C_{T=T_{S-}} \sim e_{f_{1,2}|T=T_{S-}} W_{f_{2,2}|T=T_{S-}} e_{f_{2,3}|T=T_{S-}}$

16. $V'_{f|T_{1\pm}} \sim \frac{1}{2} kh(C_L C_C)_{T_{1\pm}}^{\frac{1}{2}} \left(\frac{e'_{f_{1,2}|T_{1\pm}}}{e'_{f_{1,2}|T_{1\pm}}} + \frac{W'_{f_{2,3}|T_{1\pm}}}{W_{f_{2,3}|T_{1\pm}}} + \frac{e'_{f_{2,3}|T_{1\pm}}}{e'_{f_{2,3}|T_{1\pm}}} \right)$
17. $V'_{l|T_{1\pm}} \sim \frac{1}{2} kh(C_L C_C)_{T_{1\pm}}^{\frac{1}{2}} \left(\frac{e'_{l_{1,2}|T_{1\pm}}}{e'_{l_{1,2}|T_{1\pm}}} + \frac{W'_{l_{2,3}|T_{1\pm}}}{W_{l_{2,3}|T_{1\pm}}} + \frac{e'_{l_{2,3}|T_{1\pm}}}{e'_{l_{2,3}|T_{1\pm}}} + \frac{W'_{l_{3,4}|T_{1\pm}}}{W_{l_{3,4}|T_{1\pm}}} + \frac{e'_{l_{3,4}|T_{1\pm}}}{e'_{l_{3,4}|T_{1\pm}}} + \frac{W'_{l_{4,5}|T_{1\pm}}}{W_{l_{4,5}|T_{1\pm}}} + \frac{e'_{l_{4,5}|T_{1\pm}}}{e'_{l_{4,5}|T_{1\pm}}} \right)$
18. $V'_{\beta_l|T_{1\pm}} \sim \frac{1}{2} kh(C_C C_S)_{T_{1\pm}}^{\frac{1}{2}} \left(\frac{e'_{\beta_{1,2}|T_{1\pm}}}{e'_{\beta_{1,2}|T_{1\pm}}} + \frac{W'_{\beta_{2,3}|T_{1\pm}}}{W_{\beta_{2,3}|T_{1\pm}}} + \frac{S'_{\beta_{1,2}|T_{1\pm}}}{S_{\beta_{1,2}|T_{1\pm}}} + \frac{e'_{\beta_{3,4}|T_{1\pm}}}{e'_{\beta_{3,4}|T_{1\pm}}} + \frac{W'_{\beta_{3,4}|T_{1\pm}}}{W_{\beta_{3,4}|T_{1\pm}}} \right)$
19. $V'_{\beta_s|T_{1\pm}} \sim \frac{1}{2} kh(C_C C_S)_{T_{1\pm}}^{\frac{1}{2}} \left(\frac{e'_{\beta_{1,2}|T_{1\pm}}}{e'_{\beta_{1,2}|T_{1\pm}}} + \frac{W'_{\beta_{2,3}|T_{1\pm}}}{W_{\beta_{2,3}|T_{1\pm}}} + \frac{e'_{\beta_{2,3}|T_{1\pm}}}{e'_{\beta_{2,3}|T_{1\pm}}} \right)$

Wzory 9 do 15 obejmują stałe i współczynniki występujące w pozostałych wzorach

Z budowy wzorów wynika bezpośrednio możliwość pojawiania się punktów osobliwych na krzywej wykresu z przyczyny zmieniającej się nagle ilości współczynników przejścia i osłabienia w związku z pojawianiem się nowych warstw lub zanikiem warstw. Dla możliwie intensywnego i kontrastowego pokazania tych punktów osobliwych opracowano odpowiednią budowę linii ultradźwiękowej dla serii badanych stopów układu Fe - C z uwzględnieniem również wymagań metalurgicznych /rys. 1 /.

Temperatura próbki jest mierzona przy pomocy zaciśniętego wokół rurki z próbką /tab. 1 / układu pomiaru temperatury składającego się z sześciu termoelementów węglowo - wolframowych, umieszczonych wewnątrz bryłki węglowej. Bryłka ta jest nagrzewana we wnętrzu pieca radiacyjnego wraz z próbką i elementami linii znajdującymi się w rurce ochronnej. Całość urządzenia obejmuje opis pat. nr 97774 [8] .

Opisane urządzenie posiada liniową zależność napięcia od temperatury w zakresie od wzorca Ag /960,8°C/ do wzorca Fe /1536°C/

Oznaczenia zastosowane we wzorach 1 - 19 są następujące:

Tabela 2

- V - napięcie odpowiednie do szczytowej amplitudy impulsu elektrycznego, który powstaje przez odbiór i przetworzenie impulsu ultradźwiękowego okresowo przebiegającego przez badaną próbkę, umieszczoną w linii ultradźwiękowej, [V]
- T - napięcie układu pomiarowego zależne od temperatury próbki, [mV]
- f - oznaczenie stanu ciekłego przed krzepnięciem /lub po stopieniu/
- l - oznaczenie cieczy metalicznej i pojawiających się kryształów z początkiem krzepnięcia /lub zanikających z końcem topnienia/
- fs - oznaczenie kryształów z resztką cieczy metalicznej przed końcem krzepnięcia /lub z pojawiającą się cieczą metaliczną z początkiem topnienia/
- 3 - oznaczenie stanu stałego po skrzeptnięciu /lub przed topnieniem/

- V_0 - wstępne napięcie ustawienia, [V] Tab.2a
- k - stała monitora, $\left[\frac{V}{V}\right]$
- h - współczynnik wzmocnienia odbiorczego, $\left[\frac{V}{V}\right]$
- U - szczytowa amplituda impulsu elektrycznego, [V]
- C - stała aparaturowa określona wzorem 11., $\left[\frac{V^2}{W}\right]$
- ρ_0 - gęstość sondy odbiorczej w temperaturze otoczenia, $\left[\frac{kg}{m^3}\right]$
- S_0 - powierzchnia czołowa końca sondy odbiorczej, $[m^2]$
- C_0 - prędkość grupowa fali impulsu w przybliżeniu równa prędkości fazowej, w sondzie odbiorczej w temperaturze otoczenia, $\left[\frac{m}{s}\right]$
- N - moc szczytowa impulsowej fali ultradźwiękowej:
z oznaczeniem - na zakończeniu sondy odbiorczej,
bez oznaczenia, jak we wzorach 9. i 10. - na początku sondy nadawczej, [W]
- C_L - stała linii ultradźwiękowej, określona dla likwidusu wzorem 9., [W]
- C_S - stała linii ultradźwiękowej, określona dla solidusu wzorem 10., [W]
- q_1 - średni współczynnik ilorazowy osłabienia mocy w sondzie nadawczej, $\left[\frac{W}{W}\right]$, /bez dodatkowego oznaczenia L lub S dotyczy samej nadawczej sondy wolframowej, bez zakończeń/
- q_2 - średni współczynnik ilorazowy osłabienia mocy w sondzie odbiorczej, $\left[\frac{W}{W}\right]$, /bez dodatkowego oznaczenia L lub S dotyczy samej odbiorczej sondy wolframowej, bez zakończeń/
- L - oznaczenie punktu likwidusu
- S - oznaczenie punktu solidusu
- $e_{1,i,l+1}$ - średni współczynnik ilorazowy przejścia mocy na granicy warstw linii po stronie nadawczej, zgodnie z tab.1, $\left[\frac{W}{W}\right]$
- $w_{1,i,l+1}$ - średni współczynnik ilorazowy osłabienia mocy w warstwie linii po stronie nadawczej, zgodnie z tab.1, $\left[\frac{W}{W}\right]$
- $e_{2,i,l+1}$ - średni współczynnik ilorazowy przejścia mocy na granicy warstw linii po stronie odbiorczej, zgodnie z tab.1, $\left[\frac{W}{W}\right]$
- α - stała przetwornika odbiorczego, $\left[\frac{Vs^2m}{kg}\right]$

W_{2l} - średni współczynnik ilorazowy osłabienia mocy w warstwie linii po stronie odbiorczej, zgodnie z tab. 1, $\left[\frac{W}{W}\right]$

e - średni współczynnik ilorazowy międzywarstwowego przejścia mocy odnoszący się do próbki, zgodnie z tab.1, $\left[\frac{W}{W}\right]$

