

Pokroky matematiky, fyziky a astronomie

V. Pučálka

Zjišťování struktury kovů za vysokých teplot

Pokroky matematiky, fyziky a astronomie, Vol. 1 (1956), No. 5-6, 729--736

Persistent URL: <http://dml.cz/dmlcz/137342>

Terms of use:

© Jednota českých matematiků a fyziků, 1956

Institute of Mathematics of the Academy of Sciences of the Czech Republic provides access to digitized documents strictly for personal use. Each copy of any part of this document must contain these *Terms of use*.



This paper has been digitized, optimized for electronic delivery and stamped with digital signature within the project *DML-CZ: The Czech Digital Mathematics Library* <http://project.dml.cz>

a rychlost letu částec, tak i dobu po kterou zůstávají rozžhaveny. Podobné světelné body jsou patrné i na *obrázcích* 3, 4 a 5, kdy nastával výboj, a tudíž potvrzují skutečnost, že i přes velmi intenzivní samostatný výboj zůstávají uvnitř plasmatu celistvé kousky wolframového drátku a neodpaří se jako u mědi.

Uvedené fotografie přepalování drátků ukazují mimo jiné rovněž důvody, které vedou při konstrukci tavných pojistek k použití lehce tavitelných a odpařitelných materiálů jak z důvodů potřebného vyššího napětí pro zapálení samostatného výboje v parách pojistkového drátku, tak i pro rychlost přerušení drátku a tím i jištění obvodu.

Ve zprávě snažili jsme se názorně doplnit experimentálně theoreticko-experimentální práce dřívějších autorů a zároveň upozornit na velmi jednoduché zařízení v oboru vysokofrekvenční fotografie, které může pracovníkům různých oborů pomoci vyřešit základní problémy, narážející při experimentálním vyšetřování na potíže velmi krátkých fotografických expozic.

Literatura:

- [1] J. W r a n a, Archiv f. Elektrotech., sv. 33, 656, 1938;
- [2] B. E i s e l t, Zeitschr. f. Phys., sv. 132, 54, 1952;
- [3] N. N. S o b o l e v, ŽETF, sv. 17, 986, 1947;
- [4] J. A. A n d e r s o n — S. S m i t h, Astrophys. Journ., sv. 64, 295, 1926;
- [5] I. F. K v a r č h a v a — A. A. P l j u t t o, A. A. Č e r n o v — V. V. B o n d a r e n k o, ŽETF, sv. 30, 42, 1956;
- [6] K. Š o b r a, Čs. čas. fys., sv. 6, 55, 1956.

V. PUČÁLKA

ZJIŠTOVÁNÍ STRUKTURY KOVŮ ZA VYSOKÝCH TEPLOT

V článku je popsána fyzikální metoda zkoumání struktury kovů za vysokých teplot. Je podán přehled několika variací této metody podle způsobu ohřevu vzorku. Jsou uvedeny podmínky, za nichž je použití jednotlivých druhů ohřevu zvlášť vhodné.

Podrobněji je popsána jednoduchá aparatura, využívající ohřevu vzorku pomocí Jouleova tepla a jsou podány některé zkušenosti, získané při práci s touto aparaturou.

V závěru jsou na několika snímcích struktury ukázány možnosti využití této metody k provádění speciálních metalografických výzkumů.

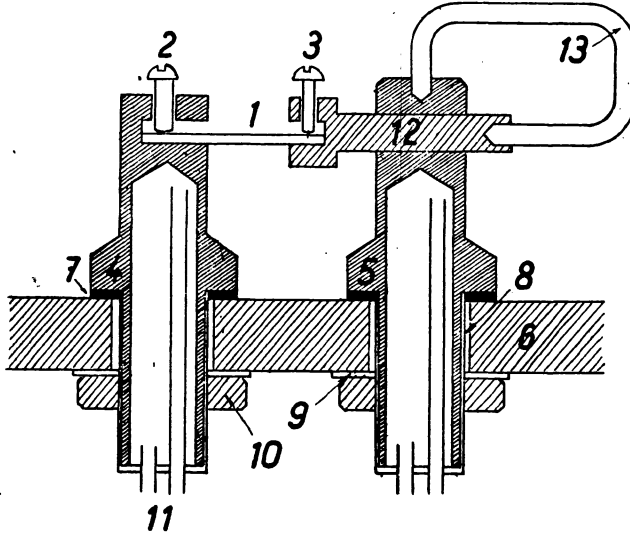
Úvod

V poslední době stále stoupá potřeba slitin, které si zachovávají vhodné mechanické vlastnosti i při vysokých teplotách. Se stoupající potřebou takových slitin stoupají také požadavky na znalosti jejich struktury, aby na základě nových, podrobnějších znalostí mohly být vytvářeny slitiny další a vhodnější.

