

200 3364 /
17

na prawach rękopisu

INSTYTUT MATERIAŁOZNAWSTWA I MECHANIKI TECHNICZNEJ
POLITECHNIKI WROCŁAWSKIEJ

Komunikat nr 163

WPLYW TYTANU NA STRUKTURĘ
I NIEKTÓRE WŁASNOŚCI
OBROBIONYCH CIEPLNIE BRAZÓW
ALUMINIOWYCH

Włodzimierz Dudziński

Słowa kluczowe: brązy aluminiowe, tytan,
przemiany podczas odpuszczania,
własności mechaniczne, struktura

Wrocław 1977

SPIS TREŚCI

	str.
I. CZĘŚĆ TEORETYCZNA	
1. Wstęp	1
2. Układ Cu-Al	3
3. Przemiany w stopach Cu-Al	9
3.1. Przemiana nieporządek \rightleftharpoons porządek	9
3.2. Przemiana martenzytyczna	13
3.3. Przemiana eutektoidalna	19
3.4. Przemiany zachodzące podczas odpuszczania	23
4. Własności mechaniczne brązów aluminiowych	29
4.1. Własności dwuskładnikowych brązów aluminiowych	29
4.2. Wpływ pierwiastków stopowych na własności brązów aluminiowych	31
4.3. Wpływ obróbki cieplnej i cieplno-plastycznej na własności brązów aluminiowych	33
5. Układ Cu-Ti	37
6. Układ Cu-Al-Ti	42
7. Przemiany fazowe w układzie Cu-Al-Ti	51
8. Przemiany w fazie α układu Cu-Ti	54
9. Cel i zakres pracy	62
II. CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA	
1. Przygotowanie materiałów i wykonanie stopów wstępnych	65
2. Wykonanie stopów do badań	67
3. Przygotowanie próbek do badań	69
4. Metodyka badań	72
4.1. Badania dylatometryczne	72
4.2. Badania mikroskopowe	73
4.2.1. Mikroskop optyczny	73
4.2.2. Mikroskop elektronowy-repliki węglowe bezpośrednie	75
4.2.3. Mikroskop elektronowy-repliki ekstrakcyjne	76

4.2.4. Mikroskop elektronowy-cienkie folie	77
4.2.5. Mikroskop elektronowy-emisyjny	79
4.3. Badania rentgenograficzne	79
4.4. Badania na mikroanalizatorze rentgenowskim	80
4.5. Pomiar twardości	81
4.6. Określenie wytrzymałości na rozciąganie	82
5. Badania wstępne	84
5.1. Wyznaczenie parametrów przesycania	84
5.2. Wyznaczenie parametrów hartowania	85
5.3. Wyznaczenie temperatur odpuszczania	88
5.4. Określenie warunków starzenia	96
6. Wyniki badań mikroskopowych	97
6.1. Wyniki badań mikroskopowych stopu 1	97
6.2. Wyniki badań mikroskopowych stopu 2	99
6.3. Wyniki badań mikroskopowych stopu 3	101
6.4. Wyniki badań mikroskopowych stopu 4	103
6.5. Wyniki badań mikroskopowych stopu 5	106
6.6. Wyniki badań mikroskopowych stopu 6	109
6.7. Wyniki badań mikroskopowych stopu 7	111
7. Wyniki badań przeprowadzonych za pomocą elektronowego mikroskopu emisyjnego	114
8. Wyniki badań rentgenograficznych, dyfrakcyjnych i z mikroanalizatora rentgenowskiego	116
9. Wyniki badań wytrzymałościowych	129
9.1. Wyniki badań wytrzymałościowych stopu 1	129
9.2. Wyniki badań wytrzymałościowych stopu 2	131
9.3. Wyniki badań wytrzymałościowych stopu 3	133
9.4. Wyniki badań wytrzymałościowych stopu 4	136
9.5. Wyniki badań wytrzymałościowych stopu 5	138
9.6. Wyniki badań wytrzymałościowych stopu 6	141
9.7. Wyniki badań wytrzymałościowych stopu 7	143
10. Omówienie wyników badań	146
11. Wnioski	159
12. Literatura	161

I. CZĘŚĆ TEORETYCZNA

1. WSTĘP

Brązy aluminiowe należą do tej grupy stopów miedzi, którą zajmuje się liczna grupa badaczy. Duże zainteresowanie tymi brązami wynika przede wszystkim z ich wysokich własności wytrzymałościowych, dużej odporności na utlenianie, korozję i zużycie ścierne oraz dobrej przewodności cieplnej i elektrycznej.

Z przeglądu literatury i patentów z ostatnich dziesięciu lat wynika, że własności mechaniczne i technologiczne brązów aluminiowych można podwyższyć wprowadzając różne pierwiastki stopowe. Najczęściej stosowanymi pierwiastkami oprócz żelaza, niklu i manganu są: chrom, kobalt, beryl, tytan, cynk i cyrkon. Pierwiastki te są stosowane pojedynczo lub w różnych kombinacjach, w celu uzyskania wysokich własności mechanicznych, które można znacznie polepszyć po zastosowaniu odpowiedniej obróbki cieplnej lub cieplno-plastycznej.

W dostępnej literaturze brak wyczerpujących informacji o wpływie tych pierwiastków stopowych na przemiany zachodzące podczas obróbki cieplnej oraz na ich własności mechaniczne. Fakt ten utrudnia właściwy, uzasadniony ekonomicznie dobór tych pierwiastków i stwarza trudności w prawidłowym określeniu warunków obróbki cieplnej.

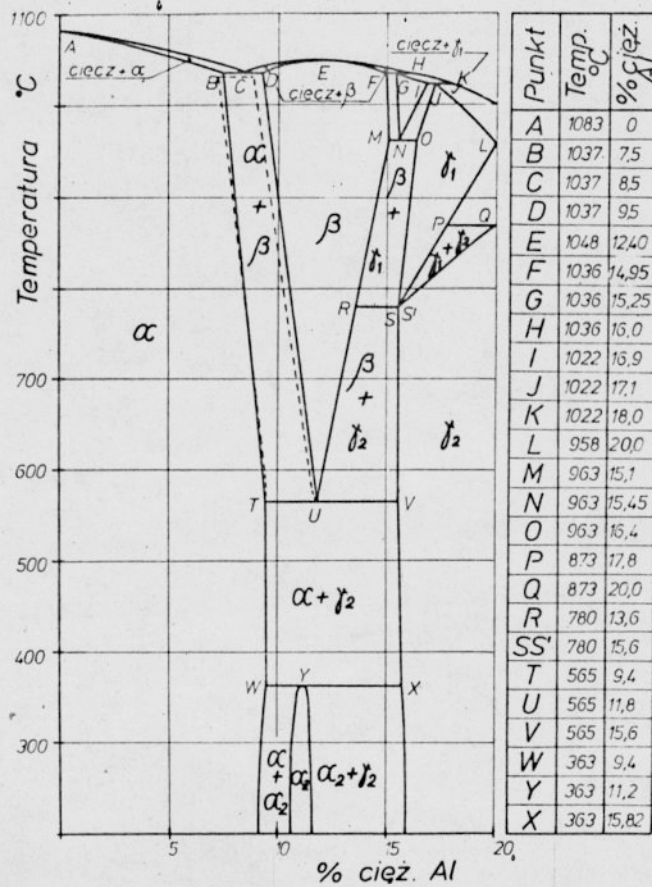
Jednym z pierwiastków wykazujących korzystny wpływ na własności brązów aluminiowych jest tytan. Opublikowane prace do-

tyczące przemian w stopach Cu - Al - Ti obejmują zagadnienie jedynie w sposób fragmentaryczny.

Celem niniejszej pracy jest zbadanie przemian zachodzących podczas obróbki cieplnej brązów aluminiowych zawierających tytan oraz określenie towarzyszących im zmian niektórych własności mechanicznych.

2. UKŁAD Cu-Al

Fragment wykresu równowagi Cu-Al w zakresie od 0 do 20% cięż. ^{III)}Al pokazano na rys. 1. Jest to wykres opracowany na podstawie pracy Hansena [1] ze zmianami wprowadzonymi przez Jewetta i Macka [2] oraz Lindena [3].



Rys. 1. Część wykresu równowagi układu Cu-Al

Wynikiem pracy Lindena [3] była propozycja zmiany kształtu linii granicznej rozpuszczalności faz, obejmującej obszar

^{III)} Zawartości pierwiastków podane bez dodatkowych określeń odnoszą się do udziałów ciężarowych

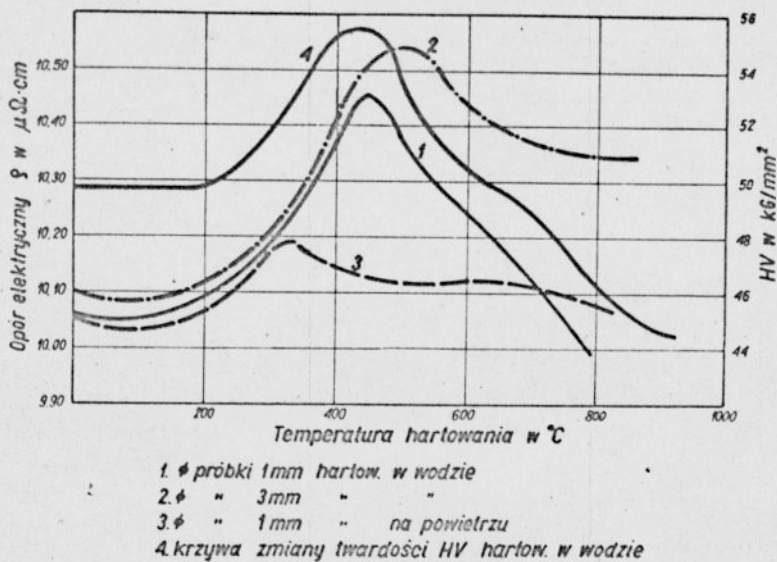
$\alpha + \beta$ oraz niewielka korekta temperatury przemiany eutektycznej i przesunięcie linii układu o ok. 1% cięż. w kierunku mniejszych zawartości aluminium. Zmiany te zaznaczono na wykresie linią przerywaną. Ze względu na to, że w układzie Cu-Al występują fazy podobne do faz w układzie Cu-Al-Ti, dalej scharakteryzowano tylko te, które mogą wystąpić w bogatej w miedź części wykresu równowagi.

Faza α jest roztworem stałym podstawowym aluminium w miedzi. Krystalizuje w sieci regularnej płaskocentrycznej typu Al. Parametr sieciowy zmienia się liniowo ze wzrostem zawartości aluminium od $a = 3,6075$ kX dla czystej miedzi do $a = 3,6433$ kX dla roztworu zawierającego 15% at Al [4]. Rozpuszczalność aluminium w fazie α w temperaturze eutektycznej wynosi 7,5% (16% at) Al wg [1]. Według Raynora [5] wraz z obniżaniem temperatury do przemiany eutektoidalnej rozpuszczalność wzrasta do 9,4% (19,6% at) Al. Jak wykazały prace [2,6-9], w temperaturach niższych zmniejsza się ona począwszy od temperatury perytektoidalnej. W temperaturze pokojowej rozpuszczalność aluminium w fazie α wynosi ok. 9,1%.

Dokładny przebieg zmian rozpuszczalności aluminium w miedzi nie jest jeszcze dobrze znany, o czym świadczą choćby wyniki badań Lindena opublikowane w 1972 roku [3]. Niepewne są przede wszystkim wyniki badań dotyczące temperatur niższych od temperatury przemiany perytektoidalnej ze względu na trudności w uzyskaniu stanu równowagi.

Bollenrath i Bungardt [10] stwierdzili za pomocą badań dylatometrycznych i pomiarów oporności elektrycznej, że poniżej

temperatury przemiany eutektoidalnej w roztworze stałym α zachodzi uporządkowanie. Przemiana ta przebiega w dość szerokim zakresie temperatur od 495° do 250°C , przy czym całkowite uporządkowanie powinno wystąpić przy zawartości 12,4% Al, tj. przy zawartości aluminium odpowiadającej stosunkowi 3:1 (czyli Cu_3Al). Wyniki uzyskane przez Bollenratha i Bungardta potwierdziły badania Panina i jego współpracowników [11-13], którzy badali stopy o dużej czystości zawierające 14,3; 18,5 i 20,3% at Al. Stwierdzili oni, że uporządkowanie ma duży wpływ na twardość i oporność elektryczną, ale nie bez wpływu jest także duża liczba defektów punktowych zatrzymanych wskutek szybkiego chłodzenia. Sporządzony przez nich wykres przedstawiający zmianę tych własności fazy α w wyniku uporządkowania pokazano na rys.2



Rys. 2. Wpływ obróbki cieplnej na twardość i oporność elektryczną fazy α układu Cu-Al wg [11]

Do podobnych wniosków doszli również Gaudig i Warlimont [14]. Badając stopy o składach zbliżonych do stopów użytych w pracach [11-13] ustalili, że przemiana porządek \rightarrow nieporządek zachodzi w temperaturach poniżej 300°C . Przy użyciu mikroskopu elektronowego wykazali, że uporządkowanie w stopach Cu-Al prowadzi do powstania małych obszarów o średnicy ok. 20 \AA i dalekim uporządkowaniu.

Przeciętna odległość między tymi obszarami rozmieszczonymi w nieuporządkowanej osnowie wynosi 130 \AA . Baranek i Haimann [15] stwierdzili, że wskutek częściowego uporządkowania fazy α w stopie zawierającym 10,75% Al następuje wzrost mikrotwardości od $165 \mu\text{HV}$ do $210 \mu\text{HV}$. Zmiany takiej nie stwierdzono w stopach o mniejszej zawartości aluminium. Wyniki otrzymane w pracy [15] zostały później potwierdzone badaniami wykonanymi przez Lindena [16].

Thomas i West [6] wykazali, że w stopach Cu-Al poniżej temperatury przemiany eutektoidalnej zachodzi jeszcze przemiana perytektoidalna. Wyniki uzyskane przez Thomasa i Westa zostały potwierdzone w licznych pracach [2, 7, 8, 17, 18]. Jewett i Mack [2] oraz Kubiak [18] stwierdzili, że przemiana perytektoidalna $\alpha + \gamma_2 \rightarrow \alpha_2$ w stopach zawierających od 9,4% Al do 15,82% Al przebiega w temperaturze 363°C . Według pracy [2] sieć krystalograficzna nowo powstającej fazy α_2 jest identyczna z siecią fazy α układu Cu-Al, ale posiada parametr sieciowy powiększony o $0,022 \text{ \AA}$.

Gaudig i Warlimont [14] oraz Duval i Haymann [19] na podstawie dyfrakcji elektronowej cienkich folii określili sieć fa-

zy α_2 jako trwałą nadstrukturę o ośmiokrotnie większym okresie w kierunku osi z w stosunku do podstawowej komórki sieci regularnej płaskocentrowanej $L1_2$ typu Cu_3Au .

Lefever i Delaey [20] stwierdzili natomiast, że faza α_2 krystalizuje w sieci typu DO_{22} i wykazuje nadstrukturę o okresie 4 w kierunku równoległym do $[100]_{FCC}$.

Według prac [2, 6, 7, 18, 19] faza α_2 powstaje zarówno z mieszaniny ($\alpha + \gamma_2$), jak i w wyniku odpuszczania martenzytu. Przemiana perytektoidalna przebiega bardzo wolno, np. okres inkubacji w stopie zawierającym 11,86% Al trwa 10 dni, a zakończenie przemiany następuje dopiero po 100 dniach. W stopach zahartowanych według pracy [18] okres inkubacji wydłuża się, a szybkość przemiany maleje ze wzrostem zawartości aluminium.

Z prac Westa i Thomasa [6], Cope'a [7], Jevetha i Macka [8] oraz Jewetta i Macka [2] wynika, że fazę α układu Cu-Al można przesyć, ponieważ rozpuszczalność aluminium w roztworze stałym α zmniejsza się poniżej temperatury przemiany perytektoidalnej. Fazą wydzielającą się podczas rozpadu przesyconego roztworu stałego α powinna być faza α_2 .

Z danych literaturowych wynika, że fazę α_2 można otrzymać przez zastosowanie jednego z następujących sposobów obróbki cieplnej, przeprowadzonych poniżej 363°C [20]:

- a) Odpuszczanie martenzytu [6, 7, 18].
- b) Izotermiczna przemiana fazy [6, 21].
- c) Długotrwałe wyżarzanie stopów dwufazowych ($\alpha + \gamma_2$) [6, 17]
- d) Starzenie przesyconej fazy [14].

Faza β jest roztworem stałym na bazie fazy elektrónowej Cu_3Al o stężeniu elektrónowym $3/2$. Krystalizuje ona w układzie regularnym, przestrzennie centrowanym, typu A2. Parametr sieciowy fazy β , określony przez Andrewsa i Hume Rothery'ego [22] w obszarze dwufazowym ($\alpha + \beta$), wynosi $a = 2,9504 \pm 2$ kX. Faza β w temperaturze 565°C rozpada się eutektoidalnie na mieszaninę dwóch faz: α i γ_2 . Temperatura przemiany eutektoidalnej i stężenie punktu eutektoidalnego były wielokrotnie sprawdzane [6, 21, 22]. Określona przez Thomasa i Westa [6] temperatura rozpadu fazy β wynosi $566 \pm 1^\circ\text{C}$, a zawartość aluminium w eutektoidzie: od 11,65 do 11,95% Al.

Faza γ_2 jest roztworem stałym na bazie fazy międzymetalicznej Cu_9Al_4 , powstaje w wyniku reakcji perytektoidalnej $\gamma_1 + \varepsilon_1 \rightarrow \gamma_2$ w temperaturze 873°C . Faza ta krystalizuje w układzie sześciennym przestrzennie centrowanym o sieci mosiądzu γ (typ D8_2). Parametr sieciowy wg Raynora [5] wynosi $a = 8,6848$ kX przy zawartości 14% Al i $a = 8,6988$ kX przy zawartości 17,5% Al. Ze zmianą składu chemicznego fazy γ_2 zmienia się liczba atomów w komórce elementarnej z 52 do 50 oraz sieć z sześciennej na romboedryczną.

3. PRZEMIANY W STOPACH Cu-Al

3.1. Przemiana nieporządek \rightleftharpoons porządek

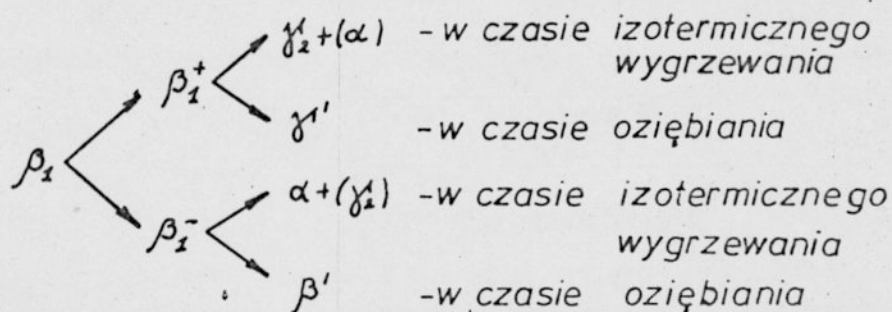
W stopach zawierających więcej niż 10,5% Al w przechłodzonej fazie β zachodzi przemiana nieporządek \rightleftharpoons porządek. Według [21, 23-29] nieuporządkowana faza β przechodzi poniżej 535°C w fazę uporządkowaną oznaczaną β_1 . Faza ta wg [30] krystalizuje w układzie sześciennym w sieci typu Fe_3Al i stosunku atomów miedzi do aluminium odpowiadającym wzorowi stechiometrycznemu Cu_3Al (czyli 12,4% Al). Parametr sieciowy fazy β_1 w stopie zawierającym 11,8% Al w temperaturze 300°C wynosi wg Barreta [31] $a = 5,84$ kX. Faza β_1 jest widoczna pod mikroskopem optycznym po trawieniu elektrolitycznym w wodnym roztworze bezwodnika kwasu chromowego lub w odczynniku Smitha zawierającym amoniak i wodę utlenioną. W początkowym okresie uporządkowania domeny uporządkowane mają kształt rozetek, a po dłuższych czasach wygrzewania przyjmują one budowę komórkową [32].