W - średni współczynnik ilorazowy osłabienia mocy odnoszący się do próbki, zgodnie z tab. 1, $\left[\frac{W}{W}\right]$

S_q - powierzchnia przekroju próbki odsłonięta przez obręczkę cieczową, $[m^2]$

S_p - powierzchnia przekroju próbki, $[m^2]$

$C_{|T=T_L+}$ - iloczyn współczynników określony wzorem 12., $\left[\frac{W}{W}\right]$

$C_{|T=T_L-}$ - iloczyn współczynników określony wzorem 13., $\left[\frac{W}{W}\right]$

$C_{|T=T_S+}$ - iloczyn współczynników określony wzorem 14., $\left[\frac{W}{W}\right]$

$C_{|T=T_S-}$ - iloczyn współczynników określony wzorem 15., $\left[\frac{W}{W}\right]$

Zakres istnienia współczynników osłabienia mocy wynosi:

$$0 < q < 1 \quad \text{oraz} \\ 0 < w < 1, \quad \text{natomiast}$$

zakres istnienia współczynników przenikania międzywarstwowego mocy wynosi:

$$0 < e \leq 1 .$$

Jeśli temperatura w próbce stosunkowo krótkiej i równomiernie ogrzewanej jest na tyle wyrównana, że krzepnięcie odbywa się w sposób rozproszony, ale o skupieniach faz metalurgicznych porównywalnie małych do długości fali, a nie w sposób warstwowy i uporządkowany - jak to przedstawiono poprzednim modelem, to wzory ulegają znacznemu uproszczeniu.

Dla linii symetrycznej z próbka, przy $V_0 = 0$ mamy zależność przybliżoną:

$$20. V \sim kh (C_T C e^2 w)^{\frac{1}{2}} \quad \text{gdzie } e \text{ i } w \text{ są funkcjami } T \text{ dla próbki.}$$

Dla samej linii, bez próbki, mamy zależność uproszczoną:

$$21. V_1 \sim kh (C_T C)^{\frac{1}{2}}$$

Zatem dla linii z próbką można wzór przedstawić w uproszczonej postaci:

$$22. V \sim V_1 e^{\sqrt{W}}$$

Zmiany $e^{\sqrt{W}}$ w punktach likwidusu a także i solidusu mogą być obserwowalne jako skokowe. Jeśli skokowe zmiany e oraz \sqrt{W} są jednokierunkowe w wyniku odpowiednio dobranej impedancji zakończeń sond, to się wzajemnie wspomagają uwidoczniając punkty osobliwe nieciągłej zmiany funkcji szczególnie kontrastowo. Wyjaśnienie bliższe jest następujące:

Z wystąpieniem przemiany zmienia się intensywnie współczynnik W w określonym kierunku. Również impedancja próbki zmienia się intensywnie - z przyczyny dużej zmiany prędkości fali impulsu i w określonym kierunku. Jeśli kolejne wartości impedancji próbki zbliżają się do impedancji sondy to współczynnik e rośnie, gdy się oddalają - wtedy e maleje.

Ponieważ impedancję sondy można dobrać na zasadzie "niedopasowania" do impedancji próbki - jako mniejszą lub "naddopasowania" jako większą przeto można znaleźć warunki pomiarowe w których nastąpi wspomaganie się zmian w iloczynie $e^{\sqrt{W}}$. Oczywiście punkty osobliwe mogą się zaznaczyć również różnicowo - przy odwrotnym dopasowaniu próbki i sondy, z mniejszą zmianą amplitudy ale zawsze w odpowiednio zgodnych temperaturach, właściwych dla przemiany i niezależnych od kontrastowości zaznaczenia punktów na wykresie przez mniejsze czy większe zmiany amplitudy mające w zasadzie tylko jakościowe znaczenie dla rejestracji charakterystycznych punktów temperaturowych przemiany.

Przybliżone zależności rachunkowe są następujące:

$$23. e \sim \frac{4 z z_1}{(z + z_1)^2}$$

$$24. z \sim \sqrt{E_0}$$

$$25. z_1 \sim \sqrt{E_1} \rho_1$$

$$26. W \sim 2,72^{-4l}$$

Przy czym znaczenie symboli we wzorach 20 - 26 jest, jak następuje: /tab. 3/

Tabela 3

- V - napięcie odpowiednie do amplitudy dla linii z próbką, [V]
 C_T - stała linii ultradźwiękowej, w zakresie pomiarowym, [W]
 C - stała aparaturowa określona wzorem 11., $\left[\frac{V^2}{W}\right]$
 V_1 - napięcie odpowiednie do amplitudy dla samej linii, bez próbki, [V]
 e - średni współczynnik ilorazowy przejścia mocy na granicy próbka - sonda, $\left[\frac{W}{W}\right]$
 W - średni współczynnik ilorazowy osłabienia mocy w próbce, $\left[\frac{W}{W}\right]$
 Z - średnia impedancja próbki, $\left[\frac{kg}{m^2 s}\right]$
 Z_1 - średnia - oddziaływująca na próbkę impedancja zakończenia sondy, $\left[\frac{kg}{m^2 s}\right]$
 E - średni dla próbki moduł ściśliwości lub sprężystości podłużnej, $\left[\frac{kg}{m s^2}\right]$
 ρ - średnia gęstość dla próbki, $\left[\frac{kg}{m^3}\right]$
 E_1 - średni - oddziaływujący na próbkę moduł sprężystości podłużnej zakończenia sondy, $\left[\frac{kg}{m s^2}\right]$
 ρ_1 - średnia gęstość zakończenia sondy, $\left[\frac{kg}{m^3}\right]$
 Ψ - średni współczynnik pochłaniania mocy na jednostkę długości próbki o określonej średnicy, $\left[\frac{1}{m}\right]$
 l - długość próbki, [m]

Wszystkie określone tu współczynniki, za wyjątkiem C są pewnymi funkcjami napięcia T , zależnego od temperatury próbki, układu pomiarowego/, przy czym C_T przy wyznaczaniu charakterystycznych temperatur przemian może być praktycznie uznane za stałą.

Wzory pokazują, iż zdolność rozdzielcza amplitudowa umożliwiająca zaobserwowanie punktów osobliwych a więc wyznaczenie temperatury im odpowiadającej może być zmieniana impedancją zakończenia sondy nadawczej i odbiorczej oraz doбором N, q, a, k, i, h .

Kontrastowość i wyrazistość wyznaczania charakterystycznych punktów temperaturowych przemian może być zatem optymalizowana, chociaż praktycznie nie bywa to konieczne, ponieważ już pewne fluktuacje własności próbki w charakterystycznych punktach przemiany, związane z pewną różnorodnością konfiguracji ziarn w próbce zapewniają zaobserwowanie punktów osobliwych w kilku kolejnych pomiarach na tej samej próbce nawet przy przypadkowo i niekorzystnie dobranej impedancji zakończeń sond.

Występowanie krzepnięcia warstwowego w wydłużonej próbce jest bardziej prawdopodobne, bowiem na jej zakończeniach, podobnie jak przy ściankach krzepnącego wlewka, temperatura jest nieco obniżona.

Występowanie krzepnięcia rozproszonego - dla modelu raczej idealnego, wymaga nadzwyczaj dokładnego wyrównania temperatury w badanej próbce i odnosi się raczej do stosunkowo krótkich próbek czystych metali, stosowanych jako wzorce temperaturowe, zwykle przy topnieniu i następnie krzepnących.

Bez względu jednak na przebieg procesu krzepnięcia /czy topnienia/ wewnątrz próbki, a więc niezależnie od rodzaju rozważanego modelu krzepnięcia /czy topnienia/, punkty osobliwe i inne przystanki stałotemperaturowe uwidoczniają charakterystyczne temperatury przemian od których pochodzą wobec nagłych zmian średnich własności małej próbki.

4. Prace doświadczalne

W prowadzonych pracach nad układem żelazo - węgiel i przy wykonywaniu jego stopów ze spektralnie czystych składników przeprowadzono badania nad stopami obszaru: perytektycznego, nadperytektycznego - podeutektycznego, eutektycznego oraz nad-eutektycznego. Wyniki szczegółowo opublikowano w pracach [5,6,7], a przykładowo zamieszczono w niniejszej publikacji, w postaci wykresów: 1,2,3 i 4.