Zkoumání struktury kovů za vysokých teplot naráží na četné potíže. Všechny slitiny jeví totiž za zvýšené teploty zvýšenou chemickou aktivitu, takže vyleštěná část vzorku, zahřátého na vyšší teplotu se na vzduchu rychle pokrývá tenkou vrstvou oxidů, která strukturu zakrývá a znemožňuje tak její vyhodnocení. Musí se tedy zpracování vzorků odbývat za nepřístupu vzduchu v inertní atmosféře [1] nebo ve vakuu.

Celkem jsou dnes známy dvě zásadní cesty, které umožňují zjištění struktury kovů za vysokých teplot. Nejběžnější používaná je cesta chemická. Normálně vybroušený

a vyleštěný metalografický vzorek se za studena vloží do uzavřeného prostoru, naplněného chemicky neaktivním plynem. Zde se zahřeje na teplotu, při které je třeba znát jeho strukturu. Po dosažení žádané teploty se vpustí do recipientu malé množství plynu nebo páry, chemicky aktivní, která tvoří s materiálem vzorku snadno těkavé sloučeniny. Poněvadž reakční rychlost je v různých místech krystalu různě velká, odleptají se v každém

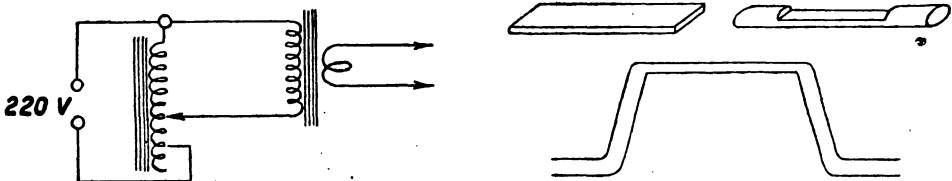


Obr. 1. Upevnění vzorku a provedení průchodek s vodním chlazením.

místě krystalu odlišná množství původního materiálu a na vyleštěné ploše vzorku se objeví po určité době působení aktivní látky relief, který charakterizuje strukturu materiálu za té teploty, při které byl získán.

Druhá cesta je fyzikální. Na rozdíl od cesty chemické, které je možno použít již při teplotách několika set stupňů, je cesta fyzikální použitelná až za teplot, které se blíží bodu tání slitiny. Spočívá na skutečnosti, že odpařovací rychlost, to jest množství materiálu odpařeného za jednotku času, závisí na tom, s kterého místa krystalu se kov odpařuje. Struktura slitiny se získá touto methodou tak, že normálně vybroušený a vyleštěný vzorek se zahřívá delší dobu ve vakuu na teplotu, při níž je třeba strukturu zjistit. Ve vakuu dochází velmi snadno k odpařování, takže po určité době se objeví na vyleštěné plošce vzorku podobný relief jako při leptání chemickém. Tento relief pak charakterizuje strukturu slitiny.

První pokusy v tomto směru provedl v roce 1908 A. A. Bajkov, který zahříval vzorky oceli při teplotě 800° C po dobu 1—3 hod. ve vakuu [2] a získal tak obraz o její struktuře



Obr. 2. a) Napájecí zařízení pro ohřev vzorku b) Různé tvary vzorku.