W dostępnej literaturze [16, 21, 24, 26-30, 32-38] poświęca się wiele uwagi przemianie $\beta \rightleftharpoons \beta_1$, lecz wyrażane w tych publikacjach poglądy znacznie różnią się między sobą.

Mack [24] i Haynes [21] stwierdzili, że uporządkowana faza β_1 jest bogatsza w aluminium niż faza β i w związku z tym procesowi porządkowania musi towarzyszyć wydzielanie fazy α .

Klier i Grymko [36] na podstawie badań rentgenograficznych podają, że w pierwszym etapie porządkowania z fazy β powstają dwie metastabilne odmiany fazy β_1 . Są to: faza β_1^+ zawierają-

ca więcej aluminium i faza β_1^- uboższa w aluminium. Podczas izotermicznego wygrzewania faza β_1^+ wzbogaca się w aluminium i przemienia się w fazę γ_2 , a w fazie β_1^- zmniejsza się ilość tego składnika i przemienia się ona w fazę α . W rezultacie prowadzi to do powstania mieszaniny $\alpha + \gamma_2$. Autorzy pracy [36] uważają też, że podczas oziębienia stopów po uporządkowaniu w wyniku przemiany martenzytycznej powstaje z faz β_1^- i β_1^+ odpowiednio martenzyt β' i γ' . Wyniki otrzymane przez Klierę i Grymko [36] zostały potwierdzone w pracy Tomana [37] oraz częściowo w pracy Thomasa [35]. Schemat przemian zachodzących w przechłodzonej fazie β zaproponowany w pracy [36] pokazano na rys. 3.

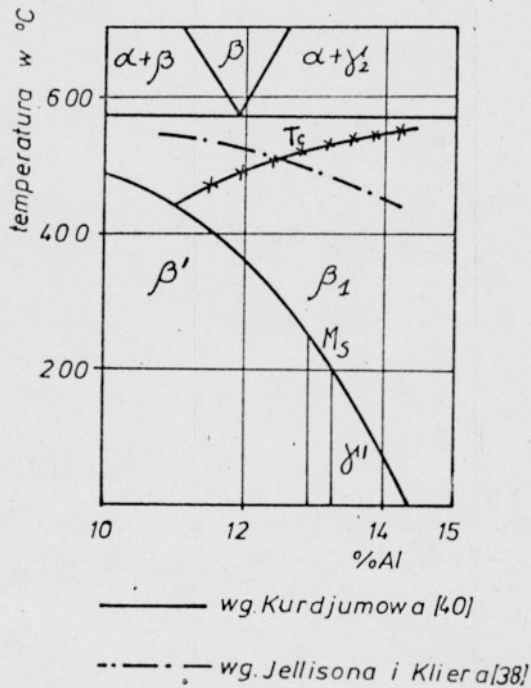


Rys. 3. Schemat przemian w przechłodzonej fazie wg Klierę i Grymko [36]

Kurdjumow ze współpracownikami [40] stwierdzili, że przemianie $\beta \rightleftharpoons \beta_1$ towarzyszy nieznaczny skurcz, a temperatura uporządkowania (T_c) i początku przemiany martenzytycznej (M_s) zmienia się wraz z zawartością aluminium (rys. 4). Wyniki te

zostały potwierdzone w pracach Thomasa [35], Fletchera [41], oraz Butlera i Fletchera [42].

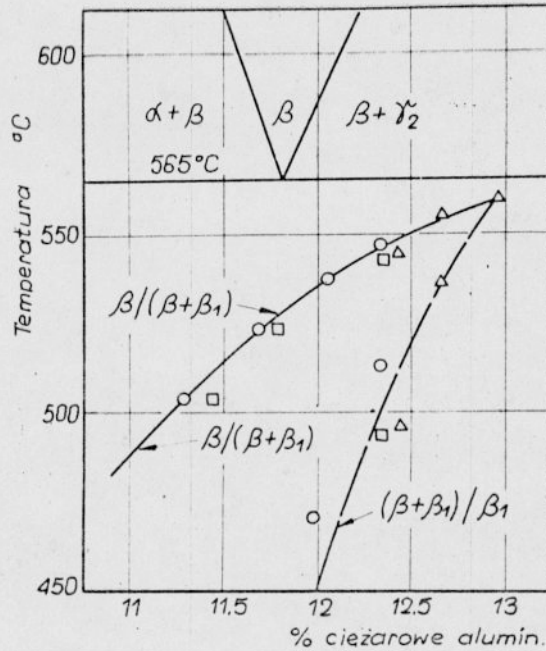
Badania Jellisona i Kliera [38] wykazały odmienny przebieg temperatury uporządkowania w zależności od zawartości aluminium (rys. 4). Wyniki te nie zostały jednak dotychczas potwierdzone.



Rys. 4. Wykres przemian metastabilnych układu Cu-Al wg Kurdjumowa [40] i Jellisona i Kliera [38]

Badania przemiany $\beta \rightleftharpoons \beta$ prowadzone przez Thomasa [35] oraz Butlera i Fletchera [41, 42] doprowadziły do ponownego wyznaczenia granic międzyfazowych na wykresie przemian metastabilnych w układzie Cu-Al. Wyniki tych badań przedstawiono na rys. 5. Niewielkie rozbieżności wyników są spowodowane zastosowaniem odmiennych metod badawczych oraz sposobem inter-

pretacji.



Rys. 5. Wykres przemian metastabilnych układu Cu-Al
wg o - Thomasa [35]; \square - Fletchera [41]
i Δ - Butlera i Fletchera [42]

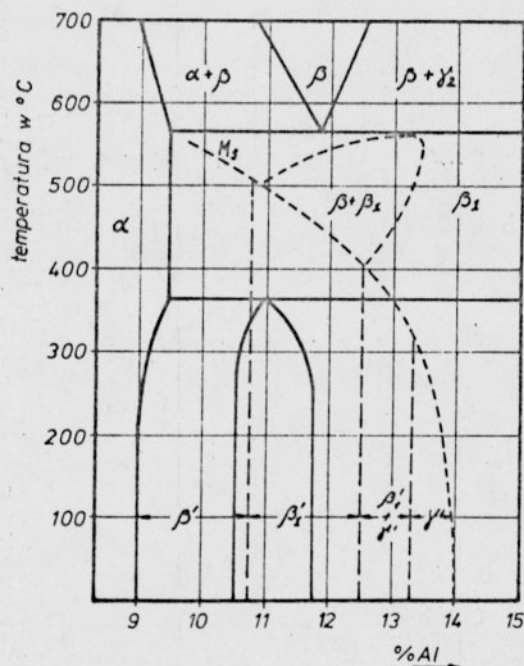
Lütjering i Warlimont [30] wykazali analogię fazy β_1 (Cu_3Al) w układzie CuAl do fazy α_1 (Fe_3Al) w układzie FeAl. Obie te fazy powstają w podobny sposób i mają tę samą uporządkowaną strukturę typu DO_3 .

Reasumując można stwierdzić, że tylko część fazy β ulega uporządkowaniu i powstaje mieszanina faz β i β_1 . W wyniku uporządkowania faza β_1 ma większą zdolność rozpuszczania aluminium, wskutek czego w fazie β składnika tego jest mniej. Spowodowane uporządkowaniem zmniejszenie energii swobodnej układu wpływa na kinetykę przemiany eutektoidalnej, a zmiana współczyn-

nika dyfuzji po uporządkowaniu wpływa na morfologię produktów tej przemiany.

3.2. Przemiana martenzytyczna

Przemiana martenzytyczna w brązach aluminiowych, ze względu na duże podobieństwo do przemiany martenzytycznej w stalach, była przedmiotem licznych badań [19, 26-29, 31, 44]. Faza układu Cu-Al w wyniku chłodzenia z szybkością co najmniej krytyczną przemienia się bezdyfuzyjnie w martenzyt β' [27, 29, 43]. Krytyczna szybkość chłodzenia w brązach aluminiowych zależy od zawartości aluminium; w stopach o składzie eutektoidalnym jest ona równa w przybliżeniu szybkości chłodzenia w powietrzu [45]. Temperatura początku przemiany martenzytycznej M_s wg [36] ulega obniżeniu ze wzrostem zawartości aluminium i w stopach zawierających 12,2% Al wynosi 400-378°C [46], a w stopach zawierających 14,5% Al spada do wartości ujemnych i wynosi -190°C [47]. Przebieg zmian temperatury początku przemiany martenzytycznej w zależności od zawartości aluminium pokazano na rys. 6.



Rys. 6. Wykres przemian w stopach Cu-Al wg [19]

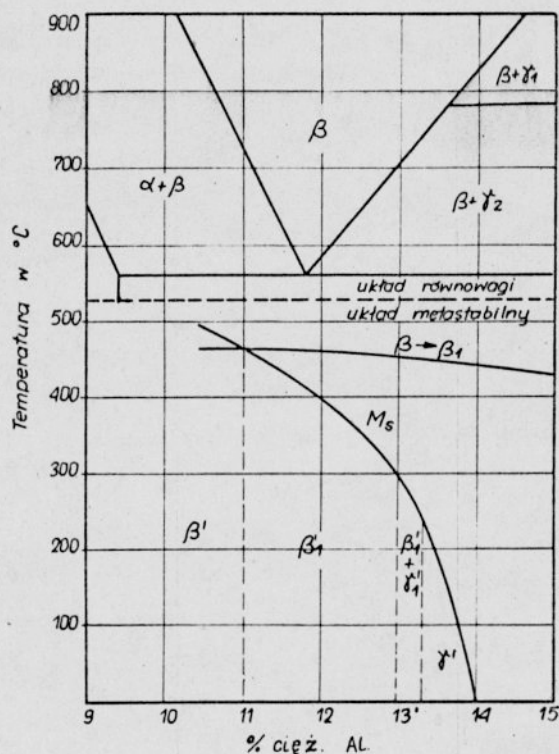
Z prac wykonanych przez Speidela i Warlimonta [48] oraz Duvala i Haymanna [19, 49] wynika, że przebieg przemian zachodzących w oziębianej fazie β może być następujący:

- W stopach zawierających mniej niż 10,75% Al faza β przemienia się bezpośrednio w nieuporządkowany martenzyt β' .

W stopach zawierających od 10,75 do 12,50% Al, faza β najpierw ulega uporządkowaniu w fazę β_1 , z której następnie powstaje martenzyt β'_1 [50]. W martenzycie tym zostaje zachowane uporządkowanie występujące w fazie β_1 , a obszary długookresowej nadstruktury mają średnice 50-100 Å [51].

- W stopach zawierających ponad 13,25% Al z uporządkowanej fazy β_1 powstaje martenzyt γ' .

Przebieg tych przemian został pokazany na rys. 7.



Rys. 7. Wykres przemian metastabilnych układu Cu-Al wg [48]

Struktura krystalograficzna faz β' , β'_1 i γ' była przedmiotem licznych badań, lecz uzyskane wyniki są często ze sobą sprzeczne.

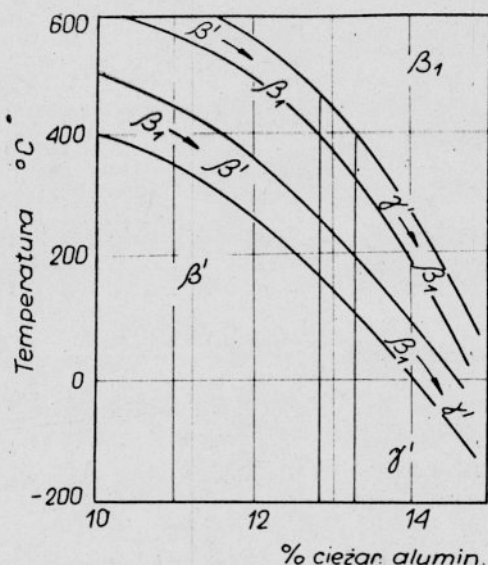
Faza β' : według Woła [9] krystalizuje w układzie trójskośnym, Klier i Grymko [36] podają natomiast, że wykazuje ona budowę zbliżoną do sieci heksagonalnej A3. Zdaniem innych autorów [22, 39, 51, 52] krystalizuje ona w zniekształconej sieci regularnej, płaskocentrowanej.

Faza β'_1 : według danych Pearsona [22] ma sieć układu ortorombowego. Swann i Warlimont [39, 51] podają, że faza ta wykazuje zniekształconą, uporządkowaną sieć tetragonalną typu DO_{22} , w której występują błędy ułożenia w co dwudziestą drugą płaszczyźnie najgęstszego opakowania. Późniejsze badania [53] wykazały, że faza ta krystalizuje w sieci ortorombowej, płasko centrowanej z 88 atomami w komórce elementarnej. Parametry sieciowe tej fazy w stopie zawierającym 24,38% at Al są następujące: $a = 4,494 \text{ \AA}$; $b/a = 2/\sqrt{3}$; $c/a = \frac{22}{3}\sqrt{2}$. Autorzy prac [52, 54-56] uważają, że faza β'_1 ma strukturę najgęstszego upakowania o sekwencji ułożenia $3R(ABCBCACAB)$ lub $11H(ABCBCACABAB)$.

Faza γ' (martenzytyczna): według danych Barreta [31] krystalizuje w układzie rombowym i przy 14% Al ma następujące parametry sieciowe: $a = 4,52 \text{ \AA}$; $b = 5,20 \text{ \AA}$ i $c = 4,22 \text{ \AA}$. Swann i Warlimont [51, 57] podają, że faza γ' ma sieć pseudoheksagonalną i kolejność ułożenia płaszczyzn typu ABAB [54]. Strukturę tej fazy określono jako DO_{19} [50].

Badania martenzytu β' i β'_1 pod mikroskopem optycznym nie wykazują żadnych istotnych różnic [16], martenzyt γ' różni się natomiast od martenzytu β' obecnością mikrohlizniaków w igłach [58]. Przemiana martenzytyczna w stopach Cu-Al jest przemianą odwracalną i podczas szybkiego grzania zachodzi bezdyfuzyjna przemiana w kierunku przeciwnym. Występuje przy tym zjawisko histerezy cieplnej, a różnica temperatur ok. 100°C [45]. Zakresy występowania odwracalnych przemian martenzytycznych w stopach CuAl

pokazano na rys. 8.



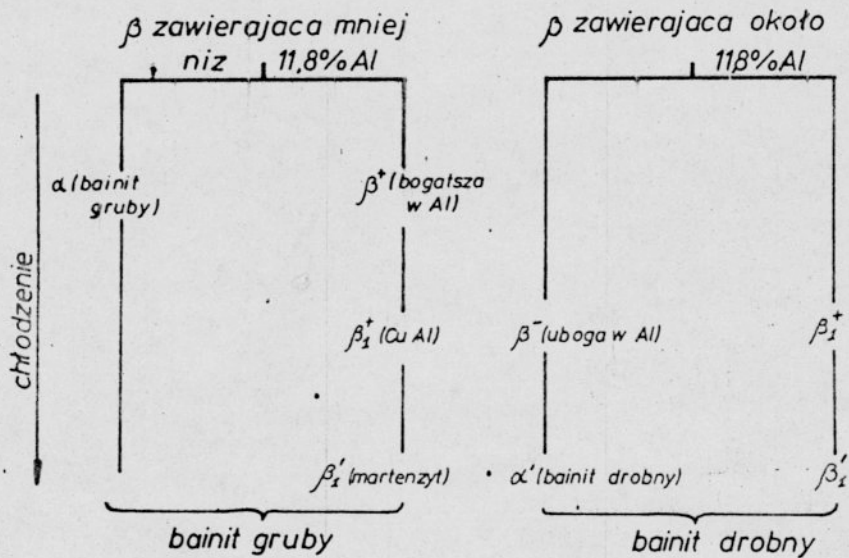
Rys. 8. Obszary występowania odwracalnych przemian martenzytycznych w stopach Cu-Al wg [45]

Zjawiskiem odwracalności przemiany martenzytycznej zajmowali się autorzy prac [59-61]. Autorzy ci badali odkształcone monokryształy martenzytu. Zastosowana przez nich obróbka plastyczna powodowała odkształcenie martenzytu jedynie przez bliźniakowanie. Podczas nagrzewania odkształconego martenzytu następowało, w wyniku zachodzącej przemiany odwracalnej, odbudowanie kształtu monokryształu („efekt pamięci”).

Kulkarni [34] określił wartość energii potrzebnej do zapoczątkowania przemiany martenzytycznej w stopach układu Cu-Al zawierających od 9 do 12% Al. Energia ta zmienia się ze wzrostem zawartości aluminium od 210 do 670 J/mol. Analogiczna wartość dla stali wynosi ok. 2100 J/mol.

Maitre i Leymonie [62], Moon i Garwood [63], Garwood [64]

oraz Brezina [65] obserwowali przemiany zachodzące podczas ciągłego chłodzenia fazy β . Brezina [65] podał za Garwoodem [64] schemat przemian zachodzących w brązach aluminiowych podczas ciągłego chłodzenia (rys. 9). Przebieg tych przemian został potwierdzony również w brązach wieloskładnikowych, w wyniku badań za pomocą różnicowej analizy cieplnej.



Rys. 9. Schemat przemian fazy β podczas ciągłego chłodzenia wg [64]

Z tego schematu wynika, że w przeciwieństwie do znanej przemiany bainitycznej, zachodzącej w stalach o małej zawartości węgla, przemiana ta w brązach aluminiowych zachodzi w kilku rozróżnialnych etapach.

W wysokich temperaturach przy mniejszej zawartości aluminium powstają duże i grube płytki fazy α' , tworzące się zgod-

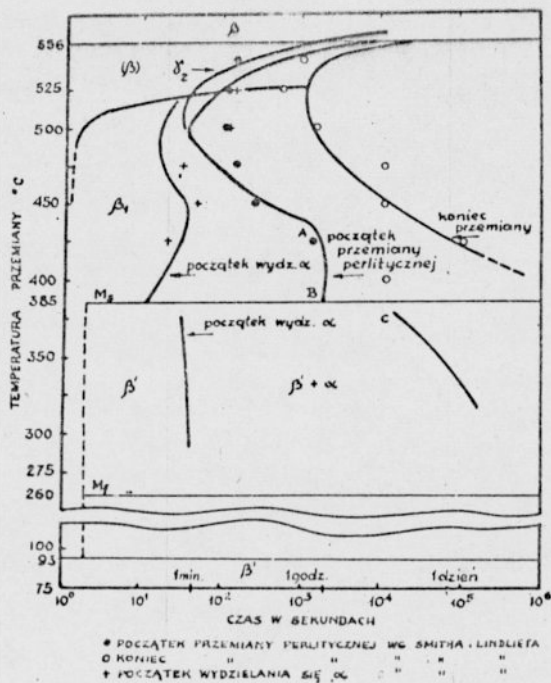
nie z mechanizmem przemiany bainitycznej (w wyniku ścinania i dyfuzji).

Przy większych zawartościach aluminium początkowo powstają obszary fazy β o mniejszej zawartości aluminium, które w niższych temperaturach ulegają bezdyfuzyjnej przemianie w fazę α' . Następnie zarodki tej fazy rozrastają się z szybkością kontrolowaną dyfuzją [63]. Obydwa rodzaje struktur bainitycznych są bardziej drobne, niż znane struktury martenzytyczne. Składają się one z bainitycznej fazy α' i niewielkiej ilości martenzytu β_1' [64].