Dla zilustrowania zasady pomiarów należy podać, że zachowano w niej wymagania tak czystości metalurgicznej jak wystarczającej i właściwej propagacji słabych impulsów ultradźwiękowych przez próbkę badanego stopu w temperaturach rzędu nawet 1600°C.

Również stosując węglowo - wolframowy, zaciskowy układ pomiaru temperatury próbki [8] uzyskano dokładność pomiarową, wystarczającą do odwzorowania graficznego układu równowagi. Pomiar, jak już wspomniano, przeprowadzono w linii ultradźwiękowej /rys. 1/, złożonej z długich /około 0,5 m każda/ sond wolframowych: nadawczej i odbiorczej zaopatrzonych odpowiednio w koncentrator i dekoncentrator oraz w ceramiczne i kompozytowe zakończenia, przy czym próbka znajduje się w szczelnej rurce z masy alundowej, odizolowana dodatkowo warstwą spektralnie czystego Al_2O_3 oraz w atmosferze argonu, chroniącej również układ pomiaru temperatury i wewnątrz węglowej muflki grzewczej elektrycznego pieca radiacyjnego.

Warstwy widoczne na rys. 1 i na nim opisane są niezbędne dla prawidłowej propagacji ultradźwiękowego impulsu pomiarowego o częstotliwości podstawowej około 1 MHz i częstotliwości powtarzania około 1000 impulsów na sekundę, ponieważ zakończenia sond, stykające się z próbką, mają korzystnie dobraną średnią impedancję oraz warstwy kolejne są połączone przez zgrzewanie, a także posiadają dobre dopasowanie akustyczne. Zastosowanie warstw kompozytowych z badanego stopu i alundu /lub z czystego żelaza i alundu - dla stopów o bardzo małej zawartości węgla/ na zakończeniach sond ma podstawowe znaczenie dla propagacji ultradźwięków wobec braku zwilżania czystego alundu /zwanego również korundem/ przez ciecz metaliczną Fe lub stopów Fe+C na skutek występujących sił odpychania pomiędzy Fe i Al_2O_3 . Działanie propagacyjne w odniesieniu do ultradźwięków, po całkowitym stopieniu próbki, przypisać należy wymuszonemu dociskowi do alundu, małych, niekształtnych skupień stopu w kompozycie w wyniku stosunkowo znacznych sił napięcia powierzchniowego przeciwdziałających siłom odpychania. Otwarte skupienia metaliczne w kompozycie pozostają z kolei w bezpośrednim oddziaływaniu mechanicznym z próbką umożliwiając propagację fali impulsu. Inne okoliczności, wyjaśnienia i obliczenia cmówiono w pracy [5].

Zastosowanie warstw kompozytowych zapewnia jednocześnie właściwe warunki metalurgiczne przetopu próbki w środowisku ją izolującym i nieaktywnym chemicznie ani fizycznie.

Domieszkowanie żelaza węglem podczas pierwszego przetopu przeprowadzano w sposób pokazany na rys. 1, w celu otrzymania stopu o określonym składzie. Sposób ten zabezpiecza przed wstępną dyfuzją węgla w alund wobec wcześniejszego rozpuszczenia się w żelazie zamkniętej w nim domieszki węglowej [5].

Hyperboloidy z masy alundowej zabezpieczają przed wylaniem się stopu na sondy wolframowe oraz działają również jako dodatkowe koncentratory i dekoncentratory, prowadzące wiązkę fali impulsu przez dalsze warstwy linii wraz z próbką.

Próbki o szczególnie niskiej zawartości węgla wykonywano w piecu pionowym, pokazanym na fot. 3. W umieszczonym wewnątrz pieca specjalnym układzie tygłowo - rurkowym [10] można prowadzić wytopy ze składników spektralnie czystych oraz dynamicznie odlewać długie, zwarte próbki o \varnothing 2 mm i długości do 100 mm. Próbki takie mogą posłużyć również innym celom badawczym, a wśród nich do badań przemian fazowych w stanie stałym podczas obróbki cieplnej w zakresie powolnych i szybkich zmian temperatury. Badania takie mogą być również prowadzone metodą termiczną i ultradźwiękową na specjalnym, przystosowanym do tej średnicy próbek urządzeniu [9].

Jako przykłady rejestracji przebiegów przemian na pograniczu cieczy metalicznej i ciała stałego w stopach Fe + C, wykonywanych ze składników spektralnie czystych i badanych w opisanej i przedstawionej na rys. 1 linii ultradźwiękowej w warunkach dążenia do równowagi, a więc przy bardzo powolnych zmianach temperatury, pokazano przebiegi krzepnięcia i topnienia wybranych stopów, zarejestrowane automatycznie na wykresach 1 do 4.

Wykres 1 przedstawia pierwsze topnienie i tworzenie się stopu Fe + C o zawartości 1,86% C, zarysowane słabą, nikłą linią oraz krzepnięcie tego stopu już po jego utworzeniu i ujednorodnieniu, w temperaturze około 1600°C, zarysowane linią mocną./Nieistotne przerwy na wykresach wynikają z przełączeń wzmacnienia/. Na wykresie krzepnięcia stopu widać zaznaczony punkt likwidusu L w temperaturze 1395°C w postaci nieciągłej zmiany funkcji oraz punkt solidusu S w temperaturze

1230°C jako maksimum w wyniku segregacji stopu w zmiennej temperaturze, praktycznie, do końca krzepnięcia.

Na wyk. 2 widać drugie topnienie /na górnej krzywej/ i drugie krzepnięcie /na dolnej krzywej/ tego samego stopu Fe + C o zawartości 1,86% C. Punkty likwidusu i solidusu zaznaczone wyraźnie przy krzepnięciu, pojawiły się w temperaturach zbliżonych do poprzednich, a mianowicie punkt L w temperaturze 1380°C zaś punkt S w temperaturze 1255°C. Natomiast punkt solidusu przy topnieniu /wyrazisty i kontrastowo zarysowany, bez oznaczenia - na górnej krzywej/ okazał się ściśle zgodny z punktem solidusu z poprzedniego wykresu, przy pierwszym krzepnięciu, określonym w temperaturze 1230°C.

Wykr. 3 przedstawia topnienie /na krzywej górnej/ i krzepnięcie /na krzywej dolnej/ stopu Fe + C o zawartości 2,29% C. Położenia charakterystycznych punktów granicznych przemiany wynoszą dla topnienia: S 1205°C i L 1330°C oraz dla krzepnięcia: L 1335°C oraz S 1180°C. Warto zauważyć, że przemiana /w pobliżu solidusu/ przy topnieniu zachodzi nagle w jego początkowej temperaturze, zaś przy krzepnięciu stopniowo i z segregacją do końca, co tłumaczy obserwowaną histerezę procesu.

Wykr. 4 przedstawia topnienie /na krzywej górnej/ i krzepnięcie /na krzywej dolnej/ stopu Fe + C o zawartości 4,30% C, zbliżonego do składu eutektycznego. Przy topnieniu zaobserwować można punkt S w temperaturze 1195°C oraz punkt L w temperaturze 1220°C, natomiast przy krzepnięciu widać punkt L w temperaturze 1180°C oraz punkt S w temperaturze 1150°C, połączony z krzepnięciem eutektycznym. Charakterystyczna histereza procesu topnienia i krzepnięcia jest również widoczna z obu wykresów.

Punkty temperaturowe obliczono na podstawie krzywej wzorcowania stosowanego układu pomiaru temperatury, uzyskanej przez przetapianie spektralnie czystych metali - wzorców.

Z wykresów wynika, że punkt solidusu może być również zaznaczony przez maksimum krzywej, co wynika z postaci wzoru 3. dla segregacji w zmiennej temperaturze /rys. 2/ i praktycznie do zakończenia krzepnięcia czyli do całkowitego otwarcia się, dla propagacji impulsu ultradźwiękowego, diafragmy cieczowej /we-

dług rysunku czwartego i piątego - od góry, w tab. 1 /.

Ostre zmiany amplitudy impulsu obserwowane w dolnej części wykresów, pomiędzy punktami L i S wynikają z połączeń pomostu krystalicznego w próbce - sprzyjającemu propagacji impulsu ultradźwiękowego ale nie stanowią charakterystycznych punktów temperaturowych przemian.