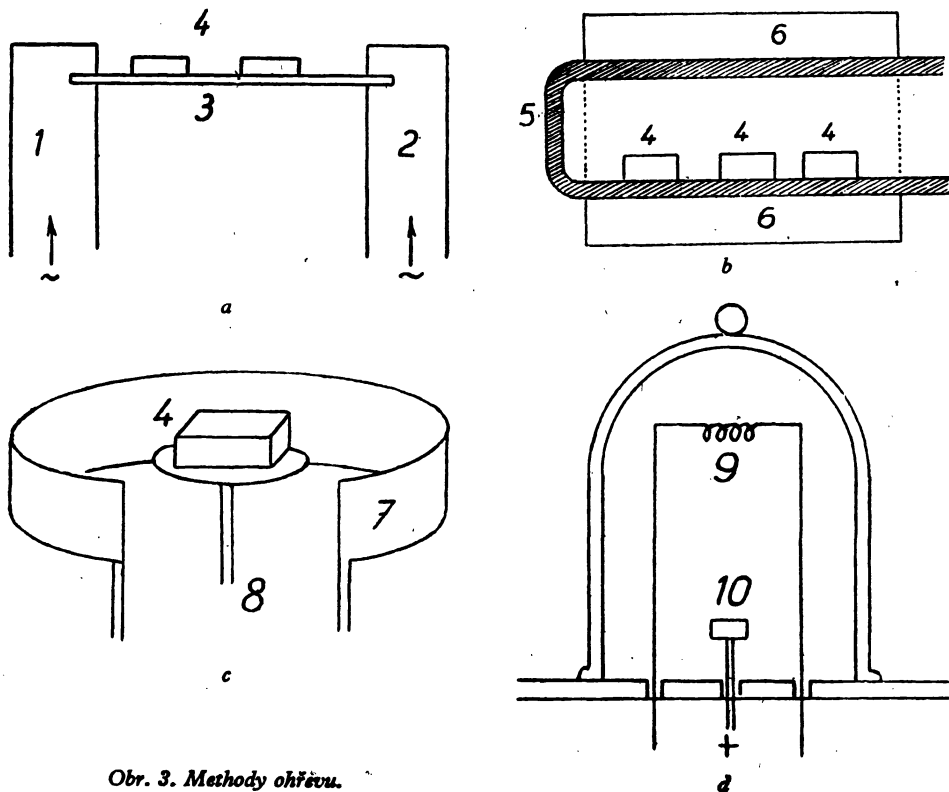
za této teploty. Příprava a udržování vakua bylo tehdy ještě příliš obtížné, což rozšíření této metody do praxe velmi ztěžovalo. V poslední době, kdy vakuová technika značně pokročila, mohla by se tato metoda rozšířit i u nás podobně, jako je již dosti rozšířena v SSSR [3, 4, 5].

2. Zahřívání vzorku

Celkem jsou známy čtyři způsoby zahřívání vzorků: a) průchodem proudu vzorkem; b) zahříváním vzorku vedením; c) zahříváním teplem vyzařovaným topným tělesem; d) ostřelováním elektrony [6].

Běžné zařízení pro zahřívání vzorku průchodem elektrického proudu je znázorněno na obraze 1. Vzorek 1 ve tvaru pásku je upnut pomocí šroubů 2 a 3 mezi chlazenými průchodkami 4 a 5, které umožňují přívod silných proudů do vakua přes talíř recipientu 6. Těsnění průchodky je provedeno pomocí gumových kroužků 7. Isolace průchodky od talíře je provedena gumovými těsnícími kroužky 7, isolačními trubkami v otvoru talíře 8 a isolačními podložkami 9. Tělo průchodky je na spodním konci opatřeno závitem. Celá průchodka je upevněna a utěsněna utažením matky 10 na spodní části průchodky. Chlazení je vodní. V dutinách obou průchodek jsou umístěny dvě nestejně dlouhé kovové trubice 11, sloužící k přivádění a odvádění chladicí vody. Delšími trubkami se chladicí voda přivádí, kratšími odvádí.

Zahřátím vzorku dochází ke zvětšení jeho rozměrů. Aby nenastalo zborcení vzorku, musí být upevněn tak, aby mohl bez odporu měnit svou délku. Jeho pohyb je umožněn tím, že průchodka 5 je opatřena svorkou 12, která je volně pohyblivá v otvoru průchodky



Obr. 3. Methody ohřevu.

5. Otvor umožňuje posuv svorky ve směru podélném, ale znemožňuje pohyb do stran, takže nemůže dojít k deformacím. Otvor musí být dostatečně velký, aby se mohla posuvná svorka pohybovat bez většího tření.

Zvětšením otvoru však vzroste elektrický přechodový odpor, což má za následek silné zahřívání průchodky a svorky. Proto je přívod proudu mezi průchodkou 5 a pohyblivou částí 12 proveden pomocí ohebného vodiče 13, který je dostatečně měkký a dlouhý, aby neztěžoval pohyb svorky 12.

Napájecí zařízení (obr. 2a) sestává z regulačního autotransformátoru, převodního transformátoru, jehož maximální sekundární napětí je 10—24 V a proud 50—300 A (podle velikosti vzorku).