3.3. Przemiana eutektoidalna

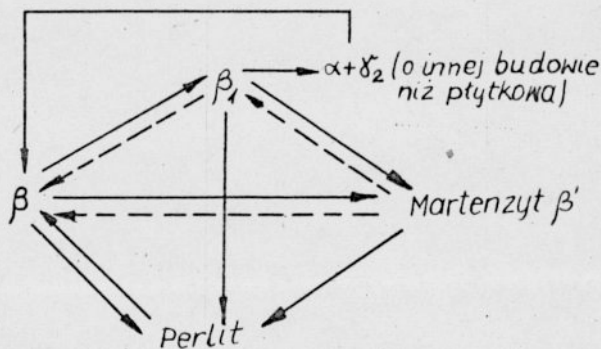
Przemianą eutektoidalną w brązach aluminiowych zajmowało się wielu uczonych [16, 21, 24, 32, 33, 35-37, 41, 42, 66, 67] przy czym w większości przypadków prace prowadzono na stopach o składzie zbliżonym do punktu eutektoidalnego. Badania wykazały, że w temperaturze 565°C [33] wysokotemperaturowa faza β rozpada się na mieszaninę eutektoidalną, składającą się z fazy α o zawartości 9,4% Al i fazy γ_2 zawierającej 15,6% Al. Ze względu na stosunkowo niską temperaturę rozpadu, szybkość dyfuzji jest mała i w związku z tym faza β wykazuje dużą skłonność do przechłodeń. Przemiana eutektoidalna w stopach Cu-Al wykazuje duże podobieństwo do przemiany eutektoidalnej w stalach. Niewielkie różnice wynikają przede wszystkim z wystąpienia podczas izotermicznego rozpadu fazy β nietrwałej fazy przejściowej β_1 . Mack [24], uwzględniając wyniki prac Smitha i Lindliefa [33], opracował wykresy izotermicznego

rozpadu fazy β , które pokazano na rys. 10. Niewielkie rozbieżności między wynikami otrzymanymi przez tych autorów wynikają z różnic w składzie chemicznym badanych stopów.



Rys. 10. Wykres izotermicznego rozpadu fazy β dla stopu Cu-Al o zawartości 11,9% Al wg [24]

Mack [24] na podstawie wyników badań własnych i innych autorów podał schemat przemian zachodzących podczas rozpadu fazy β (rys. 11).

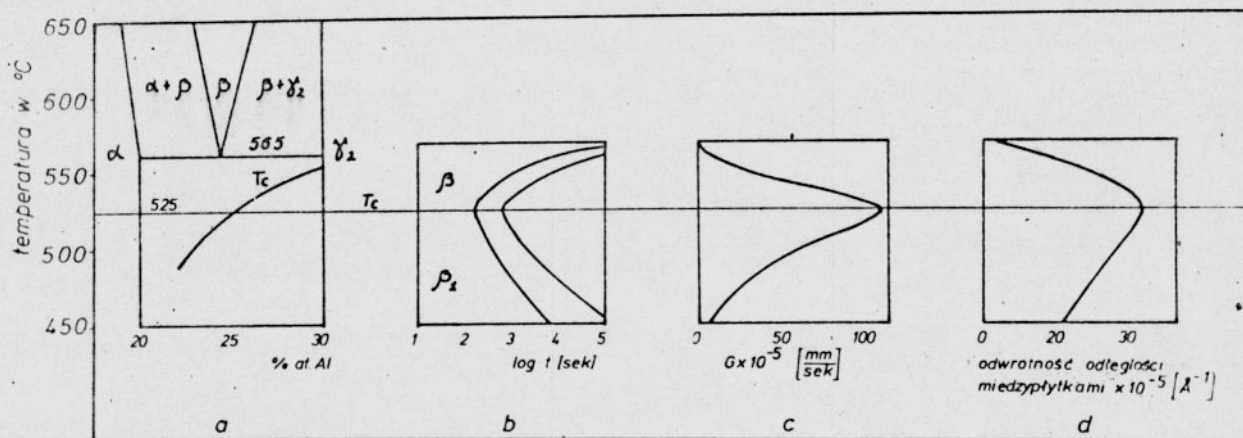


Rys. 11. Schemat przemian przechłodzonej fazy β układu Cu-Al wg [24]

Zdaniem Kliera i Grymko [36], podobnie jak Macka [24], eutektoid ($\alpha + \gamma_2$) o budowie płytkowej powstaje podczas izotermicznego rozpadu fazy β jedynie w pewnym zakresie stężeń aluminium, zbliżonym do punktu eutektoidalnego. Mieszanina faz ($\alpha + \gamma_2$) o innej budowie niż płytkowa powstaje z fazy β_1 lub z martenzytu β' .

Późniejsze badania Butlera i Fletchera [14] oraz Thomasa [35] wykazały, że podczas izotermicznego rozpadu stopów o składzie eutektoidalnym i przedutektoidalnym w zakresie temperatur 535-400°C jako pierwsza pojawia się zawsze faza α . Występowanie fazy γ_2 stwierdza się dopiero po dłuższych czasach wygrzewania. Izotermiczny rozpad stopów o składzie zautektoidalnym jest poprzedzony, zależnie od temperatury przemiany, wydzielaniem się fazy α lub γ_2 [14].

Klier i Grymko [36] oraz inni autorzy [21, 66, 68] stwierdzili ponadto, że odległości międzypłytkowe w eutektoidzie $\alpha + \gamma_2$ maleją ze wzrostem przechłodzenia, ale tylko do temperatury, w której trwała jest jeszcze faza β . Pojawienie się metastabilnej fazy β_1 powoduje ponowny wzrost odległości między płytkowych. Wyniki te zostały potwierdzone późniejszymi badaniami Kulkarnego [69] (rys. 12).



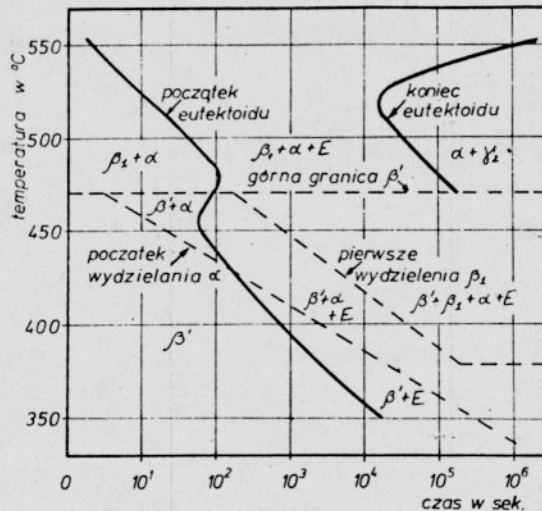
Rys. 12. Schemat rozpadu fazy β dla stopu Cu-Al o zawartości 12,4% Al wg [69]:

- wykres równowagi układu Cu-Al z zaznaczoną temperaturą T_c przemiany nieporządek \rightarrow porządek,
- wykres CTPi,
- wykres szybkości rośnięcia eutektoidu,
- wykres odwrotności odległości między płytkami eutektoidu.

Orientacja między płytkami fazy α i γ_2 w eutektoidzie płytkowym stopów Cu-Al została określona przez Rao, Livingstone i Kocha [70]. Zdaniem tych autorów, przy zachowanej zależności Kurdjumowa-Sachs dopasowanie pomiędzy fazami α i γ_2 występuje na płaszczyznach $(\bar{5}33)_\alpha$ i $(\bar{4}31)_{\gamma_2}$. Sprzężenie to nie jest całkowite, lecz występujące w fazie α bliźniaki umożliwiają uzyskanie dopasowania.

3.4. Przemiany zachodzące podczas odpuszczania

Badania przemian zachodzących podczas odpuszczania zahartowanych brązów aluminiowych zapoczątkował Cope [7]. Na podstawie badań mikroskopowych, rentgenograficznych oraz pomiarów twardości określił on przebieg przemian zachodzących podczas odpuszczania fazy β' w pięciu stopach zawierających od 10,3 do 12,4% Al, a otrzymane wyniki przedstawił w postaci wykresów CTP. Przykładowo na rys. 13 zamieszczono wykres CTP dla stopu zawierającego 10,3% Al.



Rys. 13. Wykres izotermicznego rozpadu martenzytu w stopie o zawartości 10,3% Al wg [7]

Cope stwierdził, że przebieg rozpadu martenzytu zależy od zawartości aluminium w stopie. W próbkach zawierających 10,3% Al odpuszczanych w zakresie temperatur 350–475°C następuje bezpośredni rozpad fazy β' na mieszaninę ($\alpha + \gamma_2$). Przemiana ta powyżej temperatury 425°C jest poprzedzona wydzieleniem przyeutektoidalnej fazy α . Powyżej temperatury 475°C

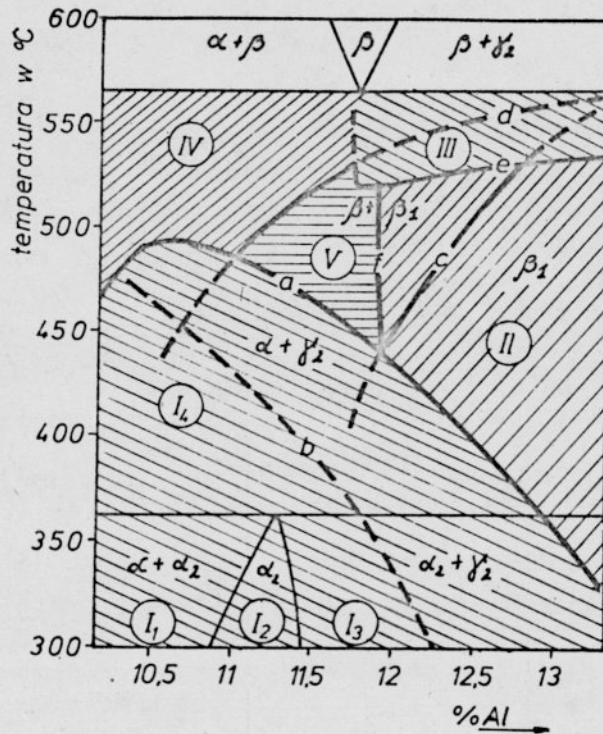
faza β' rozpada się prawie natychmiast na fazy $\beta_1 + \alpha$. Powstała w ten sposób faza β_1 ma dłuższy okres inkubacji niż β' co jest przyczyną przesunięcia linii początku przemiany eutektoidalnej. Faza β_1 po dłuższych czasach wygrzewania rozpada się następnie na $\alpha + \gamma_2$. Faza α występuje w postaci martenzytycznych igieł, między którymi znajdują się wydzielenia fazy γ_2 .

W stopach nadeutektoidalnych w temperaturach odpuszczania 400-525°C w pierwszej fazie zachodzi wydzielenie się fazy γ_2 z martenzytu β' , a dopiero dłuższe czasy wygrzewania powodują jednoczesny rozpad β' i β_1 na mieszaninę ($\alpha + \gamma_2$) przeważnie o budowie innej niż płytkowa.

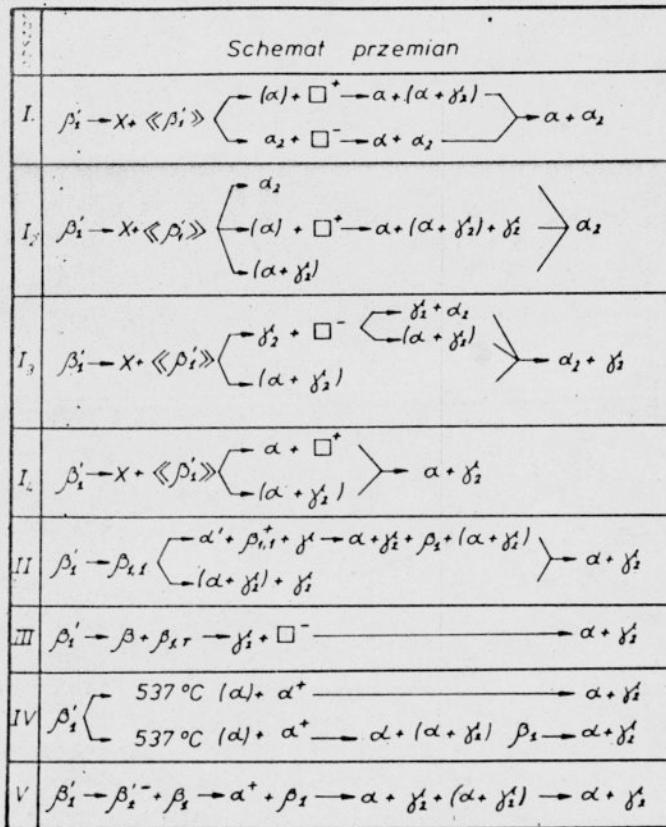
Linden [71], podobnie jak Cope [7], stwierdził że w stopach przedeutektoidalnych, odpuszczanych nieznacznie poniżej temperatury przemiany eutektoidalnej, faza α wydziela się szybciej niż faza γ_2 . Natomiast w niższych temperaturach odpuszczania, szybkość wydzielenia się fazy γ_2 jest większa. Wydzielenia fazy γ_2 są drobne z powodu dużej częstości zarodkowania i małej szybkości dyfuzji. Odpuszczanie zahartowanych brązów aluminiowych w temperaturze poniżej 363°C po długich czasach wygrzewania prowadzi do powstania fazy α_2 [7, 8, 19, 72]. Według danych Delaey'a [72] powstanie fazy α_2 powoduje wzrost wydłużenia i spadek wytrzymałości stopów.

Dalsze badania przemian zachodzących podczas odpuszczania brązów aluminiowych oraz powstawania nadstruktur przeprowadzili przy użyciu mikroskopów optycznego i elektronowego Lefever i Delacy [54]. Ich zdaniem, podczas odpuszczania występuje pięć

różnych mechanizmów przemian, przy czym każdy z nich przebiega w pewnym zakresie stężeń i temperatur. Obszary te są pokazane na rys. 14, a przebieg przemian zachodzących w tych obszarach na rys. 15.



Rys. 14. Przemiany w brązach aluminiowych zachodzące podczas odpuszczania martenzytu β' wg [54]



β'_1 - martenzyt
 X - długookresowa metastabilna nadstruktura
 $\langle \beta'_1 \rangle$ - martenzyt o strukturze gęsto upakowanej
 \square^+ - obszary wzbogacone w Al
 (α) - przyeutektoidalna faza α
 α_2 - długookresowa stabilna nadstruktura
 \square^- - obszary wzbogacone w Cu
 $(\alpha + \gamma'_2)$ - eutektoid
 $\beta_{1,r}$ - płytkowa faza β_1
 α' - bainit
 $\beta_{1,r}$ - faza β wzbogacona w Al
 γ'_2 - przyeutektoidalna faza γ_2
 $\beta_{1,r}$ - rozetkowa faza β_1
 α^+ - różowa taza
 β'_2 - bogatszy w Cu martenzyt

Rys. 15. Przebieg przemian występujących podczas odpuszczania martenzytu β' wg [54].
Oznaczenie stref według rys. 14.

Obszar I jest ograniczony od góry linią a i można podzielić go na cztery części różniące się osiąganymi stanami równowagi: $\alpha + \alpha_2$, α_2 , $\alpha_2 + \gamma_2$ i $\alpha + \gamma_2$. Poniżej linii „a” martenzyt β'_1 jest nietrwały i bardzo szybko ulega przemianom. Wspólną cechą tych części jest to, że zachodzą w nich dwie przemiany fazowe przebiegające równolegle obok siebie: powstawanie długotrwałej nadstruktury - X oraz niewielka zmiana ułożenia płaszczyzn atomowych w strukturze martenzytu prowadząca do powstania fazy α_2 .

Metastabilna faza χ różni się od martenzytu tylko długo-
okresową nadstrukturą o okresie zmieniającym się w zależności
od składu w granicach od 4 do 6. Występuje w postaci cienkich
płytek o strukturze typu A1 lub A3. Faza χ nie jest nigdy wi-
doczna pod mikroskopem optycznym, a jej występowanie można
najłatwiej stwierdzić na dyfraktogramach poprzez pojawienie
się dodatkowych refleksów pochodzących od nadstruktury [54].

Faza α_2 ma strukturę podstawową DO_{22} i nadstrukturę
o okresie 4 w kierunku równoległym do $[100]_{FCC}$. Powstaje ona
w wyniku reakcji perytektoidalnej (po długich czasach odpusz-
czania) albo bezpośrednio z martenzytu przez zmianę kolejnoś-
ci ułożenia płaszczyzn i zmianę nadstruktury. Jeśli obszary
ze zmienioną kolejnością ułożenia płaszczyzn i z nadstrukturą
mają skład chemiczny fazy α_2 , to przemiana zachodzi bez udziału
innych faz. Jeśli zaś obszary te mają inny skład (są bogat-
sze lub uboższe w aluminium), to z martenzytu wydziela się naj-
pierw faza α lub γ_2 . Powstała faza, o zmienionej kolejności
ułożenia płaszczyzn i ze zmienioną nadstrukturą, staje się bo-
gatsza (\square^+) lub uboższa (\square^-) w aluminium osiągając skład
chemiczny zbliżony do fazy α_2 . Struktura jej wykazuje pojedyn-
cze błędy ułożenia i dyslokacje, które pozostały po dyslokacyj-
nym mechanizmie przemiany powodującej zmianę kolejności ułoże-
nia płaszczyzn.

Obszar II: w obszarze tym płytkowa faza β_1 , powstała z fa-
zy β'_1 , rozpada się na bainit, składający się z przesyconej fa-
zy α i bogatszej w aluminium fazy β_1 , lub na eutektoid ($\alpha + \gamma_2$)
Końcową strukturą równowagi jest, podobnie jak w obszarach III

do V, mieszanina faz α i γ_2 .

Obszar III: w obszarze tym w osnowie fazy β powstaje rozetkowa faza β_1 . Mechanizm odpuszczania nie różni się od rozpadu izotermicznego przechłodzonej fazy β_1 otrzymanej przez oziębienie fazy β do temperatur między 565°C i krzywą e. Krzywa d określa zakres uporządkowania.

Obszar IV: w obszarze tym jako pierwsza wydziela się przyeutektoidalna faza α , powodując tym samym znaczne wzbogacenie osnowy w aluminium. Wskutek silnego przesycenia i uporządkowania w osnowie pojawiają się wydzielenia "różowej" fazy α^+ o sieci A1. Powyżej 537°C z fazy α^+ wydziela się faza γ_2 , natomiast poniżej tej temperatury z różowej fazy α^+ tworzy się od razu mieszanina ($\alpha + \gamma_2$) oraz przejściowo faza β_1 , która z upływem czasu również rozpada się na mieszaninę faz ($\alpha + \gamma_2$).

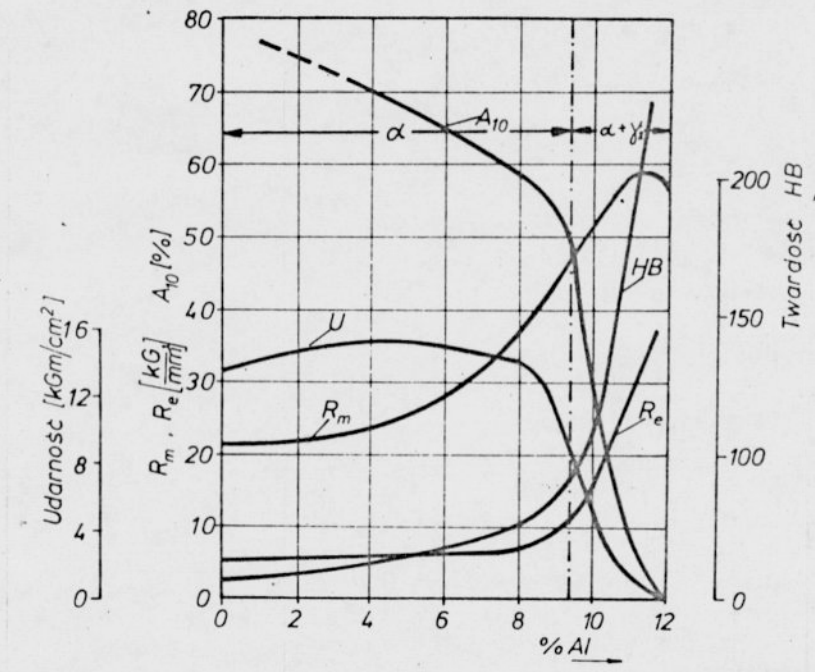
Obszar V: jest to obszar przejściowy, w którym z bogatszego w miedź martenzytu powstaje faza α^+ , a z ułożonej wzdłuż płytek martenzytu fazy β_1 powstaje faza γ_2 oraz mieszanina $\alpha + \gamma_2$.