W pomiarach unikano szumów i zakłóceń sporadycznych. W tym celu aparaturę dobrze odekranowano i starano się, w miarę możliwości nie za silnie wzmacniać. Nie dopuszczano również do rozerwania kontaktu w linii ultradźwiękowej z próbką przez pęknięcie mas, przed czym zabezpiecza wstępny docisk przed zgrzewaniem warstw linii.

W zasadzie, dla wyrazistości i ułatwienia interpretacji wykresów korzystne jest unikanie interferencji, które w opisanej linii raczej się nie pojawiają z przyczyny dobrego dopasowania akustycznego warstw linii, nikłych i różnofazowych odbić w warstwach proszkowych, silnego tłumienia w płynie metalicznym próbki i odbić praktycznie synchronicznie - fazowych w pojawiających się /lub zanikających / warstwach krystalicznych. Zjawiska interferencyjne dają się kontrolować przez obserwację ekranu aparatury ultradźwiękowej. Jeśli jednak takie zjawiska interferencyjne się pojawią, to ich początek obserwuje się zgodnie z początkiem i w zakresie krzepnięcia, aż do jego zakończenia, po którym przestają one być wyraźne co tłumaczyć można zakończeniem przebudowy materiału - warstwowej lub ziarnistej i w dwóch stanach skupienia we współistnieniu: ciekłym i stałym.

5. Wnioski

Wyniki pomiarów temperaturowych punktów solidusu i likwidusu oraz przystanków stałotemperaturowych w badaniach układu stopów Fe + C, przeprowadzonych opisaną metodą, znajdują potwierdzenie w pracach innych badaczy i to z tym lepszą zgodnością im prace te były nowsze, a więc prowadzone na odpowiednio bardziej czystych składnikach. Wyniki te przedstawiono w publikacjach autora [5,6,7] i krótko omówiono we wstępie do niniejszej publikacji.

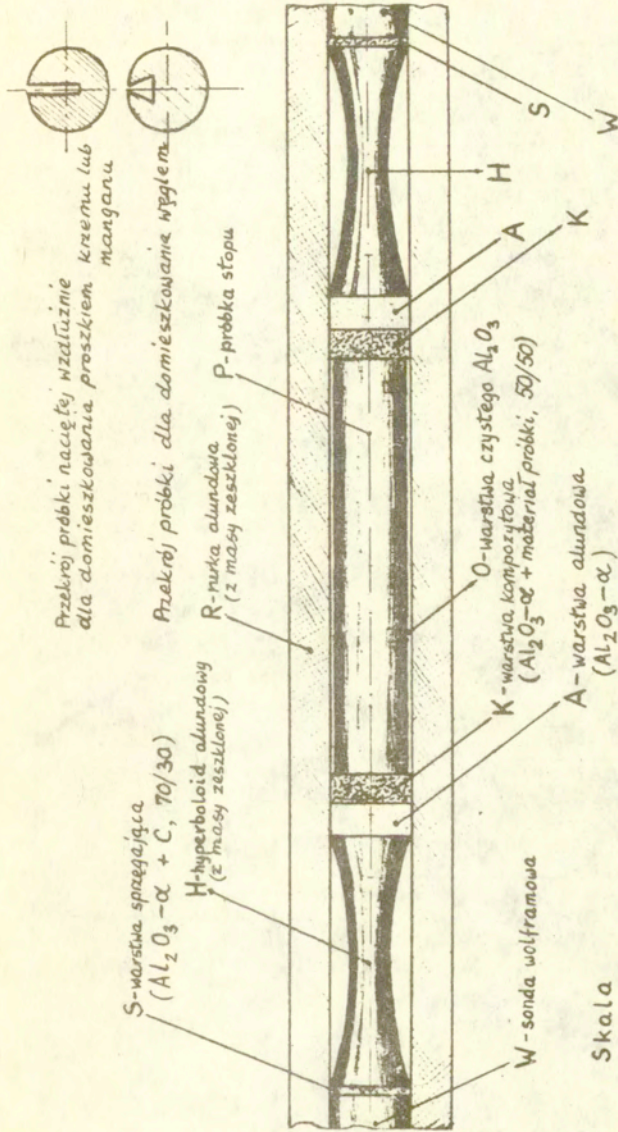
Wyniki badań serii stopów o nieznanym jeszcze układzie krzepnięcia, a więc w przypadku uogólnionym, pojawiają się jako charakterystyczne ciągi temperaturowe w miarę zmiany składu, a potwierdzenie daje obserwacja metalograficzna otrzymanych próbek, a także, równoległa do badań ultradźwiękowych, obserwacja optyczna powierzchni przetapianej i krzepnącej próbki [11] lub też obserwacja nagłych zmian prędkości fali impulsu w próbce, obserwowalna na ekranie aparatury ultradźwiękowej /niestety, trudna do automatycznego zarejestrowania/.

Wyniki badań są temperaturowo powtarzalne w granicach niewielkich fluktuacji samego zjawiska /w tym histerezy przy topieniu i krzepnięciu stopów/ oraz w zależności od dokładności składu chemicznego badanych stopów.

Ogólnie, na podstawie przeprowadzonych badań nad układem stopów Fe + C jak i innych badań poprzedzających [5] należy stwierdzić, iż ultradźwięki, przy właściwym doborze metalurgicznych i akustycznych warunków badań dla serii stopów, stanowią pożyteczne i pożądane narzędzie do celów określania temperatur próbki stopu, charakterystycznych dla jej przemian fazowych przy krzepnięciu lub topieniu, a trudnych badawczo w tak wysokich temperaturach, osiągających rząd 1600°C. Ultradźwięki nie wywierają przy tym zauważalnego wpływu na temperaturę punktów przemiany z przyczyny słabej mocy krótkiego impulsu i wysokiej częstotliwości podstawowej /1 MHz/ oraz stosunkowo wysokiej częstotliwości powtarzania /około 1000 impulsów na sekundę/ z którymi przemiana nie może tak nagle zachodzić, szczególnie przy nieznaczących zmianach temperatury wobec znikomego efektu termosprężystego czy też praktycznie niemierzalnej straty energii akustycznej zamienianej w ciepło. Powyższe potwierdzono również już w pracy [11], dzięki zastosowaniu równoległej obserwacji projekcyjno - optycznej albo samej takiej obserwacji bez udziału ultradźwięków.