Vzorek má buď tvar pásku (obr 2b), nebo tyčky, která je do poloviny zbroušena a ploška, která se tak získá, se obvyklým způsobem vyleští. Někdy bývá také vzorek ohnut, aby mohl být snáze upnut do leštícího zařízení.

Závěrem lze říci, že zahřívání vzorku Jouleovým teplem je nejhospodárnější, a proto je vhodné všude tam, kde vzorky mají dostatečně nízký odpor, což bývá u vzorků slitin splněno prakticky vždy. Vedle toho lze této metody použít i tam, kde je možno získat vzorky dostatečných rozměrů.

Zahřívání vedením se užívá tehdy, není-li možno získat dostatečně velký vzorek ve formě tyče nebo pásku. Zahřívání vedením se provádí tak, že se vzorek ohřívá od topného tělesa, které je zahříváno elektrickým proudem. Topné těleso může být vně nebo uvnitř čerpaného prostoru. Oba způsoby jsou znázorněny na obr. 3. Na obr. 3a je znázorněno zahřívání topným tělesem, které je zamontováno v recipientu. Mezi dvěma průchodkami 1 a 2 je upevněn pásek 3 z materiálu, který dobře snáší vysoké teploty (molybden). Na pásek se položí jednotlivé vzorky 4 vyleštěnou stranou nahoru. Topný pásek 3 se zahřívá elektrickým proudem a teplo zde vzniklé se převádí vedením na vzorky.

Na obraze 3. b je schematicky znázorněno zahřívání vzorku 4 topným tělesem, které je umístěno vně čerpaného prostoru. Čerpaný prostor tvoří křemenná nebo keramická trubka 5, připojená k vývěvě. Topné těleso 6 je opět vyhříváno elektrickým proudem, poněvadž takový způsob vytápění umožňuje velmi jednoduchou regulaci teploty. Zahřívání vzorků vedením je vhodné tehdy, je-li nutno zpracovat najednou větší množství vzorků, nebo tam, kde jsou k dispozici vývěvy o velmi malých čerpacích rychlostech, poněvadž v tomto případě lze dosáhnout minimálního čerpaného prostoru.

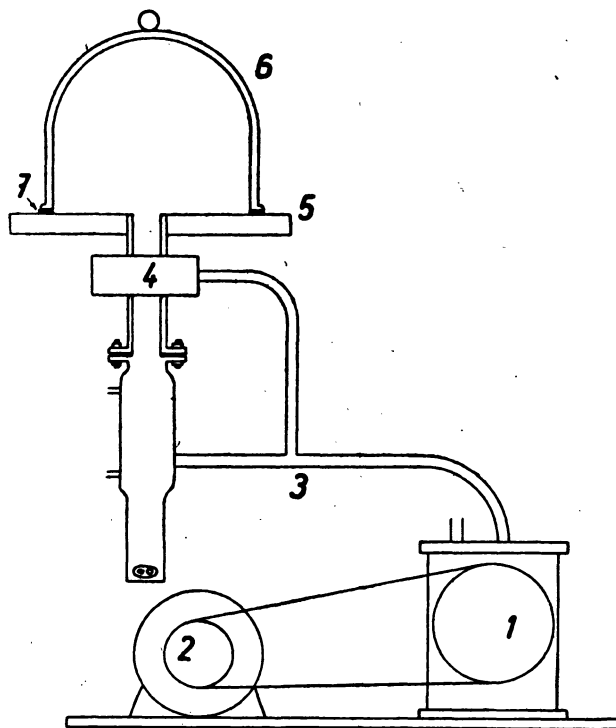
Na obraze 3. c je znázorněno zahřívání vzorku 4 vyzařovaným teplem. Zdrojem tepla je molybdenový pásek 7, stočený do tvaru prstence. Prsteneček je zahříván elektrickým proudem. Uprostřed prstence je umístěn na stolku vzorek vyleštěnou stranou nahoru. Podmínkou pro hospodárné zahřívání je co nejmenší tepelná vodivost nohy stolku 8. Uspořádání podle obrazu 3. c je vhodné i pro materiály se špatnou elektrickou vodivostí. Vzhledem k tomu, že zahřívání touto methodou má malou účinnost, používá se poměrně zřídka.