Podsumowując wyniki badań Cope'a [7] Delaey'a i Lefevera [54] można stwierdzić, że prace te w znacznym zakresie są zbieżne. Bardziej nowoczesne techniki badawcze opisane w pracy [54] spowodowały, że uzyskane wyniki badań są dokładniejsze.

4. WŁASNOŚCI MECHANICZNE BRĄZÓW ALUMINIOWYCH

4.1. Własności dwuskładnikowych brązów aluminiowych

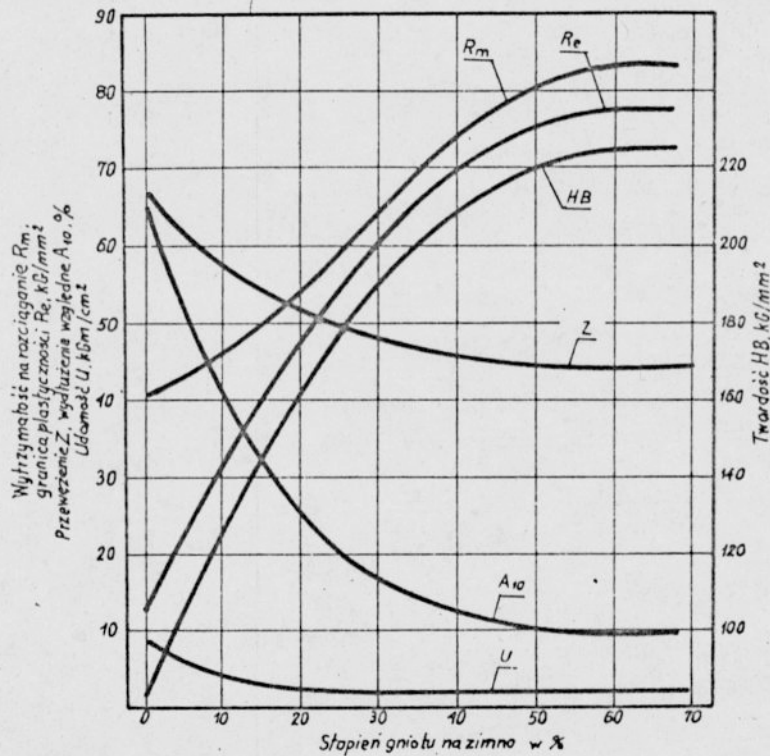
Własności mechaniczne stopów Cu-Al zależą w dużym stopniu od zawartości aluminium i związanej z tym zmiany ich struktury (rys. 16).



Rys. 16. Zmiana własności mechanicznych brązów aluminiowych w stanie litym, w zależności od zawartości aluminium [73]

Zgodnie z wykresem równowagi (rys. 1) brązy aluminiowe zawierające do 9,4% aluminium są jednofazowe. Zmiana zawartości aluminium od 0 do 9,4% powoduje wzrost wytrzymałości na rozciąganie (R_m), granicy plastyczności (R_e) i twardości (HB). Włas-

ności plastyczne (wydłużenie A_{10}) oraz udurowienie stopów (U) ulegają obniżeniu w mniejszym stopniu. Do grupy tych brązów należą dwa stopy przemysłowe oznaczone w PN-69/H-87050 znakami CuAl5(BA5) i CuAl7(BA7). Dzięki budowie jednofazowej charakteryzują się one dobrą odpornością na działanie korozji i dobrymi własnościami plastycznymi. Zmiany własności mechanicznych brązu aluminiowego zawierającego 5% Al w zależności od stopnia odkształcenia na zimno pokazano na rys. 17.



Rys. 17. Zmiany własności mechanicznych brązu aluminiowego zawierającego 5% Al w zależności od stopnia odkształcenia na zimno wg [75]

Wraz ze zwiększeniem zawartości aluminium powyżej 9,4% w strukturze brązów aluminiowych pojawia się twarda i krucha

faza γ_2 wchodząca w skład eutektoidu ($\alpha + \gamma_2$). Powoduje to wyraźny wzrost wytrzymałości na rozciąganie (R_m), granicy plastyczności (R_e) i twardości (HB) przy obniżeniu własności plastycznych (A_{10}). Zmiany te przebiegają proporcjonalnie do udziału eutektoidu ($\alpha + \gamma_2$) w strukturze tych stopów, aż do momentu utworzenia przez eutektoid ciągłej otoczki wokół ziarn fazy α . Następuje wtedy nagły spadek wytrzymałości na rozciąganie i granicy plastyczności. Optymalne skojarzenie własności mechanicznych brązów aluminiowych uzyskuje się przy zawartości około 10% Al. Ze względu na znaczną wytrzymałość i stosunkowo niskie własności plastyczne, do niejednofazowych brązów aluminiowych stosuje się obróbkę plastyczną na gorąco. Zmianę własności mechanicznych i fizykochemicznych brązów aluminiowych można uzyskać przez:

- wprowadzenie pierwiatków stopowych,
- obróbkę cieplną i cieplno-plastyczną.

4.2. Wpływ pierwiastków stopowych na własności brązów aluminiowych

Pierwiastki stopowe wprowadza się do brązów aluminiowych w celu zlikwidowania ich skłonności do tworzenia struktury gruboziarnistej oraz polepszenia własności mechanicznych. Często wykorzystuje się działanie modyfikujące dodatków stopowych, które tworząc nowe fazy międzymetaliczne o dużej dyspersji zapewniają uzyskanie struktury drobnoziarnistej.

Opierając się na badaniach Malcewa [76] rozróżnia się trzy mechanizmy działania modyfikatorów:

1. Wprowadzanie trudno topliwych cząstek, które spełniają rolę sztucznych zarodków krystalizacji, zwiększając ich ilość.

2. Wprowadzanie pierwiastków powierzchniowo aktywnych, które są adsorbowane przez powierzchnie rosnących kryształów. Powstała w ten sposób bariera zmienia szybkość krystalizacji.

3. Wprowadzanie pierwiastków wchodzących w reakcje z domieszkami w metalu. Powstałe w ten sposób związki, pozostające lub usuwane ze stopu, mogą zmienić charakter krystalizacji.

Otrzymane w wyniku modyfikowania brązy aluminiowe o strukturze drobnoziarnistej wykazują wzrost granicy plastyczności, zgodny z zależnością Halla-Petcha [77] potwierdzoną w pracy Speidla i Kostera [78].

Wielkość ziarna fazy β wywiera również wpływ na rozmiary igieł martenzytu β' . Badania Khana i Delaey'a [79] potwierdziły istnienie zależności Halla-Petcha między grubością płytek martenzytu a granicą plastyczności ($R_{0,2}$) oraz wytrzymałością na rozciąganie (R_m).

Dodatki stopowe wprowadzone do brązów aluminiowych mogą rozpuszczać się w roztworach stałych α i β , zmieniając nie tylko ich własności mechaniczne ale i fizyczne. Mogą również tworzyć z podstawowymi składnikami brązów aluminiowych związki międzymetaliczne, których obecność w stopie powoduje wzrost własności mechanicznych, jeśli są one w wystarczającym stopniu rozdrobnione.

Najczęściej dodawanymi dodatkami stopowymi do brązów aluminiowych są: żelazo, nikiel i mangan. Ich wpływ na strukturę

i własności dokładnie opisano w pracach [76, 80-85].

Z dostępnej literatury wynika, że do brązów aluminiowych wprowadza się również wiele innych metali oraz pierwiastków niemetalicznych. Bardzo korzystny wpływ wywierają chrom [86], krzem [87, 88], kobalt [89, 90], tytan [45, 91, 92] oraz inne pierwiastki, takie jak wapń, beryl, bor, cyrkon, cynk i metale ziem rzadkich. Z danych literaturowych wynika, że wpływ tytanu na strukturę i własności brązów aluminiowych jest zbadany w bardzo małym stopniu, a zawarte tam informacje są często sprzeczne. Dużo uwagi poświęca się badaniom stopów układu Cu-Ti które po przesyleniu i starzeniu wykazują wysokie własności mechaniczne [93-97]. Według Diesa [98] tytan - podobnie jak żelazo, chrom i cyrkon - wprowadzony w małych ilościach do stopów miedzi działa modyfikująco. Przypuszcza się, że podobne zmiany mogą występować również w jednofazowych brązach aluminiowych z dodatkiem tytanu. Na podstawie przeglądu literatury można sądzić, że wprowadzenie tytanu do brązów aluminiowych może doprowadzić do zmiany przebiegu przemian fazowych w powiązaniu z korzystnym wzrostem własności mechanicznych.

4.3. Wpływ obróbki cieplnej i cieplno-plastycznej na własności brązów aluminiowych

Obróbka cieplna brązów aluminiowych ma na celu otrzymanie określonej struktury, głównie pod kątem wielkości ziarn i składu fazowego oraz wymaganych własności mechanicznych. Polega ona na hartowaniu z obszaru występowania fazy β , w celu otrzymania struktury martenzytycznej i odpuszczaniu w odpowiednio

dobranych temperaturach. Dobór temperatury i czasu wygrzewania przed hartowaniem oraz podczas odpuszczania decyduje o uzyskanych własnościach mechanicznych [7, 99].

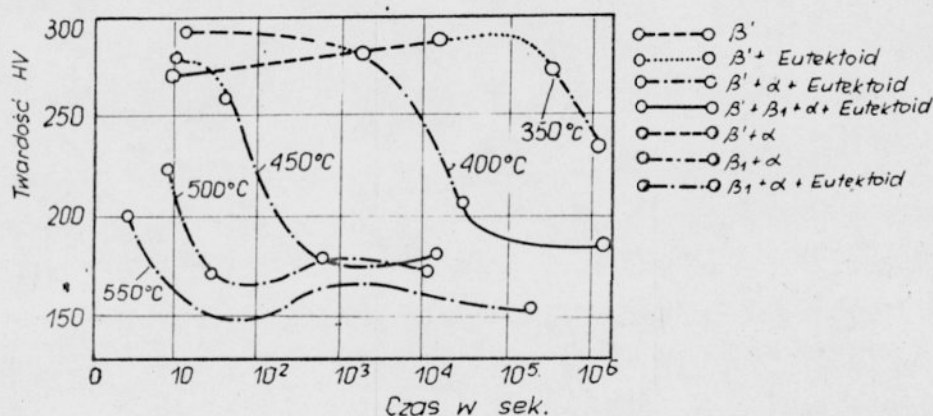
Na wytrzymałość martenzytu w stopach Cu-Al według Speidela i Warlimonta [48] ma wpływ umocnienie spowodowane:

- atomami rozpuszczonymi,
- uporządkowaniem,
- defektami sieciowymi,
- wydzieleniami koherentnymi.

Teoretyczna wartość granicy plastyczności obliczona przez tych autorów w przypadku umocniającego działania wszystkich wspomnianych czynników, jest większa niż obliczona przez Köstera i Speidela [78] na podstawie zależności Halla-Petcha dla jednofazowych brązów aluminiowych. Khan i Delaey [79] wykazali że rozbieżności te są spowodowane błędami ekstrapolacji wartości uzyskanych dla roztworu stałego α . Zdaniem Furrera i Warlimonta [50] umocnienie martenzytu zależy od uporządkowania fazy β jeszcze przed przemianą martenzytyczną. Niewielkie domeny uporządkowanej fazy β_1 powodują umocnienie fazy β , które zostaje zachowane w martenzycie β' . Największe umocnienie wykazują stopy zawierające około 10,5% Al po zahartowaniu od temperatur 800-900°C [50, 99]. Dodatki stopowe wprowadzane do brązów aluminiowych przyczyniają się w większości przypadków do wzrostu własności mechanicznych martenzytu.

Po hartowaniu brązy aluminiowe poddaje się odpuszczaniu, podczas którego powstają struktury o budowie drobnoziarnistej, opisane już w rozdziałach poprzednich. Zmiany struktury prowa-

dzą do zmian własności mechanicznych. Odpuszczanie przeprowadza się najczęściej poniżej temperatury przemiany eutektoidalnej, głównie w celu polepszenia własności mechanicznych. Charakter zmian struktury zależy przede wszystkim od składu chemicznego obrabianych cieplnie stopów. Wpływ czasu i temperatury odpuszczania na twardość i strukturę brązu aluminiowego o zawartości 10,3% Al pokazano na rys. 18 (za pracą [7]).



Rys. 18. Wpływ czasu i temperatury odpuszczania na twardość i strukturę brązu aluminiowego zawierającego 10,3% Al [7]

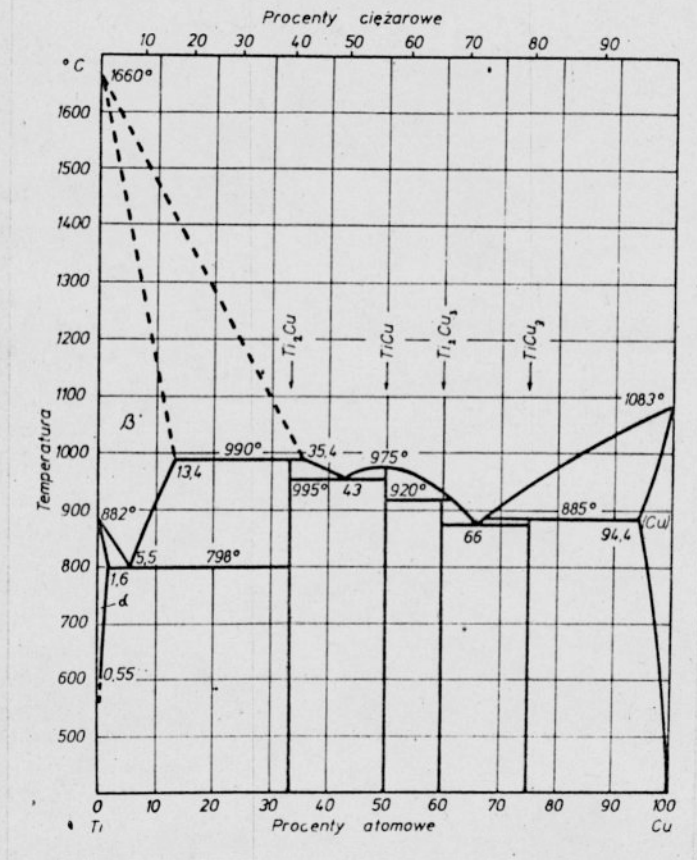
Dość często wieloskładnikowe brązy aluminiowe po zahartowaniu odpuszczają się w temperaturach wyższych niż temperatura przemiany eutektoidalnej. Powstała struktura jest drobną mieszaniną faz α i β , zapewniającą dobrą ciągliwość i udar-

ność. Podobne własności uzyskuje się po obróbce cieplnej polegającej na wygrzaniu stopów w obszarze występowania fazy β , powolnym ochłodzeniu do temperatury nieco wyższej niż temperatura przemiany eutektoidalnej i oziębieniu w wodzie.

Znaczną poprawę własności mechanicznych brązów aluminiowych można uzyskać stosując obróbkę cieplno-plastyczną (OCP). Ze względu na duże podobieństwo przemian fazowych zachodzących w dwufazowych brązach aluminiowych i w stalach, sposób prowadzenia OCP dla tych materiałów jest podobny [100,101].

5. UKŁAD Cu-Ti

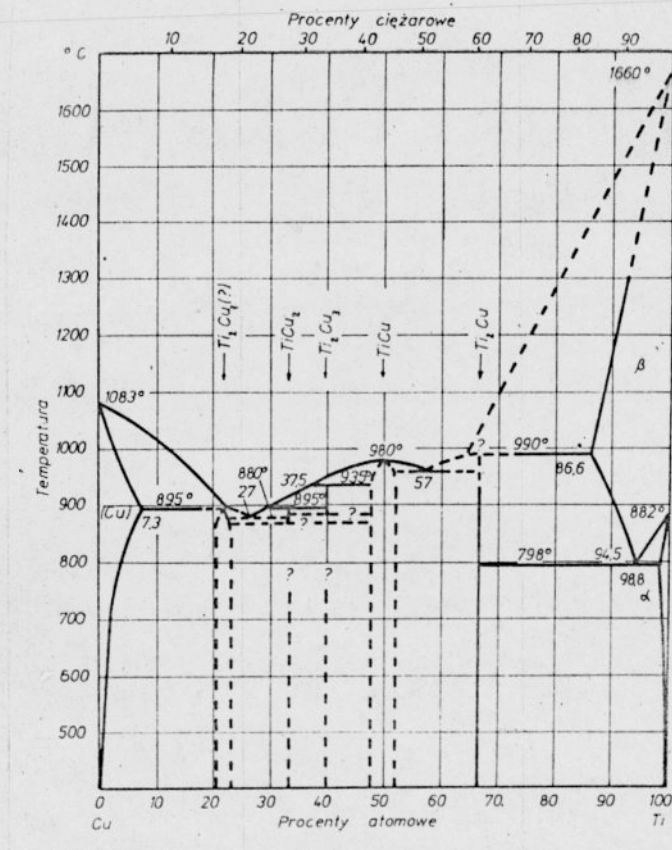
Wykres równowagi Cu-Ti przedstawiony na rys. 19 został opracowany przez Hansena i Anderkę [1] głównie na podstawie prac [102, 103, 104]. Wykres ten ulegał kolejnym modyfikacjom wynikającym z zastosowania dokładniejszych metod badawczych.



Rys. 19. Wykres równowagi układu Cu-Ti [1]

Pierwszą wersję układu Cu-Ti uznanego dziś za prawidłowy podał Trzebiatowski [105]. Wykres ten wraz z późniejszymi nie-

wielkimi zmianami pokazano na rys. 20.

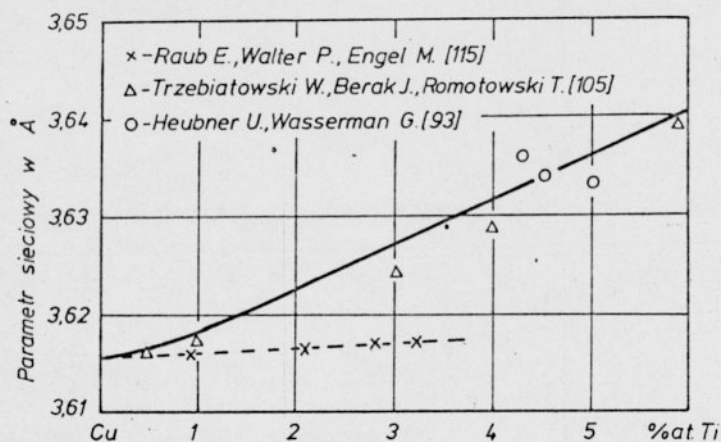


Rys. 20. Wykres równowagi układu Cu-Ti [106]

Na podstawie dotychczasowych badań można stwierdzić, że układ Cu-Ti nie jest jeszcze dokładnie poznany. Świadczy o tym występowanie obszarów o zmniejszonej pewności oznaczonych na wykresie „?” oraz kwestionowanie istnienia, powstającej w wyniku reakcji perytektycznej, fazy Ti_2Cu_7 [106]. Jak widać z przedstawionych na rys. 19 i 20 wykresów, w układzie równowagi Cu-Ti występują trzy trwałe fazy międzymetaliczne Ti_2Cu , $TiCu$ i $TiCu_3$ oraz dwie nietrwałe: Ti_2Cu_3 i $TiCu_2$. Dokładną charakterystykę tych faz podano w pracach [1, 106, 107].