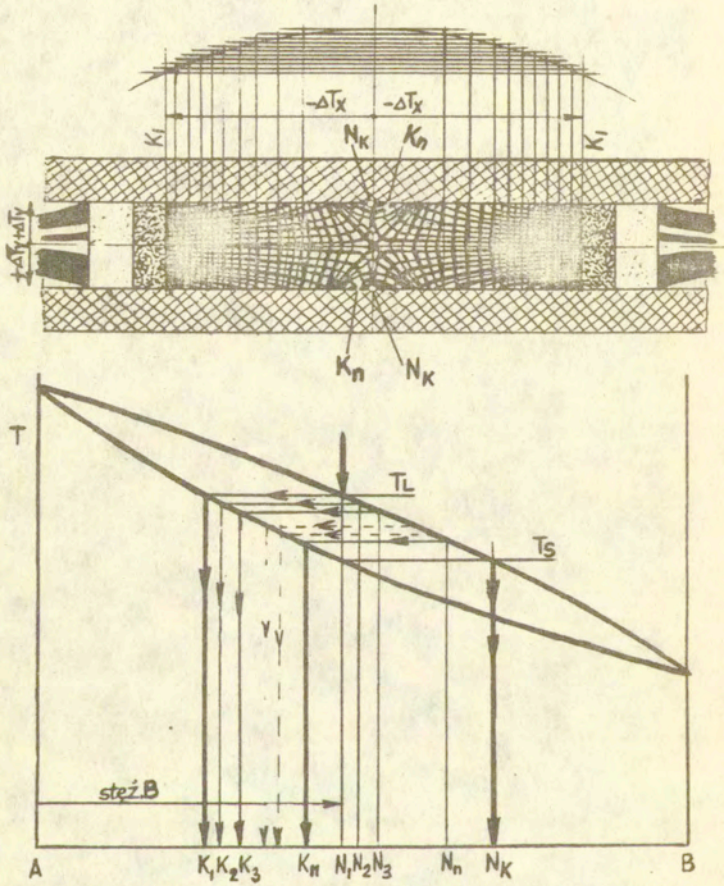
6. Literatura

- 1 G.A. KASZCZENKO, Podstawy metaloznawstwa, WGH, 1955.
- 2 K. WESOŁOWSKI, Metaloznawstwo i obróbka cieplna, Warszawa, 1974.
- 3 A. KRUPKOWSKI, Podstawowe zagadnienia teorii procesów metalurgicznych, Warszawa - Kraków, 1974.
- 4 J. CHIPMAN, Met. Trans., 55 /1972/, No. 3.
- 5 Z. KIEDRZYŃSKI, Badania ultradźwiękowe temperaturowych zakresów przemian w technicznych i czystych stopach żelaza, Prace IPPT, Warszawa, 1977.
- 6 - , Ultrasonic-Thermal Studies of Changes in Fe+C Alloys with Compositions within the Hyperperitectic-Hypoeutectic Range for Conditions Tending to Equilibrium, BULL. DE L'ACAD. POL. DES SC., Vol. XXVIII, No 9-10, Varsovie 1980.
- 7 - , Ultrasonic-Thermal Studies of Fe+C Alloys for the Eutectic Surroundings and for Hypereutectic Compositions of the Fe-C System, BULL. DE L'ACAD. POL. DES SC., Vol. XXVIII, No 9-10, Varsovie 1980.
- 8 - , Urządzenie do pomiaru temperatury ciał o niewielkiej pojemności cieplnej badanych próbek, U.P.PRL, opis pat. 97774, 1978.
- 9 - , Termiczne i ultradźwiękowe badania szybkich przemian fazowych w stalach technicznych, Prace IPPT, Warszawa, 1985.
- 10 - , Sposób i urządzenie do dokonywania mikro-wytopów oraz otrzymywania mikroodlewów metali i stopów metali, U.P.PRL, opis pat. 94286, 1978.
- 11 - , K. WESOŁOWSKI, Eine Ultraschallmethode für die Prüfung von Umwandlungen auf der Feststoff- und Flüssigkeitsgrenze in Tropfenprübchen von Metallen und Legierungen, Proc. Conf. on Acoustics of Solid Media, Warszawa, 1964.