Ještě je nutno se zmínit o zahřívání vzorku ostřelováním elektrony. Aparatura, která je vhodná pro tento způsob zahřívání, je znázorněna na obr. 3. d. Celé zařízení se skládá z wolframové katody 9, která je žhavana transformátorem s napětím 10—20 V (podle velikosti katody). Vzorek 10 je umístěn na vodivém stolku a tvoří anodu. Mezi katodou a anodou je potenciální rozdíl 500—10 000 V. Elektrony vylétující z katody jsou urychlovány elektrickým polem mezi katodou a anodou. Při nárazu na anodu jí předávají svou kinetickou energii, a tím ji zahřívají. Tento způsob zahřívání je vhodný zvláště tam, kde je třeba dosáhnout extrémně vysoké teploty. Mez pevnosti materiálu stolku a jeho nohy udává horní mez teploty. Stolek musí být proto vyroben z vhodného, tepleně odolného a elektricky dobře vodivého materiálu (retortové uhlí).

3. Schematický popis aparatury, používající odporového zahřívání vzorku

Celá aparatura sestává ze dvou částí: čerpacího systému a recipientu. Poněvadž vakuum musí být dosti vysoké (10^{-4} — 10^{-6} mm Hg), musí být použito nejméně dvou vývěv, spojených za sebou, rotační vývěvy olejové a difusní vývěvy olejové nebo parafinové. Rtuťová difusní vývěva není vhodná, poněvadž rtuťové páry, které z ní do recipientu přicházejí, působí v mnohých případech na vzorek a ovlivňují pak výsledné obrazce. Vymrazování rtuťových par kapalným vzduchem aparaturu a její obsluhu příliš komplikuje.

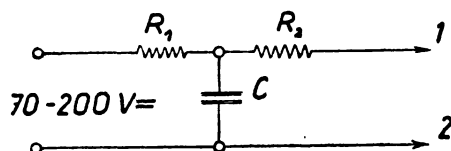
Schematické znázornění jednoduché aparatury je na obraze 4. Skládá se z rotační olejové vývěvy 1 s motorem 2, která je spojena potrubím 3 s nízkovakuovým potrubím difusní parafinové vývěvy a s ventilovým rozvodem 4. Do ventilového bloku ústí také vysokovakuové hrdlo difusní vývěvy. Ventilový blok je spojen s talířem recipientu 5, ve kterém jsou otvory pro chlazené průchodky, vakuometry a vysokonapětovou průchodku pro odplyňování výbojem. Kromě toho jsou zde průchodky pro přívody k thermočlánku na měření teploty vzorku. Na talíři je umístěn skleněný recipient 6, který je ve spodní části utěsněn gumovým mezikružím 7.



Obr. 4. Schema vakuové aparatury.

Vakuometry musí být nejméně dva. Jeden na měření vakua rotační vývěvy a druhý na měření vakua vývěvy difusní. Pro nízká vakua je vhodný vakuoměr Piraniho nebo thermočlánkový. V nouzi stačí také odhad vakua podle barvy a tvaru výboje. Pro měření vysokého vakua se velmi dobře hodí vakuometr Penningův, poněvadž je jednoduchý, málo choulostivý a jeho přesnost plně postačuje.

Čerpání na vysoké vakuum je značně prodlužováno zbytky plynů, adsorbovaných na vnitřním povrchu recipientu a na veškerém zařízení uvnitř čerpaného prostoru. Tyto zbytky se dají odstranit tak, že po vyčerpání recipientu rotační vývěvou se nechá



Obr. 5. Schema zařízení pro svařování thermočláneků.

určitou dobu probíhat v recipientu doutnavý výboj o napětí asi 10 kV. Takové napětí můžeme zavést do recipientu jen přes dostatečný velký ochranný odpor, aby nedošlo k poškození vysokonapětového transformátoru. Působení výboje je dvojit. Jednak recipient zahřeje, což usnadňuje odstranění adsorbovaných plynů, jednak jsou plyny uvolňovány nárazy iontů z výboje na stěny recipientu. Doba, potřebná k jeho dostatečnému vyčerpání, se zkrátí při použití výboje asi na jednu polovinu.