Warunki powstawania i cechy charakterystyczne fazy Ti_2Cu_7 omówiono w pracach [94, 109].

W ostatnich latach ukazało się wiele prac dotyczących układu Cu-Ti [110-114], przy czym opisane w nich badania miały w większości przypadków na celu określenie linii granicznej rozpuszczalności fazy Cu_3Ti w fazie α . Faza ta jest roztworem stałym podstawowym tytanu w miedzi, o sieci sześciennej płaskocentrowanej typu A1. Parametr sieciowy roztworu stałego α w zależności od zawartości tytanu został określony w pracach [93, 105, 115]. Wyniki badań zestawiono na rys. 21.

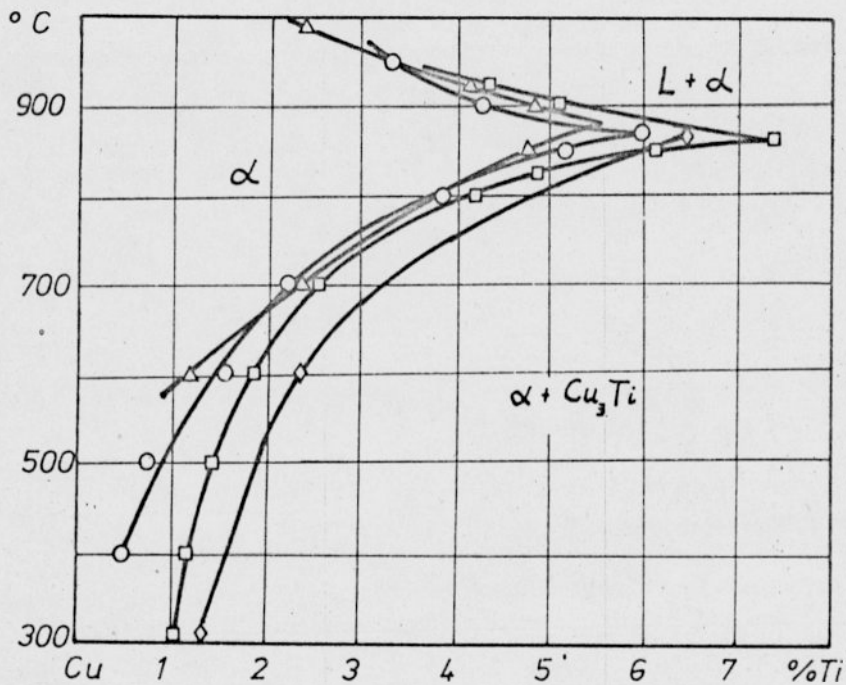


Rys. 21. Zmiany parametru sieciowego roztworu stałego w zależności od procentowej zawartości tytanu wg [93].

Jak widać z przedstawionego wykresu, wartości parametru sieciowego wyznaczone przez poszczególnych autorów, różnią się od siebie dość znacznie.

Dokładny przebieg zmian rozpuszczalności fazy Cu_3Ti w roz-

tworze stałym α , mimo wielu prac poświęconych temu zagadnieniu, nie został również dokładnie zbadany i jednoznacznie określony. Zestawienie wyników badań rozpuszczalności tytanu w miedzi pokazano na rys. 22, w oparciu o prace [105, 112, 115].



Rys. 22. Zestawienie wyników badań rozpuszczalności tytanu w miedzi: \square - wg Wigdorowicza, Malcewa i Krestownikowa [112]; \diamond - wg Trzebiatowskiego, Beraka i Romatowskiego [105]; \circ - wg Rauba, Waltera i Engela, otrzymane metodami rentgenowskimi; \triangle - otrzymane metodami mikroskopowymi [115]

Wyniki zmian rozpuszczalności tytanu w miedzi opracowane przez autorów prac [94, 105, 112, 115, 117-119] zestawiono w tabeli 1.

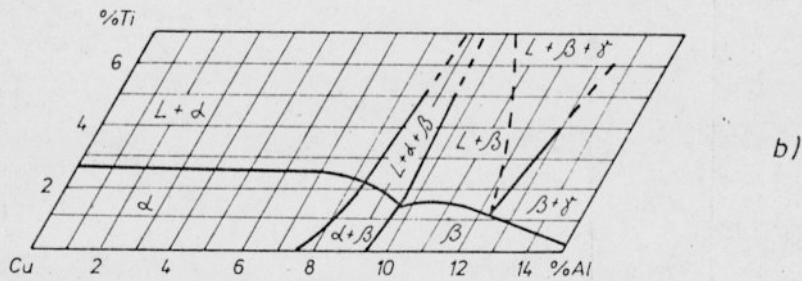
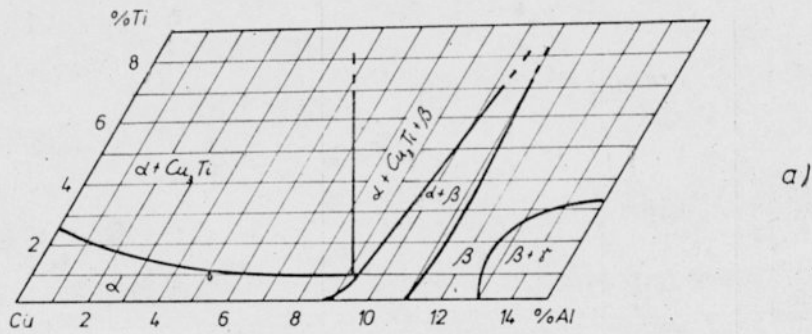
T a b e l a 1

Tempe- ratura [°C]	Rozpuszczalność Ti w Cu w % at						
	[94]	[105]	[112]	[115]	[117]	[118]	[119]
1000	-	-	-	-	-	3,0	-
950	-	-	4,5	-	-	7,0	-
900	-	-	6,7	-	-	-	-
temp.eutekt	7,3	7,0	9,6	-	-	-	-
850	5,2	6,0	7,9	5,0	-	6,8	6,5
800	3,9	5,0	5,6	3,9	-	4,7	5,5
700	2,0	-	3,3	2,35	1,7	2,4	3,2
600	1,1	-	2,5	1,45	1,0	1,1	1,25
500	0,6	-	2,0	0,8	0,5	-	0,53
400	0,26	-	1,6	0,5	0,35	-	0,20
300	0,20	-	1,5	-	-	-	0,13

[] - nr pozycji w zestawieniu literatury.

6. UKŁAD Cu-Al-Ti

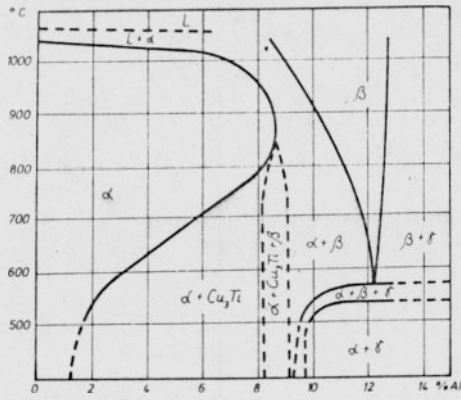
Układ trójskładnikowy Cu-Al-Ti nie został do chwili obecnej dokładnie zbadany. Wigdorowicz ze współpracownikami [112] sporządzili izotermiczne przekroje wykresu równowagi Cu-Al-Ti dla temperatur 25, 500, 600, 700, 800, 850, 900 i 980°C. Zawartość aluminium w badanych stopach zmieniała się w granicach od 0 do 14%, a zawartość tytanu od 0 do 7%. Niektóre z wykresów opracowanych dla temperatur 700°C i 980°C pokazano na rys. 23.



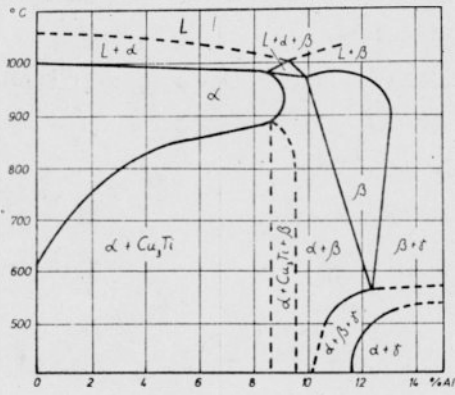
Rys. 23. Izotermiczne przekroje wykresu równowagi Cu-Al-Ti dla temperatur 700°C (a) i 980°C (b) [112]

Na podstawie wykresów izotermicznych sporządzono również przekroje stężeniowe układu równowagi Cu-Al-Ti dla 1,2 i 3% Ti. Przekroje te, pokazane na rys. 24, dają dla temperatur powyżej 500°C jedynie ogólny pogląd na zakresy występowania i rodzaje poszczególnych faz.

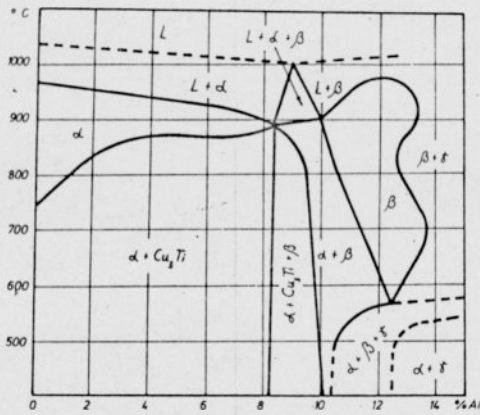
W roku 1962 Panseri i Leoni [120] opublikowali wyniki swych prac dotyczące badań układu równowagi Cu-Al-Ti. Posługując się jedynie badaniami mikroskopowymi oraz pomiarami twardości sporządzili oni przekroje izotermiczne i stężeniowe układu Cu-Al-Ti dla zawartości aluminium zmieniającej się od 0 do 10% i tytanu od 0 do 4%. Niektóre z tych wykresów pokazano na rys. 25 i 26.



a)

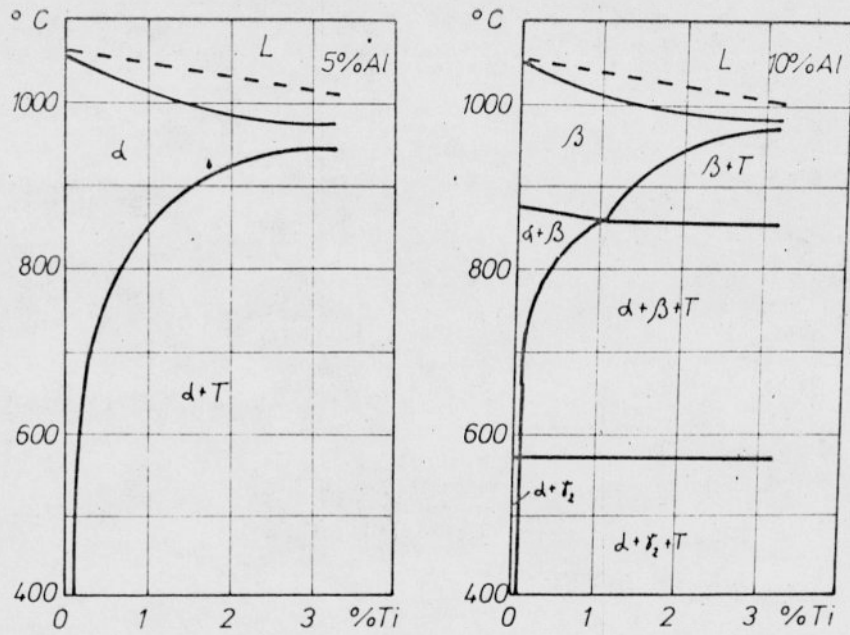


b)

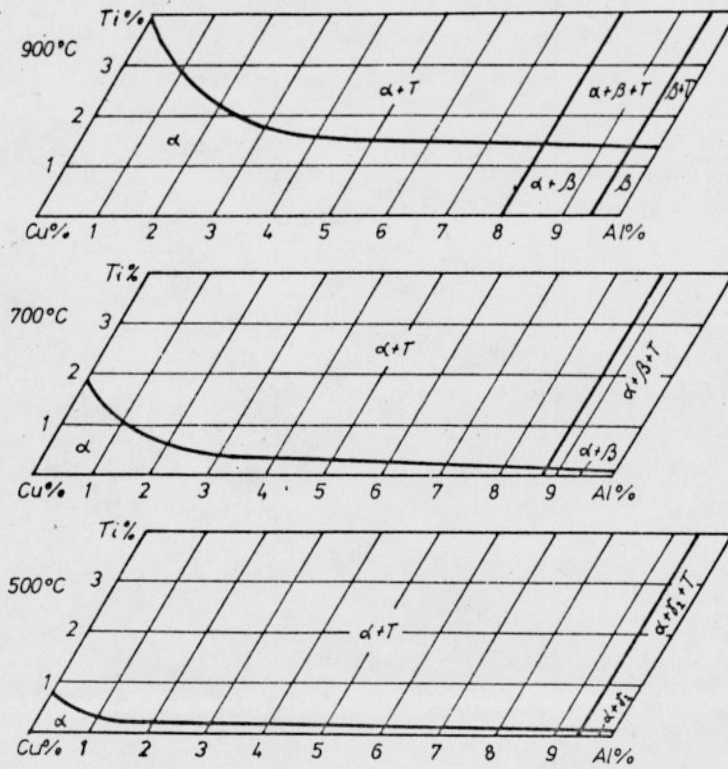


c)

Rys. 24. Przekroje stężeniowe układu Cu-Al-Ti: a - 1% Ti, b - 2% Ti, c - 3% Ti [112]



Rys. 25. Przekroje stężeniowe Cu-Al-Ti dla zawartości: a - 5% Al, b - 10% Al [120]



Rys. 26. Przekroje izotermiczne układu Cu-Al-Ti wg [120]

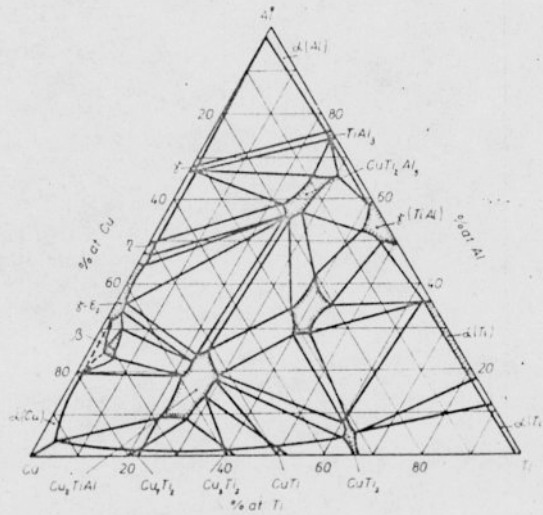
Z porównania omawianych prac [112] i [120] wynikają znaczne rozbieżności zarówno co do zakresów stężeń, jak i temperatur występowania poszczególnych faz i struktur. Zastosowane, dość ubogie metody badań pozwalają przypuszczać, że rozbieżności te były spowodowane małą dokładnością tych metod. Poważne zastrzeżenia budzi również sposób określenia fazy tytanowej, którą Panseri i Leoni oznaczyli jedynie jako fazę T, a Wigdorowicz ze współpracownikami - jako związek Cu_3Ti nie przedstawiając wyników badań rentgenograficznych.

Virdis i Zwicker [109] przeprowadzili dość systematyczne badania układu Cu-Al-Ti w powiązaniu z układami podwójnymi Ti-Al, Cu-Al i Cu-Ti. Badając struktury i wyznaczając temperatury topnienia określili równowagi fazowe w tych stopach. Autorzy ci stwierdzili istnienie trzech faz potrójnych, wzmiankowanych we wcześniejszych badaniach Ramana i Schuberta [121]. Faza Cu_2TiAl o strukturze $L2_1$ została oznaczona jako T_1 , fazę Cu-Ti-Al o strukturze typu C14 oznaczono jako T_2 . Trzecia faza o przybliżonym składzie stechiometrycznym CuTi_2Al_5 i strukturze $L1_2$ została oznaczona jako T_3 . Charakterystyczne cechy tych faz zestawiono w tabeli 2 wg pracy [109].

T a b e l a 2

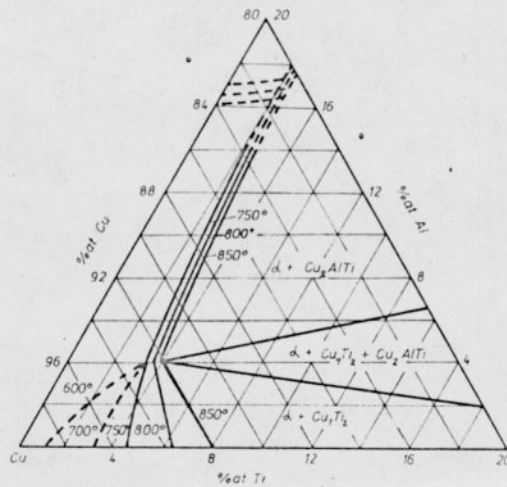
	HV ₁₀ stan lany [kG/mm ²]	Parametr sieciowy [Å]	Barwa w stanie polero- wanym	Temp. topnie- nia [°C]	Zachowanie w świetle spolaryzo- wanym .
T ₁ Cu ₂ TiAl	433	L2 a = 6.01	jasno- szara	1125	zmiana, słabo, jas- noczerwona szaronie- bieska
T ₂ CuTiAl	673	C14 a = 5.00 c/a=1.62	jasno- szara, jaśniej- sza niż T ₁	1150	zmiana, słabo, jas- noszaro- zielonosza- ra
T ₃ CuTi ₂ Al ₅	221	L1 a=3.927	jasno- szaro- brązowa	1350	bez zmiany

W badaniach układu Cu-Al-Ti autorzy szczególną uwagę zwrócili na stopy zawierające wysokie zawartości tytanu. Przekrój izotermiczny opracowanego przez nich układu Cu-Al-Ti dla całego zakresu stężeń w temperaturze 540°C pokazano na rys. 27.



Rys. 27. Przekrój izotermiczny układu Cu-Al-Ti w temperaturze 540°C wg [109]

• Zmiany rozpuszczalności aluminium i tytanu w miedzi w zależności od temperatury zilustrowano na rys. 28.

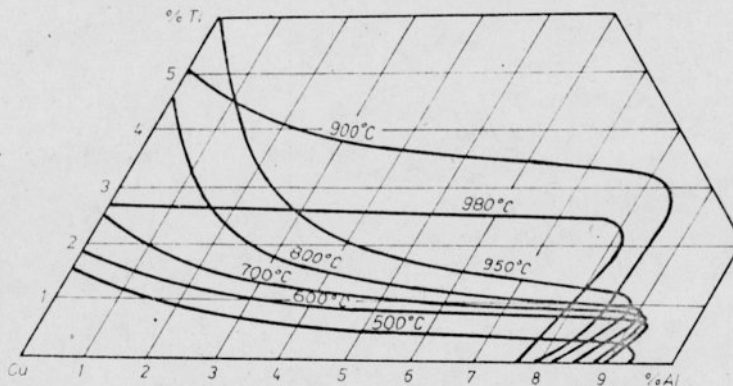


Rys. 28. Zmiany rozpuszczalności w układzie Cu-Al-Ti od strony bogatej w miedź wg [109]

Z wykresu tego wynika, że rozpuszczalność fazy Cu_2TiAl w fazie α nie ulega większym zmianom. Granice obszaru $\alpha + \text{Cu}_2\text{Ti} + \text{Cu}_2\text{AlTi}$ nie zmieniają się z temperaturą. W odróżnieniu od tego rozpuszczalność fazy Cu_7Ti_2 w fazie α zmienia się w dość szerokich granicach. Maleje ona od wartości 8% at w temperaturze 850°C do ok. 4% at w temperaturze 750°C . Zmiany te ulegają jednak wyraźnemu zmniejszeniu wraz ze wzrostem zawartości aluminium w stopie.