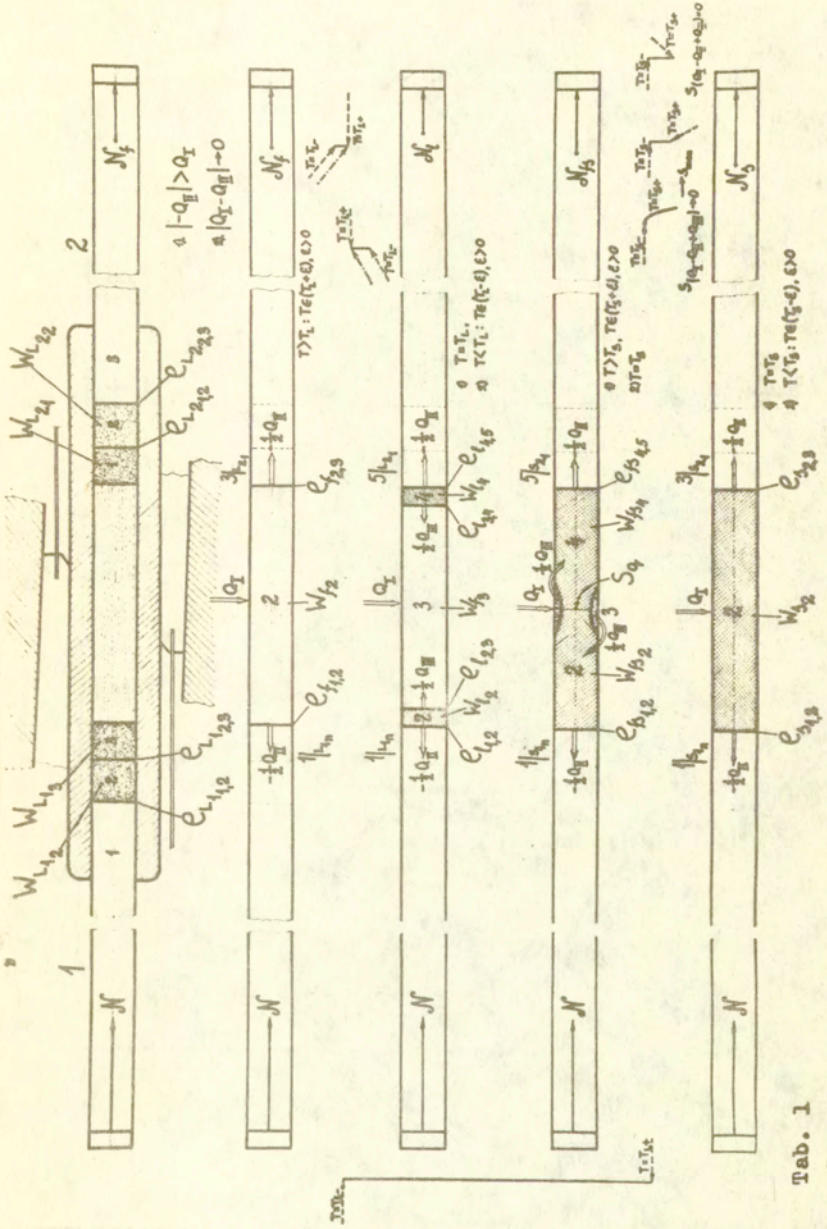


Kompozytowo-ceramiczna linia ultradźwiękowa

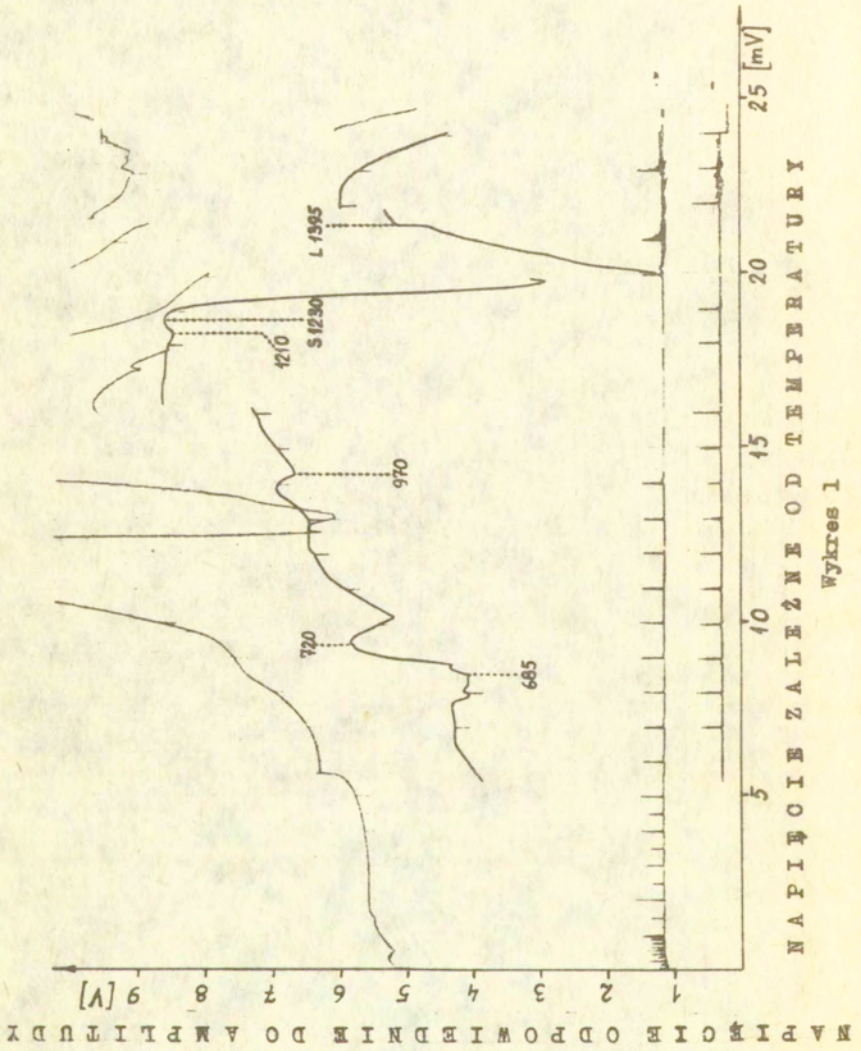
Rys. 1

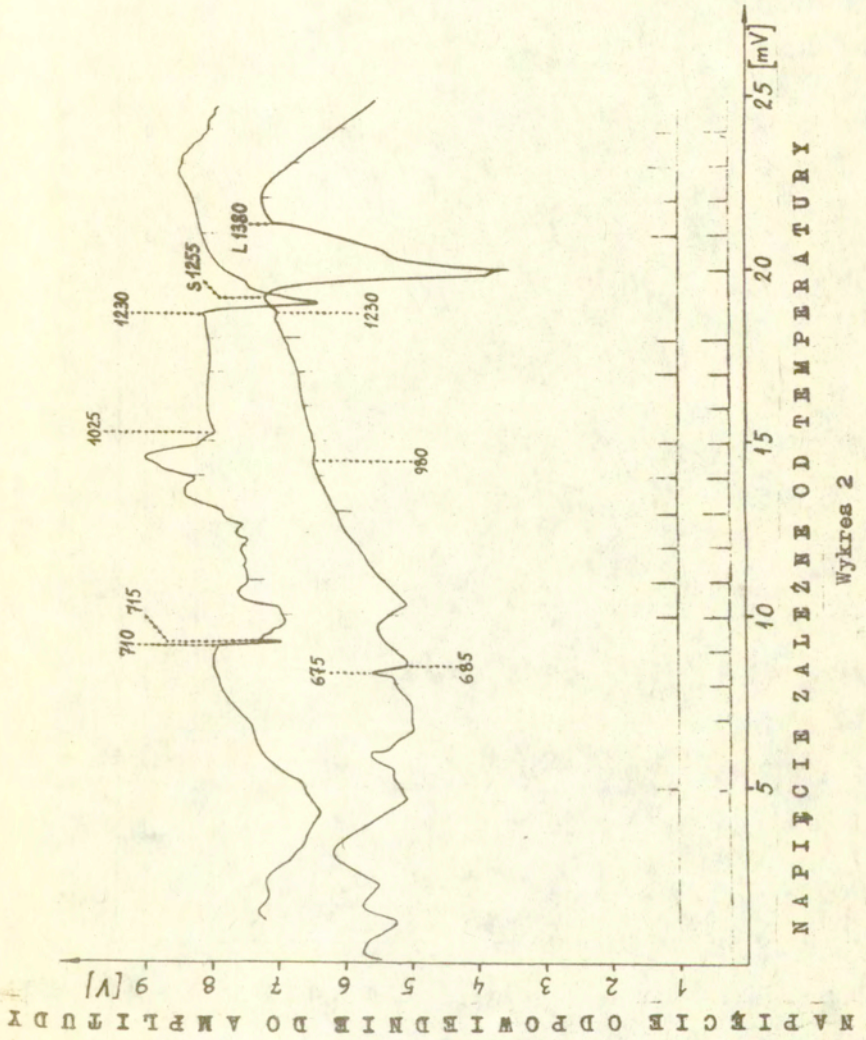


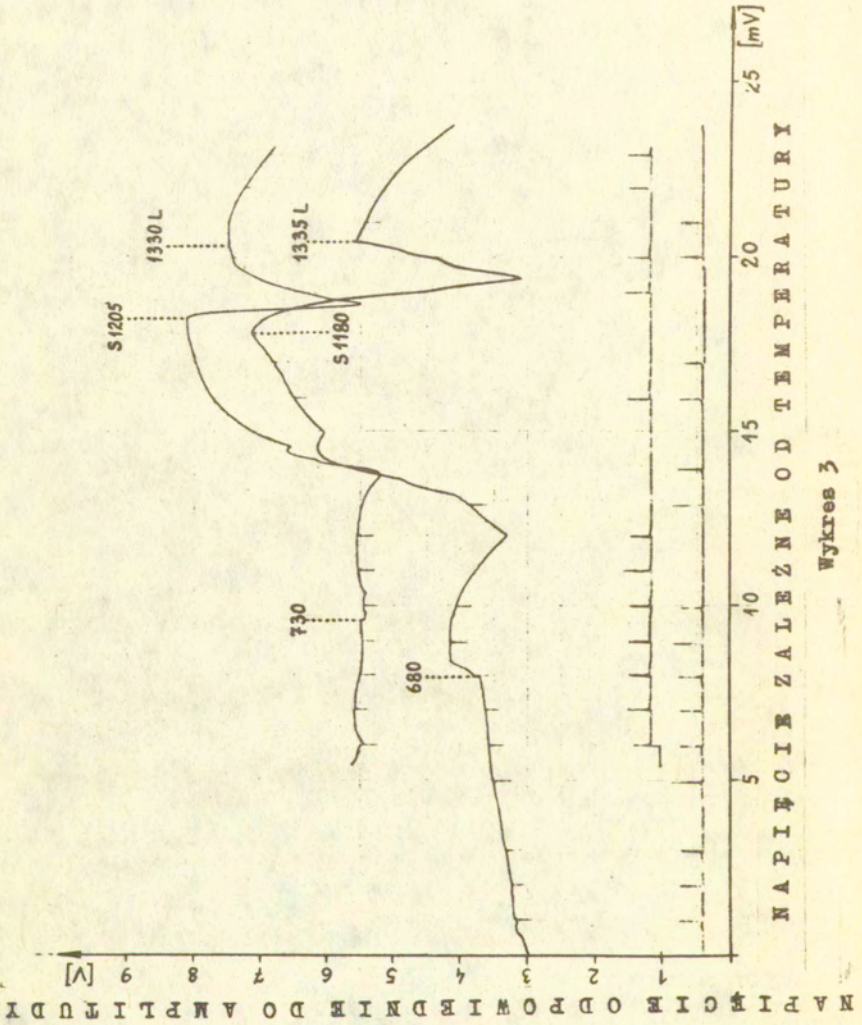
Rys. 2

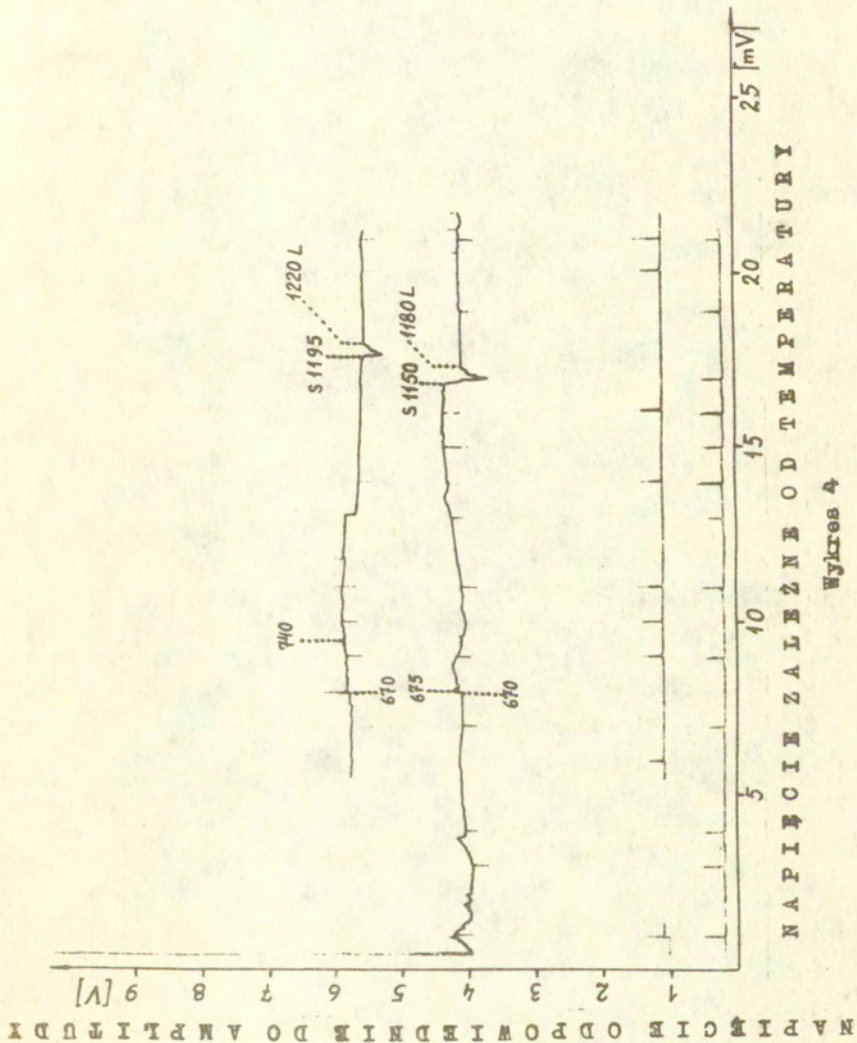


Tab. 1

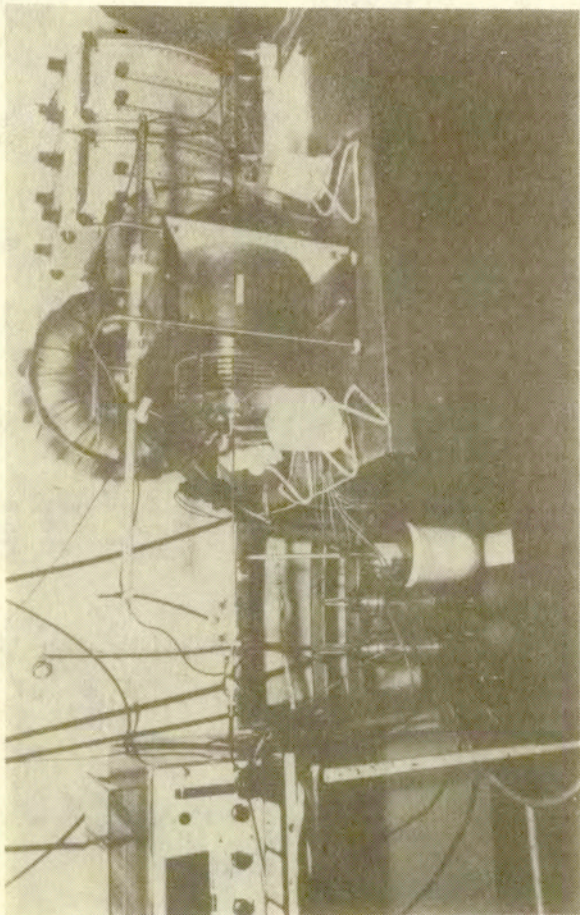




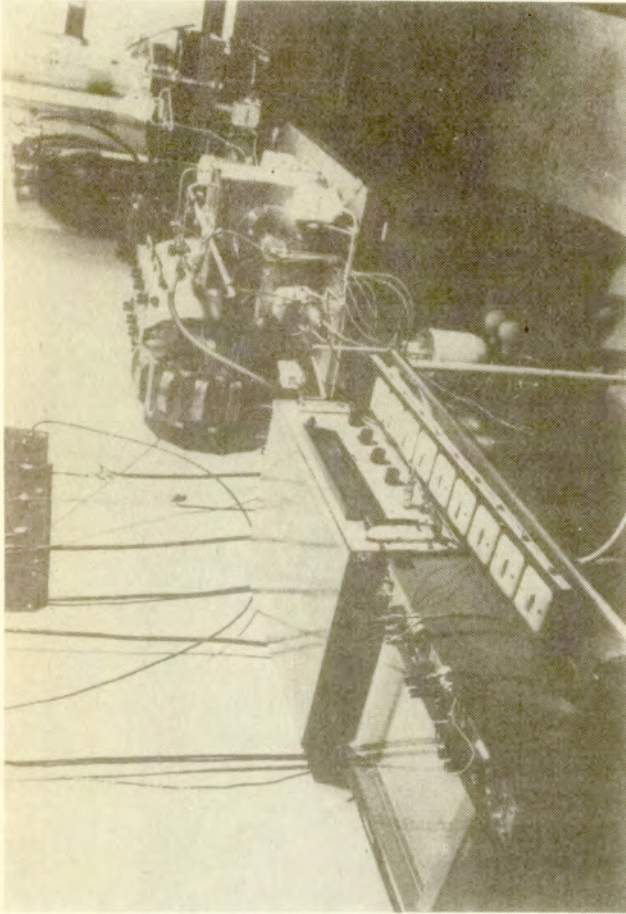




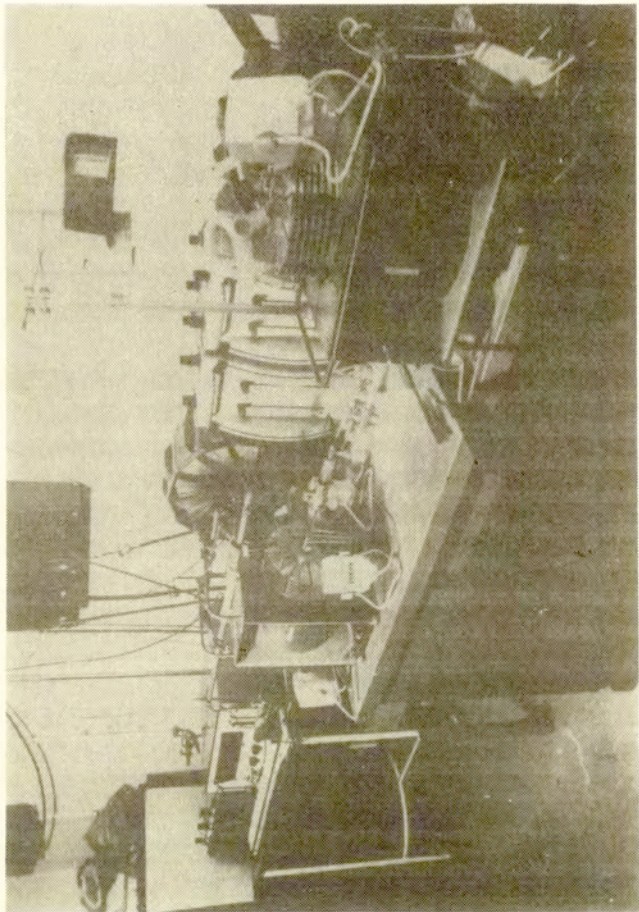
Wykres 4



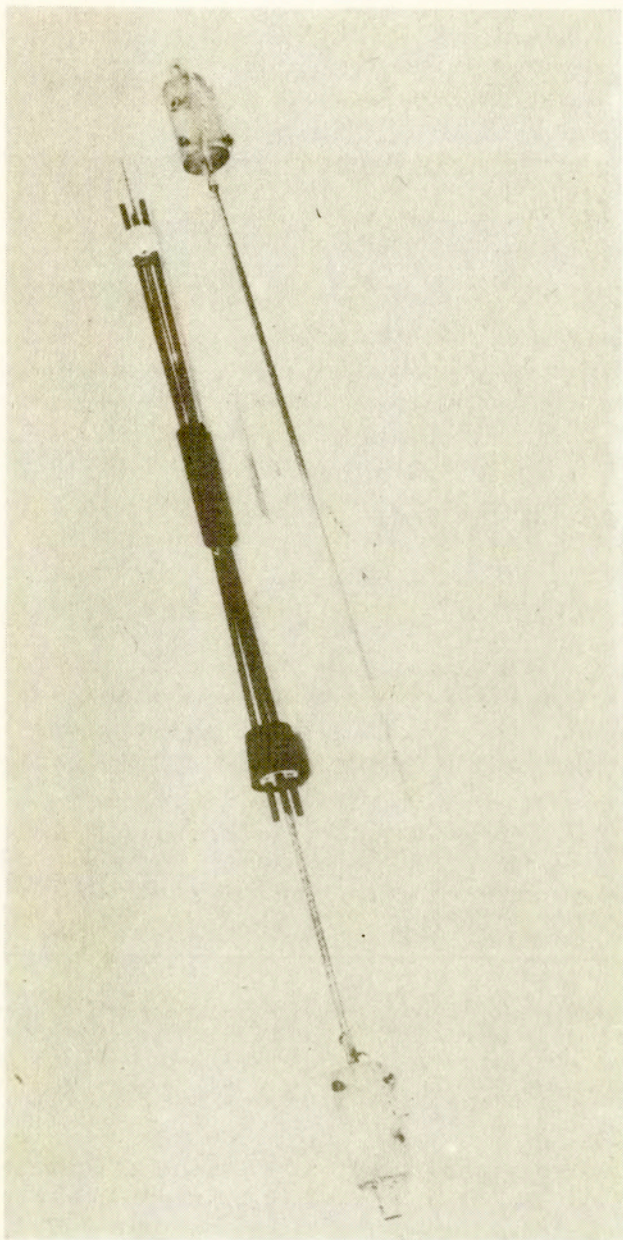
Fot. 1 Aparatura ultradźwiękowo - termiczna do temperaturowych pomiarów przemian. Na zdjęciu pokazano piec grzewczy węglowo - radiacyjny z transformatorem i autotransformatorem do regulacji temperatury, z wentylatorami chłodzącymi doprowadzenia silnopiętowej, z długą linią ultradźwiękową wyposażoną w sondy wolframowe zakończone odpowiednio: koncentratorem i dekoncentratorem a także posiadające głowice umocowane na stałe do sond, z układem pomiaru temperatury badanej próbki znajdującej się wewnątrz pieca oraz doprowadzeniami do układu termostatuującego temperaturę odniesienia termooptów pomiarowych układu, połączonych z woltmierzem cyfrowym /widocznym częściowo/ przez wyłącznik wielopozycyjny i z urządzeniem doprowadzającym argon do wnętrza pieca przy możliwości obustronnej regulacji strumieni gazu.