4. Měření teploty vzorku

Teplotu lze měřit dvěma způsoby, optickým pyrometrem nebo thermočlánekem. Obě metody mají své určité nedostatky, takže žádná nedává naprosto správné výsledky. Měření teploty vzorku optickým pyrometrem se provádí tak, že se pyrometr uchytí pevně do stojanu a nařídí na vzorek. Samo měření optickým pyrometrem není příliš přesné a zde se jeho nepřesnost dále zvětšuje tím, že pozorujeme přes sklo recipientu, které se během zahřívání vzorku pokrývá sice průhlednou, ale barevnou vrstvou odpařovaného kovu. Tuto závadu lze částečně odstranit zakrytím části stěny recipientu, přes kterou měření provádíme, elektromagneticky ovládaným plechovým stíněním, které se odklápí jen na krátkou dobu, potřebnou pro změřeni teploty.

Při měření thermočlánekem je nutno dosáhnout velmi dobrého tepelného spojení mezi vzorkem a thermočlánekem. Nejvhodnější je s tohoto hlediska přivaření thermočlánekem přímo ke střední části vzorku. Poněvadž jde o svařování tenkých drátů, osvědčilo se nám nejlépe svařovací zařízení, využívající výboje kondensátoru. Schema takového zařízení je znázorněno na obr. 5. Sestává ze zdroje stejnosměrného napětí 70 až 200 V, ze kterého se nabíjí přes odpor R_1 kondensátor o velké kapacitě (550—1000 μF). Výbojem kondensátoru je pak možno svařovat drátky thermočlánek vzájemně i přivařovat thermočlánek ke vzorku. Aby výboj kondensátoru neproběhl v příliš krátké době, to znamená explozivně, je nutno zařadit do vybíjecího obvodu ještě malý odpor R_2 , který výboj prodlužuje. Odpor R_1 musí být volen tak, aby ani při spojení bodů 1 a 2 nakrátko nedošlo k ohrožení napájecího zařízení.

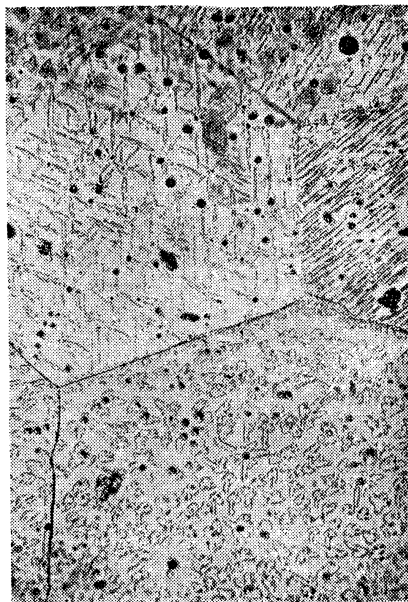
Je ovšem nutno zdůraznit, že ani přivařený thermočlánek nemá naprosto stejnou teplotu jako vzorek, takže naměříme vždy teplotu o něco menší, než je ve skutečnosti. Mimo to je při každém měření znehodnocena část thermočlánek, přivařená ke vzorku, takže thermočlánek je po každém měření o něco kratší. V důsledku toho se o něco změnil po každém měření celkový odpor obvodu s thermočlánekem. Aby tyto změny neovlivňovaly měření, je nutno, aby bylo použito měřicího přístroje s vysokým vnitřním odporem.

5. Vyhodnocování vzorku

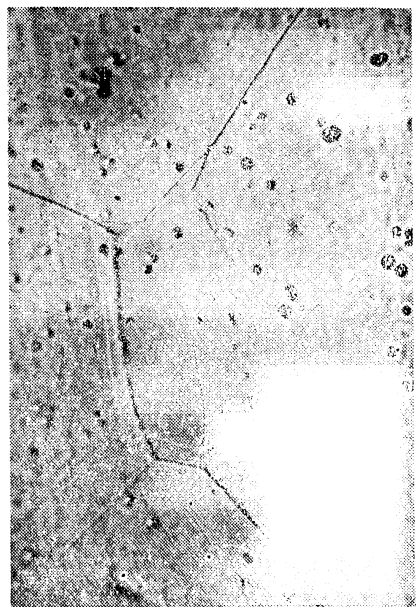
Vyhodnocování vzorku se provádí pomocí metalografického mikroskopu a provádí je metalograf. Mezi vzorkem zpracovaným chemicky (leptáním) a zpracovaným odpařováním ve vakuu jsou dosti značné rozdíly. Je to celkem pochopitelné, poněvadž relief vzniká v prvním případě chemickým pochodem, v druhém případě pak pochodem fysikálním. Je samozřejmé, že ve vzorku, zpracovaném odpařováním ve vakuu, jsou



Obr. 6. Obvyklý obraz struktury téměř čistého železa při teplotě 1100° C. Zvětšeno 100×.