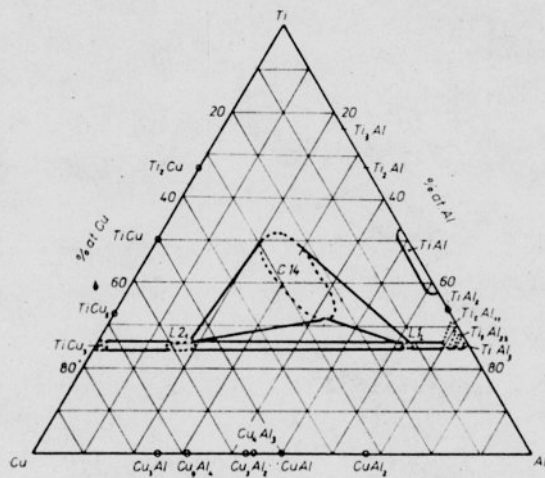
Na podstawie tych informacji można stwierdzić, że potrójna faza T_1 nie wykazuje wyraźnej zmiany rozpuszczalności w fazie α (Cu) lub zmiana ta jest bardzo mała.

Podobnym zagadnieniem, dotyczącym zmiany rozpuszczalności aluminium i tytanu w miedzi, zajmował się również Wigdorowicz z współpracownikami [112]. Opublikowane przez nich wykresy (rys. 29) znacznie się jednak różnią od danych zawartych w pracy [109].



Rys. 29. Rozpuszczalność aluminium i tytanu w miedzi w różnych temperaturach wg [112]

Badania struktur typu Ti_3Al prowadzili również Raman i Schubert [121]. W układzie potrójnym Cu-Al-Ti (rys. 30) stwierdzili istnienie faz Ti_5Al_{11} i Ti_9Al_{23} , których nie wykryli Viridis i Zwicker [112]. Obszary występowania oraz budowa krystalograficzna faz T_1 , T_2 , T_3 pokrywają się dość dokładnie z danymi zawartymi w pracy [109].



Rys. 30. Zakresy występowania struktur typu Ti_3Al w układzie Cu-Al-Ti w temperaturze $800^{\circ}C$ wg [121]

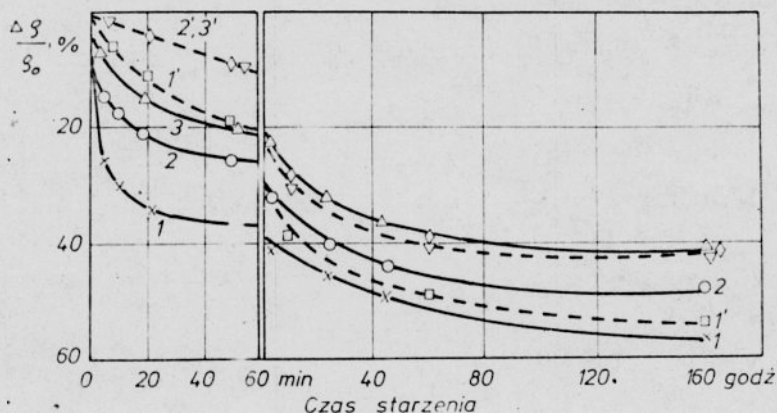
7. PRZEMIANY FAZOWE W UKŁADZIE Cu-Al-Ti

Badaniom przemian fazowych w stopach Cu-Al-Ti poświęciło uwagę niewielu badaczy, a opracowane przez nich informacje nie obejmują całości zagadnienia. Virdis i Zwicker [109], opierając się na badaniach przeprowadzonych za pomocą mikroskopu optycznego, opracowali schematy przemian zachodzących w układzie potrójnym Cu-Al-Ti. Głównym celem tych badań było scharakteryzowanie i zbadanie przemian, w których biorą udział fazy: Cu_2TiAl , CuTiAl i CuTi_2Al_5 . Nie uwzględniając przemian fazowych w układzie brzegowym miedź-aluminium, w układzie potrójnym powyżej temperatury 500°C autorzy ci stwierdzili istnienie 21 przemian czterofazowych, w których bierze udział faza ciekła i 2 przemiany czterofazowe, w których biorą udział tylko fazy stałe. Zakresy temperatur przemian fazowych były określane na podstawie pomiarów temperatur topnienia oraz podczas długotrwałego wyżarzania.

Korotajew ze współpracownikami [123] badali kinetykę przemian zachodzących w przesyconych stopach $\text{Cu} + 2,3\%\text{Ti}$ z dodatkiem aluminium od 1 do 5%. Z badań tych wynika, że podczas starzenia stopów zawierających poniżej 2% aluminium wewnątrz ziarn następuje spinodalny rozpad przesyconego roztworu stałego z utworzeniem stref Guinera. Charakter zachodzących zmian jest podobny do przemian występujących w układzie podwójnym Cu-Ti. W stopach trójskładnikowych Cu-Al-Ti zawierających 2,3%Ti oraz 3 do 5% Al oprócz rozpadu spinodalnego występuje również rozpad dwufazowy połączony z zarodkowaniem nowej fazy, której autorzy

ci nie zidentyfikowali. Udział tej fazy zwiększa się wraz z podwyższeniem temperatury starzenia. Autorzy ci nie potrafili również określić składu stechiometrycznego nowo powstałej fazy.

We wspomnianej pracy [123] opisano również wpływ odkształcenia plastycznego na przebieg procesów wydzielania zachodzących podczas starzenia przesyconych stopów. Stwierdzono, że odkształcenie plastyczne praktycznie nie ma wpływu na kinetykę przemian stopów zawierających 1 i 2% aluminium. Natomiast w stopach zawierających 3 i 5% aluminium stwierdzono znaczne przyspieszenie rozpadu przesyconego roztworu. Fakt ten tłumaczą autorzy obniżeniem barier energii aktywacji zarodkowania dzięki powstawaniu zarodków nowej fazy na defektach budowy krystalicznej. Kinetykę zmian oporności właściwej badanych przez Korotajewa z współpracownikami [123] stopów Cu-Al-Ti podczas starzenia w temperaturze 340°C pokazano na rys. 31.



Rys. 31. Przebieg zmian oporności właściwej stopów Cu-Al-Ti zawierających 2, 3% Ti; podczas starzenia w temperaturze 340°C [123]: 1, 2, 3 - stopy zawierające odpowiednio 1, 3 i 5% Al po zahartowaniu, 1', 2', 3' - stopy zawierające 1, 3 i 5% Al po zahartowaniu i 20% zgnioście na zimno

W pracy tej badano również za pomocą pomiarów zmian oporności właściwej przebieg nawrotu w stopach Cu-Al-Ti. Stwierdzono, że całkowity nawrót występuje jedynie w stopie zawierającym 2,3%Ti i 5%Al, po wygrzewaniu w temperaturze 340°C przez 6 godzin. Badając procesy starzenia metodami rentgenograficznymi, autorzy [123] stwierdzili pojawienie się dodatkowych refleksów satelitów wokół linii (430) i (311), które nie wpływają jednak na zmianę średniej wartości parametru sieciowego badanych stopów trójskładnikowych.

Kubiak [91] badał przebieg przemian fazowych w stopie zawierającym 11% aluminium i 1% tytanu. Po przeanalizowaniu wyników swoich badań, autor sformułował następujące wnioski:

- W brązach aluminiowych zawierających dodatek tytanu powstaje trójskładnikowa faza międzymetaliczna na bazie związku Cu_2AlTi . Faza ta krystalizuje w układzie regularnym o sieci $L2_1$ i parametrze $a = 6,005 \text{ \AA}$. Mikrotwardość tej fazy wynosi $HV=430 \text{ kg/mm}^2$ i jest ona trwała aż do temperatury topnienia stopu.

- Dodatek tytanu w ilości 1% obniża temperaturę przemiany eutektoidalnej $\beta \rightarrow \alpha + \gamma_2$ o ok. 8-10°C, a punkt eutektoidalny zostaje przesunięty do 12-12,2% aluminium. Powstający eutektoid wykazuje budowę ziarnistą.

- Hartowanie z zakresu występowania fazy β powoduje, podobnie jak w dwuskładnikowych stopach Cu-Al, powstanie martenzytu β' .

- Rozpuszczalność tytanu w wysokotemperaturowej fazie β jest stosunkowo nieduża i rośnie z podwyższaniem temperatury.

- Po hartowaniu z temperatur 900°C i wyższych obok wydzieleń pierwotnych występują w strukturze dyspersyjne cząstki fazy Cu_2AlTi , które powstają w procesie chłodzenia w wyniku zmiany rozpuszczalności tytanu w fazie β .

- W zakresie poniżej obszaru $\beta + \text{Cu}_2\text{AlTi}$ a powyżej przemiany eutektoidalnej, podobnie jak w stopach dwuskładnikowych, oprócz fazy β występuje również faza α . Faza α powstająca w wyższych temperaturach ma charakter iglasty, a w niższych temperaturach formę równoosiowych ziarn.

8. PRZEMIANY W FAZIE α UKŁADU Cu-Ti

Badaniom przemian zachodzących podczas starzenia przesyconej fazy w stopach Cu-Ti poświęcono wiele prac [94, 113, 114, 124-126]. Jednak ze względu na dość kontrowersyjną interpretację procesów starzenia zachodzących w przesyconych stopach, a zwłaszcza mechanizmu i przebiegu starzenia wiele zagadnień nie wyjaśniono jeszcze całkowicie. Współczesne teorie rozróżniają dwa sposoby rozpadu przesyconych roztworów stałych na podstawie miedzi: rozpad spinoidalny i dwufazowy.

Böhm [127, 128] wykazał, że sposób rozpadu w stopach miedzi zależy od promienia atomowego składnika rozpuszczonego, temperatury w jakiej odbywa się rozpad oraz od stopnia przesylenia roztworu stałego. Jeśli różnica promieni atomowych miedzi i składnika rozpuszczonego jest większa niż 11%, wtedy rozpad roztworu stałego odbywa się w sposób dwufazowy. Przy mniejszej róż-

nicy promieni atomowych rozpad ma charakter spinodalny.

Wg Böhma [128] i Hässlera [129] rozpad spinodalny zachodzi w stopach: Cu-Cr, Cu-Mg, Cu-P, Cu-Si, Cu-Mn, Cu-Co, Cu-Fe, Cu-Co-Be i Cu-Ni-Si.

Rozpad dwufazowy występuje w następujących stopach miedzi: Cu-Al, Cu-Ti, Cu-Cd, Cu-Be, Cu-Ag, Cu-Mg, Cu-In, Cu-Sb, Cu-Sn, Cu-Mn-Ni i Cu-Ag-Ni.

Według Kaczmarza [130] wprowadzenie trzeciego składnika do stopów miedzi może zmienić charakter rozpadu przesyconego roztworu stałego z dwufazowego w spinodalny, co pozwala na uzyskanie wyższych własności mechanicznych.

Korotajew z współpracownikami [131] stwierdzili, że starzenie stopów Cu-Ti w zakresie temperatur 350-450°C powoduje wzrost ich oporności właściwej oraz wytrzymałości na rozciąganie. Badania rentgenograficzne początkowych etapów starzenia, zachodzących w temperaturach 350-400°C, wykazały powstawanie obszarów wzbogaconych w tytan, sprzężonych koherentnie z osnową i dających dodatkowe refleksy rozmyte satelity na rentgenogramach [94, 113, 114, 131]. Przedłużenie czasu lub podwyższenie temperatury starzenia do 450-500°C powoduje pojawienia się w miejscach występowania rozmytych satelitów, refleksów świadczących o utworzeniu fazy pośredniej α' o sieci tetragonalnej. W pracach [94, 113] określono parametry sieciowe tej fazy, które wynoszą $a = 3,69 \pm 0,01 \text{ \AA}$; $c = 3,62 \pm 0,01 \text{ \AA}$; $c/a = 0,98$. Wraz z pojawieniem się na rentgenogramach refleksów pochodzących od fazy α' , średni parametr sieciowy osnowy - fazy α - zaczyna

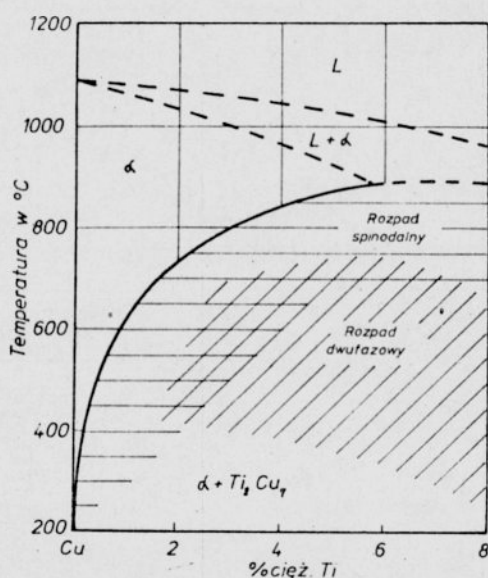
się zmniejszać i osiąga wartość $3,620 \text{ \AA}$, tj. wartość zbliżoną do parametru sieciowego fazy pośredniej α' . Pozwala to na uzyskanie pełnego sprzężenia sieci α i α' w kierunku równoległym do osi C. W kierunkach równoległych do pozostałych osi sprzężenie to jest tylko częściowe i powoduje powstawanie dodatkowych refleksów na rentgenogramach wzdłuż kierunków $\langle 110 \rangle$ osnowy. Zależność orientacji krystalograficznej faz α i α' jest następująca: $\{100\}_{\alpha'} \parallel \{100\}_{\alpha} [132]$.

W pracach [126, 133, 134] przedstawiono wyniki badań rozpadu przesyconych stopów Cu-Ti za pomocą mikroskopu elektronowego. Badania te wykazały, że w początkowym stadium starzenia (300°C) obszary wzbogacone w tytan mają rozmiary $80-100 \text{ \AA}$, a ich rozmieszczenie w osnowie jest chaotyczne. Po podwyższeniu temperatury starzenia do 450°C , w miarę wzrostu rozmiarów tych obszarów (do $150-200 \text{ \AA}$), w ich rozmieszczeniu pojawia się uporządkowanie. W zakresie temperatur $450-500^{\circ}\text{C}$ faza α' przyjmuje kształt wydłużonych wydzielen wzdłuż kierunku $\langle 100 \rangle$.

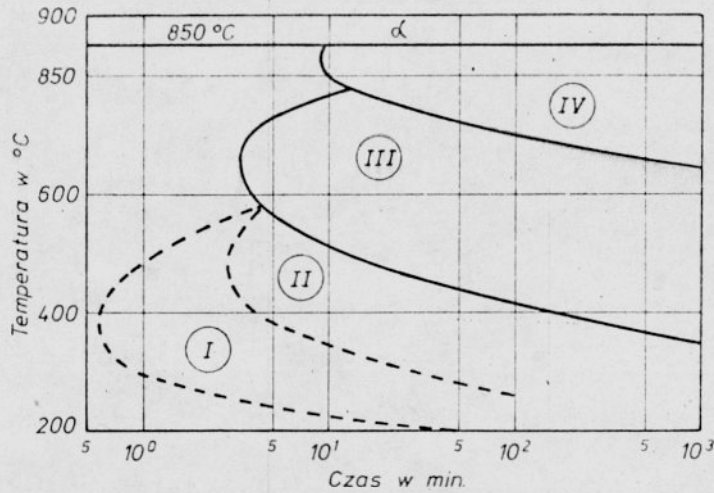
Powstawanie stabilnej fazy β zostało dokładnie opisane w pracach [93, 135]. Stwierdzono, że proces ten przebiega intensywnie w zakresie temperatur $550-800^{\circ}\text{C}$. Informacje o składzie stechiometrycznym tej fazy są jednak sprzeczne. Według pracy [113] faza ta ma skład zbliżony do związku międzymetalicznego Cu_3Ti o sieci ortorombowej i parametrach: $a = 2,59 \text{ \AA}$, $b = 4,515 \text{ \AA}$ i $c = 4,322 \text{ \AA}$. Zdaniem autorów prac [94, 118] jest to związek międzymetaliczny o wzorze stechiometrycznym Cu_2Ti_7 , a według pracy [136] - Cu_4Ti . Wszyscy wymienieni autorzy są jednak zgod-

ni, że w zakresie temperatur 500-600°C faza β powstaje w następstwie dwufazowego rozpadu, tworząc kolonie quasi-eutektoidu na granicach ziarn. W temperaturach 700-800°C powstaje ona w sposób spinodalny i wykazuje budowę płytkową z cechami struktury Widmanstättena. W pracy [126] stwierdzono możliwość powstania fazy β bezpośrednio z cząstek fazy α' .

Na wykresach opracowanych przez Zwickera [94] rys. (32 i 33) przedstawiono zakresy temperatur i składów stopów Cu-Ti, w których występuje omówiony rozpad. Linia granicznej rozpuszczalności tytanu w miedzi została określona na podstawie pomiarów przewodności elektrycznej.

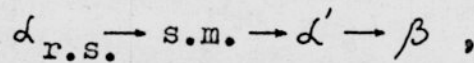


Rys. 32. Zakresy występowania procesów rozpadu spinodalnego i dwufazowego w przesyconych stopach Cu-Ti wg [94]



Rys. 33. Wykres izotermicznego rozpadu fazy α w stopie Cu-Ti zawierającym 4,3%Ti wg [94]: obszar I - wstępny etap powstawania metastabilnej fazy tetragonalnej, obszar II - początek wydzielania metastabilnej fazy tetragonalnej, obszar III - początek rozpadu dwufazowego, obszar IV - początek rozpadu spinodalnego.

Tak więc w świetle opisanych badań przebieg przemian zachodzących podczas starzenia przesyconych stopów Cu-Ti można przedstawić w sposób następujący [97]:

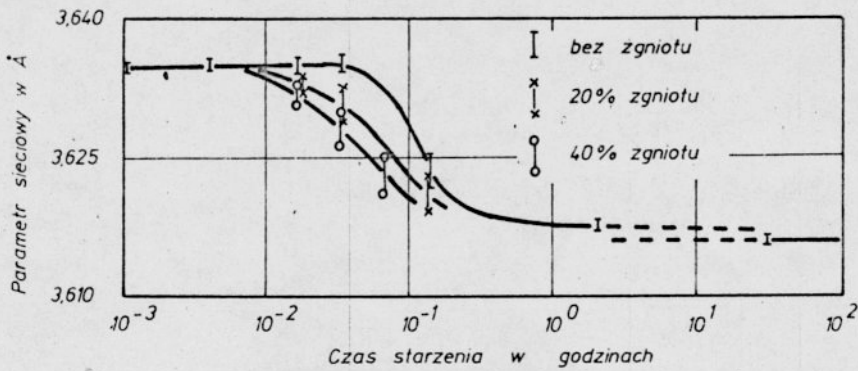


gdzie:

- $\alpha_{r.s.}$ - roztwór stały tytanu w miedzi,
- s.m. - struktura modulowana,
- α' - faza pośrednia o budowie tetragonalnej,
- β - faza równowagowa (Cu_3Ti lub Cu_2Ti_7 albo Cu_4Ti).