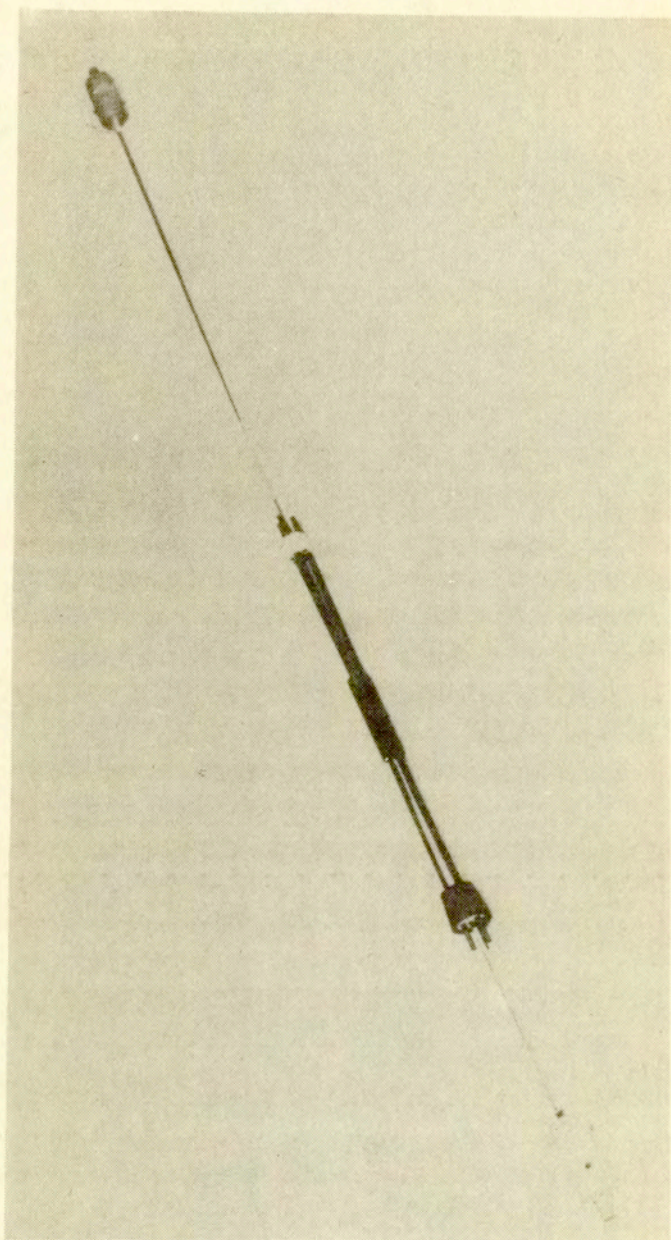
Fot. 2 Aparatura ultradźwiękowo - termiczna do temperaturowych pomiarów przemian. Na pierwszym planie widać rejestrator wykreślający przebiegi krzywych i dalej wolto-
mierz cyfrowy umożliwiający pomiar temperatury, a obok zestaw wyłączników chłodzenia
urządzeń. W głębi widać pionowy piec węglowy - radiacyjny dla celów mikrometalurgicz-
nych z widocznym nad piecem /częściowo/ układem projekcyjnym do obserwacji przetopu
wykonywanych próbek / odlewanych następnie wewnątrz pieca metodą dynamiczną/.



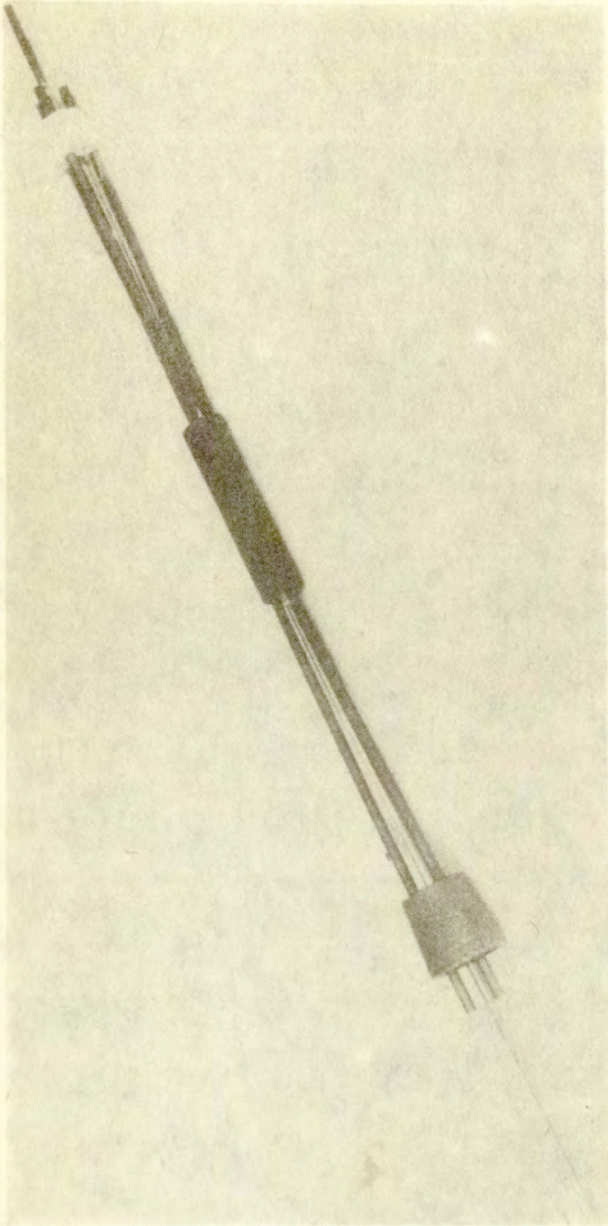
Fot. 3 Aparatura ultradźwiękowo - termiczna do temperaturowych pomiarów przemian oraz widoczny na pierwszym planie pionowy piec węglowo - radiacyjny dla celów mikrometalurgicznych z pokazaną nad piecem częścią układu projekcyjnego do obserwacji przepływu próbek na widocznym ekranie. W głębi widać woltomierz cyfrowy i rejestrator wykresujący przebiegi przemian.



Fot. 4. Zaciskowy układ pomiaru temperatury na sondzie nadawczej. Obok widoczna sonda odbiorcza, próbka i rurka ochronna.



Fot. 5 Wstępna pozycja montażowa rurki ochronnej z próbką na zewnątrz układu pomiaru temperatury.



Fot. 6 Zdjęcie przedstawia końcową fazę montażu układu pomiarowego z zaciśniętą, wewnątrz bryłki układu, rurką zawierającą próbkę badaną. Przedstawiony na zdjęciach montaż odrywa się w rzeczywistości w układzie pomiarowym umieszczonym wcześniej wewnątrz pomiarowego pleca do badań ultradźwiękowo - termicznych.