Obr. 7. Zajímavá vnitřní struktura zrn téměř čistého železa. Zvětšeno 250×.



Obr. 8. Na fotografii se podařilo zachytit proces růstu zrn při vysoké teplotě. Zvětšeno 250×.



Obr. 9. Vzorek byl ve vakuu při vysoké teplotě namáhán tak velikou silou, že se po několika vteřinách přetrhl. Na obraze je zachycen posuv zrn a část zrn v těsné blízkosti přetržení.

zdůrazněny jiné charakteristické vlastnosti struktury než ve vzorku leptaném. Vhodným spojením obou method je možno dosáhnout dalších a podrobnějších znalostí struktury kovů za vysokých teplot.

Na obrazech 6. až 9. je několik ukázek struktury téměř čistého železa za různých teplot a za různých podmínek. Na obr. 6. je obvyklý obraz struktury železa při teplotě nad 1000 °C. Na obraze 7. je zachycena zajímavá vnitřní struktura jednotlivých krystalových zrn. Obraz 8. zachycuje růst krystalů. Podle výsledného šrafování je vidět, že velká zrna si vzájemně rozdělila malé zrno uvnitř obrazu. Na obr. 9. je v horní části obrazu zachycen posuv zrn, který vznikl tím, že vzorek byl při vysoké teplotě namáhán určitou silou, takže se zpřetrhl. Ve spodní části obrazu je zachycena struktura v těsné blízkosti přetržení.

Literatura

- [1] Osmond F., *Sur la métallographie de fer*, Paříž 1900.
- [2] Bajkov A. A., *O strukture stali pri vysokich temperaturach*, Revue de Metallurgie, sv. VI, č. 7, 1909.
- [3] Šušpanov L. I., *Struktura metallov i splavov posle nagreva v vakuume*, Metallurg, č. 6, 1937.
- [4] Gudcov N. T. i dr., *K voprosu ob izučeníi svojstvu metallov i splavov pri vysokich temperaturach v vakuume*, Izvestija AN SSSR, OTN, č. 1, 1950.
- [5] Oding I. A. i Lozinskij M. G., *O strojenii austenita pri vysokoj temperature*, Izvestija AN SSSR, OTN, č. 7, 1953.
- [6] Gudcov N. T. i Lozinskij M. G., *Sovremennoje sostojanije i puti razvitija vakuumnoj metallografii*, Žurnal techničeskoj fiziki, sv. XXII, č. 6, 1952.

IVAN ŠOLC

POUŽITÍ DVOJLOMU PŘI STUDIU KRYSTALISACE

Otázky spojené s krystalisací stojí dnes v popředí ve všech ústavech a továrnách, které se zabývají syntesí krystalů, ať již pro jakoukoli potřebu. A přitom většina vyráběných krystalů jeví značný dvojlom (*EDT, ADP, KDP, DKT, Seignettova sůl* a pod.). Je známé použití dvojlomu krystalu při studiu růstu jejich zárodečných krystalků při pozorování polarisačním drobnohledem. Při použití drobnohledu je však všechna manipulace s roztokem omezena a při sledování růstu se musí pozorovatel většinou omezit na studium růstu drobnouných agregátů krystalů.

Dvojlom krystalů však poskytuje mnohem širší možnosti při těchto pokusech. Popíše zde úpravu, již lze velmi dobře užít při studiu narůstání vybroušených zárodků, při sledování jejich rozpouštění a při zjišťování jejich fluktuací povrchu krystalu v nasyceném roztoku. Rovněž je možné velmi citlivě zachytit bod nasycení roztoku a jeho závislost na teplotě, vlivy různých katalytických iontů v roztoku a vlivy některých tenkých vrstev nanesených na zárodek vypařením ve vakuu. Na základě měření těchto veličin a řady dalších je možné získat cenné poznatky o fyzikálně chemické povaze růstu sledovaného krystalu. Rovněž je možné několika destičkami, kterých použijeme jako sond, sledovat činnost zařízení, v němž mají být krystaly pěstovány. Princip nové úpravy je velmi jednoduchý.

Z obrázku 1 je zřejmé, že se pozorování provádí v bílém paralelním polarisaném světle s kompensací dvojlomu. Světelný zdroj má být pokud možno bo-