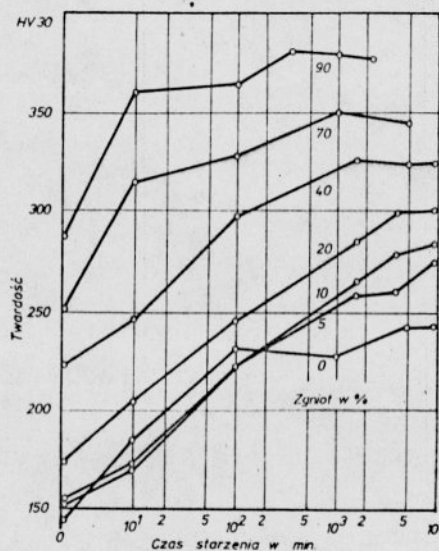
Stopy Cu-Ti poddaje się często obróbce cieplno-plastycznej w celu podwyższenia własności mechanicznych. Obróbka ta pozwala na znaczne zwiększenie twardości i wytrzymałości na rozciąganie przy niewielkim obniżeniu wydłużenia i przewodności elektrycznej. Badania takie były prowadzone przez autorów prac [93, 94, 123].

Heubner i Wassermann [93] stwierdzili wyraźną zmianę parametru sieciowego podczas starzenia przesyconych i zgniecionych na zimno stopów Cu-Ti, w zależności od stopnia odkształcenia. Zmiany te pokazano na rys. 34.



Rys. 34. Zmiana parametru sieciowego próbek stopu Cu-Ti 4,6% podczas starzenia w temperaturze 500°C po przesycaeniu i zgnieciu na zimno [93]

Wykres na rys. 35, opracowany przez Zwickera [94], ilustruje przebieg zmian twardości stopu Cu-Ti w zależności od stopnia odkształcenia plastycznego i czasu starzenia.



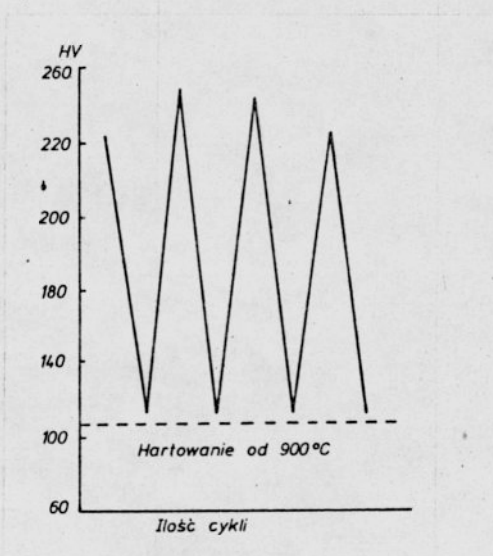
Rys. 35. Wpływ stopnia odkształcenia i czasu starzenia na twardość stopu zawierającego 4,3%Ti starzonego w temperaturze 375°C wg [94]

Największa twardość próbek stopów Cu-Ti występuje po starzeniu w zakresie temperatur 375-400°C [94]. Maksymalne własności mechaniczne $R_m = 125 \text{ kG/mm}^2$, $A = 5\%$ i twardość 325 HV wykazywały próbki stopu zawierającego 4,3%Ti po przesyleniu i 64% gniocie na zimno. Czas starzenia w temperaturze 450°C wynosił 45 do 100 minut.

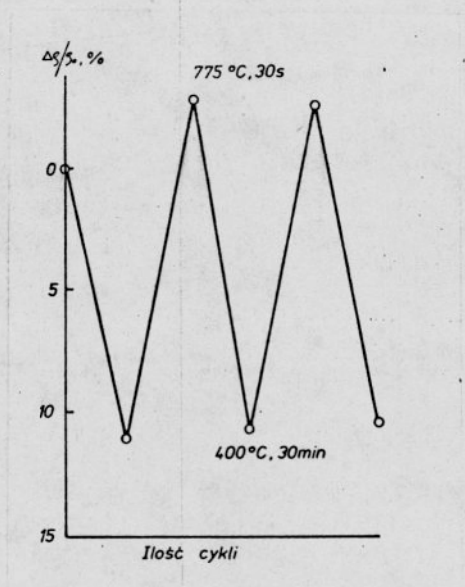
Prowadzone przez autorów prac [123, 131] pomiary oporności elektrycznej oraz badania mikroskopowe z zastosowaniem techniki cienkich folii [97, 124, 125] pozwoliły określić wpływ stopnia odkształcenia plastycznego na zimno oraz temperatury wygrzewania na przebieg starzenia w stopach Cu-Ti.

W pracach [94, 96, 97, 123] opisano zjawisko nawrotu występujące w stopach Cu-Ti. Badania prowadzono za pomocą pomiarów

oporności elektrycznej, dyfrakcji elektronów i promieniowania rentgenowskiego. W niektórych przypadkach stosowano również pomiary twardości. Przemiany strukturalne śledzono za pomocą mikroskopu transmisyjnego na cienkich foliach. Na rys. 36 i 37 pokazano cykliczną zmianę twardości i oporności elektrycznej stopu Cu - 7%at. Ti spowodowaną występowaniem zjawiska nawrotu w stopie starzonym w temperaturze 400 lub 500°C. Po krótkotrwałym wygrzewaniu stopu w temperaturze 775°C występuje wyraźny powrót twardości i oporności do stanu wyjściowego.



Rys. 36. Cykliczny nawrót twardości stopu Cu-7%at.Ti po następujących rodzajach obróbki cieplnej: 500°C/10 min. \rightleftharpoons 775°C/2 min. [97]



Rys. 37. Cykliczny nawrót oporności elektrycznej stopu Cu-7%at.Ti po następujących rodzajach obróbki cieplnej: 400°C/30 min. \rightleftharpoons 775°C/30 s. [97]

W ocenie przebiegu procesu nawrotu w stopach Cu-Ti autorzy prac [94, 96, 97, 123] znacznie się różnią, a zdaniem autora pracy [97] nawrót twardości i oporności jest spowodowany ponownym rozpuszczaniem się niewielkich obszarów fazy pośredniej α' , których powstanie, w sposób opisany poprzednio, poprzedza utworzenie się równowagowej fazy β .

9. CEL I ZAKRES PRACY

Z przeglądu literatury dotyczącej przemian w stopach Cu-Al-Ti wynika, że brązy aluminiowe z tytanem nie zostały dotychczas dokładnie zbadane, a opublikowane prace [91, 112, 120, 123, 131,

137, 138 / obejmują zagadnienie w sposób fragmentaryczny. W podobnych badaniach struktur autorzy ograniczyli się jedynie do badań za pomocą mikroskopu optycznego, z całkowitym pominięciem badań z zastosowaniem mikroskopu elektronowego.

Z analizy przemian występujących w układach Cu-Al, Cu-Ti i Cu-Al-Ti wynika, że po wprowadzeniu tytanu do brązów aluminowych będzie można uzyskać zmianę własności mechanicznych, a dokładne poznanie i zrozumienie mechanizmów przemian występujących podczas obróbki cieplnej i cieplno-plastycznej w stopach Cu-Al-Ti pozwoli na uzyskanie optymalnych parametrów obróbki cieplnej i własności mechanicznych tych stopów.

Biorąc pod uwagę składy chemiczne przemysłowych brązów aluminowych, postanowiono prowadzić badania na dwóch grupach stopów, z których każda przy stałej zawartości aluminium wynoszącej około 5 i 10% będzie miała różne zawartości tytanu (max. 1,5%).

W badanych stopach postanowiono sprawdzić wpływ następujących sposobów obróbki cieplnej:

- Stopy zawierające około 5%Al po przesyleniu i zgniocie na zimno poddać procesowi starzenia w różnych temperaturach i czasach. Zmiany własności w tej grupie będzie można przypisać wyłącznie procesom starzenia oraz rekrytalizacji fazy α .

- Stopy zawierające około 10%Al hartować z temperatur optymalnych, a następnie odpuszczać w różnych temperaturach i czasach. Zmiany własności w tej grupie można będzie przypisać głównie przemianom w fazie β' oraz procesom starzenia.

Praca ma na celu:

1. Określenie wpływu tytanu na temperatury przemian zachodzących w stopach Cu-Al.
2. Identyfikację faz występujących w brązach aluminiowych z dodatkiem tytanu.
3. Zbadanie wpływu tytanu na przebieg procesów starzenia odkształconych plastycznie stopów Cu-Al-Ti.
4. Zbadanie wpływu tytanu na przebieg przemian zachodzących podczas odpuszczania zahartowanych stopów Cu-Al-Ti.
5. Określenie wpływu obróbki cieplnej i cieplno-plastycznej na własności mechaniczne brązów aluminiowych z tytanem oraz ustalenie właściwych parametrów tych sposobów obróbki.

II. CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA

1. PRZYGOTOWANIE MATERIAŁÓW I WYKONANIE STOPÓW WSTĘPNYCH

Stopy do badań wykonano z:

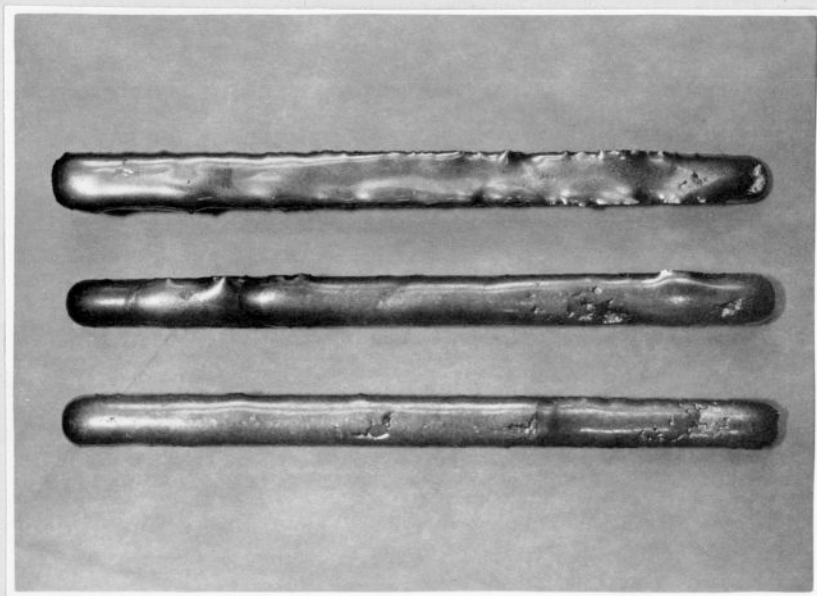
- a) miedzi elektrolitycznej - Cu99,95 (cecha MOK wg PN-66/H-82120),
- b) aluminium rafinowanego - Al99,99 (gatunek AR1 wg PN-64/H-82160),
- c) tytanu metalicznego WT1-0 (prod. ZSRR w postaci blachy o grubości 1 mm).

Stop wstępny Cu-Ti sporządzono z miedzi i tytanu w próżni stosując piec elektronowy PE-10A (produkcji Przemysłowego Instytutu Elektroniki). Oba metale topiono w chłodzonym wodą krystalizatorze wykonanym z miedzi. Stop można było otrzymać w postaci pastylek o średnicy 25 mm lub prętów o średnicy ok. 11 mm i długości 185 mm.

Zastosowano następujące parametry topienia:

- Moc maksymalna: 10 kW.
- Prąd wiązki: 0,1-0,5 A.
- Napięcie anodowe: max 20,5 kV przy prądzie wiązki 0,5 A.
- Ciśnienie robocze w komorze topienia: 10^{-5} - 10^{-3} Th ($1,33 \cdot 10^{-3}$ - $1,33 \cdot 10^{-1}$ Pa).
- Ciśnienie robocze w komorze działa elektronowego: 10^{-4} Th ($1,33 \cdot 10^{-2}$ Pa).

Stop wstępny wykazywał skład chemiczny zbliżony do eutektycznego (ok. 23%Ti) i dzięki temu dość niską temperaturę topnienia, wynoszącą ok. 900°C. Wygląd zewnętrzny wytopionych prętów stopu wstępnego oraz ich przekłomy ilustrują rys. 38 i 39.



Rys. 38. Wygląd zewnętrzny prętów stopu wstępnego Cu-Ti otrzymanych przy użyciu wiązki elektronowej.
Pow. 0,5x



Rys. 39. Przełom prętów ze stopu wstępnego Cu-Ti o składzie eutektycznym. Pow. 2,5x.

2. WYKONANIE STOPÓW DO BADAŃ

Stopy do badań wykonano w piecu indukcyjnym typu VEM (prod. NRD) w tyglu grafitowym pod osłoną argonu. W celu zabezpieczenia przed oddziaływaniem tytanu z materiałem tygla, wewnętrzną jego powierzchnię pokrywano warstwą fluorku wapnia CaF_2 . Najpierw topiono miedź, a następnie dodawano do tygla aluminium. Po rozpuszczeniu aluminium wprowadzano pod osłoną argonu zaprawę tytanową, która ze względu na dość niską temperaturę topnienia, rozpuszczała się bardzo szybko. Aby zapobiec reagowaniu tytanu zawartego w stopie z materiałem tygla wszystkie czynności wykonywano możliwie szybko. Stopy odlewano do kokili żeliwnej, podgrzewanej do temperatury 400°C . Masa otrzymanego wlewka wynosiła ok.

4 kg. Wykonano 4 stopy zawierające ok. 5% aluminium i od 0,1 do 1,5% tytanu, oraz 3 stopy zawierające ok. 10% aluminium i od 0,1 do 1,0% tytanu. Po odcięciu nadlewów z każdego wlewka uzyskano 4 pręty o długości ok. 220 mm i przekroju trapezowym. Pręty te wyżarzano ujednorodniające w temperaturze 800°C przez 24 godziny, a następnie chłodzono z piecem z szybkością około 50°C/godz. Ze względu na dużą skłonność tych stopów do utleniania się, wyżarzanie ujednorodniające prowadzono w zamkniętym naczyniu grubościennym, wypełnionym argonem. Po ujednorodnieniu, z dwóch końców każdego pręta odcięto po dwie próbki do badań mikroskopowych. Stwierdzono, że struktura badanych stopów na przekroju poprzecznym jest jednorodna, a w warstwach powierzchniowych nie występuje utlenienie lub odaluminowanie. Analiza chemiczna wykonana na próbkach pobranych z dwóch końców pręta nie wykazała niejednorodności materiału. Wyniki podane w tabeli 3 są wartością średnią z dwóch analiz wykonanych w Pracowni Chemicznej Instytutu Materiałoznawstwa i Mechaniki Technicznej Politechniki Wrocławskiej.

T a b e l a 3

Wyniki analizy chemicznej badanych stopów

Oznaczenie stopów	Skład chemiczny [%]		
	Cu	Al	Ti
1	94,24	5,65	0,110
2	94,19	5,33	0,476
3	93,77	5,24	0,985
4	93,27	5,23	1,495
5	89,13	10,77	0,105
6	88,44	11,07	0,495
7	88,70	10,33	0,979

3. PRZYGOTOWANIE PRÓBEK DO BADAŃ

Wszystkie ujednorodnione pręty oczyszczono i przewalcowano na taśmy o grubości 5 mm. Walcowano w zakresie temperatur 800-900°C, stosując w pierwszej fazie walcowania gnioty ok. 10%, a w fazie końcowej - ok. 50%. Czas potrzebny do nagrzania próbek w piecu wynosił ok. 15 minut. Wstępne badania mikroskopowe na szlifach poprzecznych wykazały, że grzanie podczas walcowania nie powodują zmian w strukturze warstw przypowierzchniowych. Powierzchnia otrzymanych taśm była gładka i czysta. Z taśm o grubości 5 mm wykonanych ze wszystkich stopów pobrano odcinki materiału o długości ok. 100 mm. Odcinki taśm ze stopów 1-4 użyto do badań wstępnych, mających na celu określenie parametrów przesycania, a odcinki taśm ze stopów 5-7 przeznaczono na próbki do badań dylatometrycznych. Po ustaleniu warunków obróbki cieplnej (opisanych w rozdziale 5.1) taśmy ze stopów 1-4 przesycano oziębiając je w wodzie od temperatury 900°C, po uprzednim wygrzaniu w ciągu 30 minut. Bezpośrednio po przesycaniu taśmy walcowano na zimno do grubości 2 mm. Całkowity gniot wynosił 60%. Taśmy ze stopów 5-7 walcowano na gorąco, także do grubości 2 mm. Szerokość taśm ze wszystkich stopów po ukończeniu walcowania wynosiła ok. 30 mm. Z kolei taśmy pocięto na nożycach gilotynowych na paski o szerokości 15 mm i długości 110 mm, z których potem wykonano płaskie próbki wytrzymałościowe. W celu zapewnienia jednakowych warunków obróbki cieplnej próbek wytrzymałościowych i próbek przeznaczonych do badań mikroskopowych, każda próbka do badań wytrzymałościowych miała jeden z uchwyty przedłużony o

15 mm. Po obróbce cieplnej tę część uchwytu odcinano z przeznaczeniem do badań mikroskopowych i pomiarów twardości.

Po badaniach wstępnych, mających na celu określenie parametrów hartowania stopów 5-7, wszystkie próbki z tych stopów zahartowano od temperatury 925°C po wygrzaniu ich w ciągu 30 minut. Jako ośrodek chłodzący stosowano 10% wodny roztwór NaCl o temperaturze 18°C . Próbki z tego samego stopu hartowano jednocześnie. Do mocowania próbek stosowano specjalny stojak z osłonami chroniącymi przed bezpośrednim promieniowaniem sylvitów. Hartowanie i przesykanie stopów przeprowadzano bowiem w piecu sylvitowym (Siemens-Plania).

Starzenie próbek ze stopów 1-4 i odpuszczanie próbek ze stopów 5-7 wykonano w piecu oporowym z wymuszonym obiegiem powietrza. Temperaturę mierzono termoparą Ni-NiCr, posługując się kompensatorem KM-76. Zimne końce termopary były umieszczone w termostacie o stałej temperaturze 0°C . Dokładność pomiaru temperatury wynosiła $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$. Temperatura pieca była utrzymywana z dokładnością $\pm 3^{\circ}\text{C}$.

Każdą próbkę odcychowano znakami cyfrowo-literowym według następującej zasady:

- pierwsza cyfra - numer stopu (tabela 3),
- pierwsza litera - temperatura wygrzewania:
 - P - temperatura wygrzewania: 300°C ,
 - M - temperatura wygrzewania: 350°C ,
 - R - temperatura wygrzewania: 400°C ,
 - S - temperatura wygrzewania: 450°C ,
- druga litera - czas wygrzewania:

- A - czas wygrzewania: 10 min,
- B - czas wygrzewania: 20 min,
- C - czas wygrzewania: 40 min,
- D - czas wygrzewania: 80 min,
- E - czas wygrzewania: 160 min.

W jednakowych warunkach obrabiano jednocześnie trzy próbki, a w celu ich odróżnienia oznaczano ją dodatkowo kreskami na końcu znaku. Zgodnie z podaną zasadą np. znak: 7PB oznacza próbkę wykonaną ze stopu 7, odpuszczoną w temperaturze 300°C przez 20 minut.

Oprócz tego w zbiorze badanych próbek znajdowały się:

- a) Próbki ze stopów od 1 do 7 wyżarzone w temperaturze 900°C przez 1 godzinę i chłodzone razem z piecem z szybkością około 50°C/godz. Próbki te oznaczono symbolami od 1W do 7W.
- b) Próbki ze stopów od 5 do 7 zahartowane od temperatury 925°C. Próbki te oznaczono symbolami 5H, 6H, 7H.
- c) Próbki ze stopów od 1 do 4 przesycone od temperatury 900°C i walcowane na zimno. Próbki te oznaczono symbolami 1Z, 2Z, 3Z i 4Z.
- d) Próbki przeznaczone do badań wstępnych i do wykonywania cienkich folii.

4. METODYKA BADAŃ

4.1. Badania dylatometryczne

Badania wykonano za pomocą dylatometru różnicowego firmy Ernst Leitz, model HTV, z przekładnią optyczną systemu Bollenrath o przełożeniu 1:198. Próbki badane, oraz wzorcowe próbki chrominowe miały długość 50 mm, a kształt ich był zgodny z zaleceniami firmy Leitz. Próbki z badanych stopów wytoczono przed ich obróbką cieplną. Badania dylatometryczne przeprowadzono na wyżarzonych i hartowanych próbkach wykonanych ze stopów 5, 6 i 7. Obróbka cieplna tych próbek była identyczna z obróbką cieplną próbek wytrzymałościowych.

Badania dylatometryczne tak przygotowanych próbek przeprowadzono podczas grzania z szybkością $1-3^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Szybkość grzania regulowano ręcznie za pomocą transformatora włączonego w obwód pieca. Temperaturę mierzono termoparą, której zespawane końce umieszczono wewnątrz próbki wzorcowej, a zimne końce znajdowały się w termostacie o temperaturze 0°C . Do pomiaru temperatury użyto tej samej termopary i kompensatora, za pomocą których kontrolowano temperaturę pieca do odpuszczania i starzenia próbek wytrzymałościowych i do badań mikroskopowych. Górna temperatura grzania wynosiła 800°C . Temperaturę oznaczano na krzywych dylatometrycznych co 50°C , przez wyłączenie oświetlenia plamki kreślącej, na czas potrzebny do wzrostu temperatury o 2°C .

W celu wyznaczenia temperatur poszczególnych przemian posługiwano się krzywymi pochodnymi wykreślonymi na podstawie krzywych

dylatometrycznych. W tym celu wykresy dylatometryczne powiększono 30 razy na mikroskopie warsztatowym (firmy Zeiss). Odstęp punktów pomiarowych mierzoły na osi rzędnych wynosił 1 mm, a w miejscach przemian 0,5 mm. Odpowiadające tym punktom odległości krzywej dylatometrycznej odczytywano na osi odciętych. Ze stosunków wartości rzędnych do odciętych obliczono tangensy kąta nachylenia krzywej dylatometrycznej, które posłużyły do wykonania wykresu krzywej pochodnej. Z krzywych pochodnych określono temperatury przemian w badanych stopach przyjmując, że każda nagle zmiana przebiegu krzywej wskazuje na przemianę. Rodzaj przemiany określono na podstawie badań mikroskopowych próbek oziębionych od temperatur niższych i wyższych niż temperatura przemiany.

4.2. Badania mikroskopowe

4.2.1. Mikroskop optyczny

Badania mikrostruktury wykonano na mikroskopie optycznym firmy Reichert, typ MeF, przy oświetleniu żarówką z włóknem wolframowym i lampą rtęciową. Do badań stosowano powiększenia od 100 do 1000 razy. Próbkami do badań mikroskopowych były odcięte końce celowo przedłużonych uchwytów każdej próbki wytrzymałościowej. Próbki z jednakowo obrobionych cieplnie próbek wytrzymałościowych nitowano i szlifowano. Umożliwiało to porównanie mikrostruktur tak samo obrobionych cieplnie próbek.

Szlify wykonano na przekroju wzdłużnym, równoległe do kierunku walcowania. Próbki szlifowano na mokro, najpierw na tarczy szlifierskiej, a następnie na papierach ściernych o ziarnistości

100, 320, 500, 600 i 800. Łączna grubość warstwy zeszlifowanego materiału wynosiła co najmniej 2 mm. Następnie próbki polerowano, najpierw na polerce z tarczą obrotową, a następnie na polerce wibracyjnej Metapolan, firmy Rathenow, używając wodnej zawiesiny tlenku glinu. Przesycone i starzone próbki stopów 1-4 po wstępnym polerowaniu mechanicznym, polerowano elektrolitycznie w roztworze podanym przez [122] o następującym składzie:

- 133 ml kwasu octowego,
- 25 g bezwodnika kwasu chromowego,
- 20 ml wody destylowanej.

Czas polerowania wynosił ok. 30 s przy napięciu 40 V i gęstości prądu $0,1 \text{ A/cm}^2$. Katodę wykonano z blachy grubości 1 mm ze stali kwasoodpornej 1H18N9T.

Po wypróbowaniu wielu odczynników, do trawienia badanych stopów stosowano następujące:

a) 1% roztwór kwasu chromowego. Odczynnik ten służył do trawienia elektrolitycznego przy napięciu 2,5-3,0 V. Katoda była wykonana ze stali kwasoodpornej, czas trawienia: od 5 do 30 s. Po trawieniu tym odczynnikiem faza α barwi się na jasnożółto, faza γ_2 na jasnoniebiesko, a faza [Ti] jest jasnoszara. Odczynnik ten nie ujawnia iglastej budowy martenzytu β' i granic między ziarnami fazy α .

b) 5 g chlorku żelazowego, 30 ml kwasu solnego 1,19 100 ml alkoholu etylowego. Faza α po wytrawieniu tym odczynnikiem ma kolor jasnożółty, faza γ_2 ciemnobrązowy, a faza [Ti] jasnoniebieski. Odczynnik ten działa bardzo aktywnie, ujawnia iglastą budowę martenzytu β' i wytrawia granice ziarn w fazie α oraz bliźniaki i

pasma poślizgu. Czas trawienia: 3-15 s.

c) 15% wodny roztwór nadsiarczanu amonu. Odczynnik ten działa podobnie jak odczynnik "b", tylko wolniej. Czas trawienia tym odczynnikiem wynosił od 20-60 s. Stosowany był głównie podczas przygotowania powierzchni szlifów stopów 1-4 przed wykonaniem replik bezpośrednich - węglowych.

4.2.2. Mikroskop elektronowy. Repliki węglowe bezpośrednie

Badania za pomocą mikroskopu elektronowego EF-4 wykonano wyłącznie na replikach bezpośrednich, węglowo-platynowych, napyłanych pod kątem 45° . Do trawienia szlifów przed napyleniem użyto tych samych odczynników, które stosowano do trawienia próbek do badań za pomocą mikroskopu świetlnego. Czas trawienia był jednak krótszy.

Po wytrawieniu próbek, bezpośrednio przed napyleniem, powierzchnię ich przemywano eterem. Napylenie przeprowadzono w napyłarce HBA-1 firmy Zeiss, w próżni $3 \cdot 10^{-5}$ Th ($4 \cdot 10^{-3}$ Pa). Repliki zdejmowano elektrolitycznie za pomocą urządzenia Elektrolitic Polisher (firmy Nash and Thompson). W celu oddzielenia replik z próbek stopów 1-4 stosowano elektrolit podany przez [139], składający się z 3 części alkoholu metylowego i 1 części stężonego kwasu azotowego. Stosowana gęstość prądu wynosiła $0,05 \text{ A/cm}^2$, przy napięciu 5 V.

W celu oddzielenia replik z próbek stopów 5-7 stosowano odczynnik podany przez [139] składający się z:

- kwasu azotowego - 5 ml,
- alkoholu metylowego - 93 ml,

- wody destylowanej - 2 ml.

Stosowana gęstość prądu wynosiła 0,04-0,05 A/cm² przy napięciu 6 V. Katodę wykonano ze stali kwasoodpornej. Czas oddzielenia replik od powierzchni próbek wynosił ok. 15 min. Po dokładnym wypłukaniu repliki wyławiano na siateczki nośne i suszono.

4.2.3. Mikroskop elektronowy. Repliki ekstrakcyjne

W celu identyfikacji wydzieleni fazy [Ti] w stopach 1-7, stosowano metodę replik ekstrakcyjnych podaną w pracy [140]. Wypolerowaną próbkę trawiono selektywnie, a następnie napyłano warstewką węgla pod kątem 90°, Do trawienia selektywnego stosowano elektrolit o następującym składzie [139]:

siarczan miedziowy - 50 ml,
kwas fosforowy - 50 ml,
cytrynian amonowy - 60 ml,
woda destylowana - 1000 ml.

Stosowana gęstość prądu wynosiła 0,04-0,05 A/cm² przy napięciu 6 V. Po trawieniu selektywnym kontrolowano stan powierzchni próbki pod mikroskopem optycznym, przemywano eterem i napyłano warstewką węgla o grubości 2000-3000 Å (0,2-0,3 μm) w napyłarce HBA-1 firmy Zeiss. W celu oddzielenia błonki węglowej wraz z ekstrahowanymi cząsteczkami od powierzchni próbki, przeprowadzono powtórne trawienie selektywne przy takich samych parametrach prądowych jak poprzednio, aż do chwili zapoczątkowania oddzielenia się błonki węglowej od powierzchni próbki. Następnie przekładano próbkę do naczynia z wodą destylowaną tak, aby napięcie powierzchniowe w wodzie spowodowało oderwanie się błonki węgl-

wej od powierzchni próbki. Oddzielone w ten sposób repliki ekstrakcyjne płukano w 2% wodnym roztworze siarczanu sodu z dodatkiem 0,05% kwasu cytrynowego, a następnie w wodzie. Po wypłukaniu repliki wyławiano na siateczki nośne i suszono.

W celu uzyskania możliwie dużej dokładności pomiaru odległości międzypłaszczyznowych identyfikowanych faz, z zastosowaniem replik ekstrakcyjnych, przeprowadzono cechowanie mikroskopu elektronowego EF-2 [141]. Polegało ono na dokładnym określeniu zależności zmian stałej mikroskopu $2\lambda L$ od prądów soczewek, napięcia przyspieszającego oraz kąta ugięcia wiązki elektronów [142, 143]. Jako substancje standardowe zastosowano Au, LiF, CaF₂, MgO i TlBr. Substancje te nanoszono na błonki nośne węglowe przez naparowanie w próżni, a następnie wykonano kilka serii fotografii obrazów dyfrakcyjnych, stosując wszystkie kombinacje wartości prądów soczewki obiektywnej. Prądy soczewek projekcyjnej i pośredniej oraz napięcie przyspieszające mikroskopu były stałe, aby zmniejszyć liczbę czynników wpływających na zmianę stałej $2\lambda L$. Po wykonaniu niezbędnych obliczeń, sporządzono wykresy przedstawiające zmianę stałej mikroskopu $2\lambda L$ w zależności od prądu soczewki obiektywowej oraz średnicy pierścieni na obrazie dyfrakcyjnym. Identyfikacji faz za pomocą dyfrakcji elektronów dokonano przy odpowiednio dobranej z wymienionych wykresów korekcji stałej $2\lambda L$. Metoda ta pozwalała określać odległości międzypłaszczyznowe z dokładnością do $0,05 \overset{\circ}{\text{Å}}$.

4.2.4. Mikroskop elektronowy. Cienkie folie

Badania mikroskopowe cienkich folii przeprowadzono używając

mikroskopów elektronowych: EM-301 - firmy Philips oraz BS-613 - Zakładów Tesla, przy napięciu przyspieszającym 100 kV. Folie wykonywano z odrębnie przygotowanych próbek stopów, obrobionych cieplnie w takich samych warunkach jak próbki do badań wytrzymałościowych.

Wstępne mechaniczne ścienianie próbek do grubości 0,4 mm wykonano szlifując je na mokro na papierach ściernych. Dalsze ścienianie do grubości poniżej 0,1 mm uzyskiwano metodą elektroiskrową stosując urządzenie Servomet SMD (firmy Metals Research Ltd. Cambridge) z zamontowanym uchwytem planującym.

Końcowe ścienianie i polerowanie folii wykonywano elektrolietycznie wg wskazówek zawartych w pracach [108 i 144]. Elektrolytem był odczynnik o następującym składzie:

kwaz azotowy - 333 ml,
alkohol metylowy - 666 ml.

W celu uzyskania dobrej jakości folii ze stopów dwu i trójfazowych, próbki polerowano w warunkach potencjostatycznych, posługując się potencjostatem własnej konstrukcji [145]. Stabilizowane potencjostatycznie, napięcie między elektrodą roboczą i próbką wynosiło 8,5 V, elektrolit miał temperaturę -25°C . Po uzyskaniu odpowiedniej grubości, (ok. 200-300 Å) folie kilkakrotnie płukano na przemian w alkoholu metylowym o temperaturze -10°C i w wodzie destylowanej, a następnie przekładano i przechowywano w zamkniętych naczyniach w alkoholu metylowym.

4.2.5. Mikroskop elektronowy - emisyjny

Mikroskop elektronowy emisyjny EF-6 firmy Zeiss stosowano w celu bezpośredniej obserwacji przemian zachodzących w badanych stopach w wysokich temperaturach. Obserwowano szlify metalograficzne o wymiarach $\varnothing 9 \times 0,9$ mm. Temperaturę próbki podczas badań mierzono za pomocą termopary Ni-NiCr i miliwoltomierza LG-1. Próbki podgrzewano stosując elektronową wyrzutnię grzewczą. W celu odwzorowania obrazu powierzchni próbki w wysokich temperaturach, wykorzystywano efekt cieplnej emisji elektronów oraz elektrony wtórne. Elektrony te były emitowane z powierzchni próbki na skutek bombardowania jej powierzchni strumieniem elektronów z dodatkowego działła elektronowego. Trawienie powierzchni próbki oraz obserwację w niskich temperaturach prowadzono przy zastosowaniu wyrzutni jonowej wg wskazówek zawartych w pracach [146 i 147].

4.3. Badania rentgenograficzne

Badania rentgenograficzne wykonano w celu zidentyfikowania faz: α , β' i [Ti] oraz oceny dokładności określenia odległości międzypłaszczyznowych metodą dyfrakcji elektronów z replik ekstrakcyjnych i cienkich folii.

Metodę Debey'a-Scherrera z preparatem pręcikowym stosowano w celu identyfikacji wydzieleni fazy [Ti]. Rentgenogramy wykonano metodą Straumanisa posługując się aparatem rentgenowskim typu TUR 62 (prod. NRD). Stosowano promieniowanie $\text{CoK}\alpha$ filtrowane żelazem. Czas ekspozycji przy napięciu 40 kV i natężeniu 10

na wynosił 2 godz, przy średnicy wiązki promieni wynoszącej 0,8 mm. W celu uzyskania izolatu do badań metodą Debey'a-Scherrera zastosowano ten sam elektrolit i zachowano podobne parametry prądowe, jak przy otrzymywaniu replik ekstrakcyjnych. Pod próbką - anodą, umieszczono naczynko, do którego opadał izolat. Po uzyskaniu odpowiedniej ilości ekstrahowanej fazy płukano ją w odczynniku dla replik ekstrakcyjnych, a następnie kilkakrotnie w wodzie i suszono. Tak otrzymany proszek służył do dalszych badań rentgenograficznych.

Pomiaru odległości prążków na wywołanych kliszach rentgenowskich dokonano za pomocą komparatora U3A-2 prod. ZSRR z dokładnością do 0,01 mm.

Badania dyfraktometryczne próbek wyżarzonych i hartowanych przeprowadzono przy zastosowaniu dyfraktometru HZG-3 (prod. NRD). Stosowano wiązkę promieniowania $\text{CuK}\alpha$ - filtrowanego nikiem, szerokość przesłony wynosiła 0,5 mm. Szybkość przesuwu licznika wynosiła $0,5^\circ/\text{min}$, a szybkość przesuwu taśmy rejestrującej 1 cm/min. Próbki do badań miały kształt prostopadłościanu o wymiarach 15x10x2 mm.

4.4. Badania na mikroanalizatorze rentgenowskim

Obrazy rozmieszczenia składników stopów, tzn. miedzi, aluminium i tytanu w mikroobszarach próbki, uzyskano stosując mikroskop scanningowy firmy Cambridge Stereoscan - 180 sprzężony z układem do mikroanalizy firmy Link-Systems. Mikroanalizator był wyposażony w spektrometr półprzewodnikowy do dyspersji energii elektronów i układ zliczający liczbę kwantów promieniowania rent-

genowskiego.

Badania wykonano przy napięciu przyspieszającym 25 kV, stosując powiększenia od 300 do 5000 razy. Próbkami do badań były szlify, które stosowano do badań na mikroskopie świetlnym. Trawiono je 15% wodnym roztworem nadsiarczanu amonu. Po wytrawieniu szlify mocowano na stoliku przedmiotowym mikroskopu, za pomocą specjalnego kleju przewodzącego ładunki elektryczne. Badania przeprowadzono na próbkach stopów 4, 6 i 7 w stanie wyżarzonym.

4.5. Pomiary twardości

Twardość mierzono metodą Vickersa zgodnie z PN-74/H-04360, przy obciążeniu 294,2 N (30 KG) i czasie trwania pełnego obciążenia 30 s. Pomiarów dokonano za pomocą twardościomierza firmy "Poldi" produkcji CSRS, na próbkach przeznaczonych do badań mikroskopowych. Na każdej próbce wykonano pięć pomiarów, a każdy punkt pomiarowy na wykresach twardości był średnią arytmetyczną z 15 pomiarów twardości na trzech próbkach identycznie obrabionych cieplnie. Metodą najmniejszych kwadratów obliczono błąd średni wartości średniej otrzymanych wyników posługując się następującymi wzorami [116]:

$$X = A \pm t \cdot S_A,$$

gdzie:

X - poszukiwana twardość [HV],

A - twardość średnia [HV_{sr}],

$$A = \frac{\sum_{i=1}^n a_i}{n},$$

przy czym:

- a_i - wartości poszczególnych pomiarów,
- n - liczba pomiarów,
- t - współczynnik ufności zależny od poziomu ufności P i liczby pomiarów n ,
- S_A - błąd średni twardości średniej (błąd standardowy wartości średniej)

$$S_A = \pm \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (a_i - A)^2}{n(n-1)}}.$$

Analiza błędów wszystkich pomiarów wykazała, że przy przyjętym poziomie ufności $P = 0,95$ oraz $n = 5$ (współczynnik ufności $t = 2,776$), wyliczone błędy standardowe wartości średniej dla wszystkich próbek nie przekraczały ± 4 HV.

Ze względu na dużą liczbę pomiarów, wyniki podano w postaci wykresów. Krzywe obrazujące zmianę twardości poszczególnych stopów przedstawiono na wykresach razem z krzywymi ilustrującymi zmianę wytrzymałości na rozciąganie i wydłużenia.

4.6. Określenie wytrzymałości na rozciąganie

Wytrzymałość na rozciąganie określono w warunkach zgodnych z PN-74/H-04310 na zrywarce uniwersalnej (firmy Fritz Heckert typ ZD10/90 produkcji NRD) na zakresie pomiarowym 0-19613 N (0-2000 kG), o działce elementarnej ± 49 N (± 5 kG). Stosowano płaskie

próbki o przekroju $2,0 \times 10$ mm i długości pomiarowej 25 mm. Wymiary próbek a_0 i b_0 mierzono z dokładnością do 0,01 mm za pomocą śruby mikrometrycznej. Długości pomiarowe l_0 i l_u mierzono suwmiarką uniwersalną z dokładnością do 0,1 mm.

Wytrzymałość po każdym sposobie obróbki cieplnej określano na trzech identycznie obrobionych cieplnie próbkach. Analiza popełnionych błędów pomiaru wytrzymałości na rozciąganie wykazała, że przy przyjętym poziomie ufności $P = 0,80$ odchyłki uzyskanych wartości nie przekraczały $\pm 39,2 \text{ N/mm}^2$ ($\pm 4 \text{ kg/mm}^2$). Wyniki pomiarów wytrzymałości na rozciąganie przedstawiono na wykresach razem z wynikami pomiarów wydłużenia i twardości.

5. BADANIA WSTĘPNE

5.1. Wyznaczanie parametrów przesycania

Struktura stopów 1-4 w stanie wyżarzonym składa się z ziarn fazy α oraz jak wykazano w rozdziale II.8, fazy międzystalicznej Cu_2AlTi - oznaczonej umownie symbolem [Ti]. Z analizy wykresów równowagi wynika, że faza α może ulegać przesyceniu z powodu zmiennej rozpuszczalności tytanu.

Dobór temperatury i czasu przesycania stopów 1-4 określono na podstawie wyników badań mikroskopowych próbek przesycanych od temperatur 750, 800, 850, 900 i 950°C oraz wygrzewanych przez 15, 30, 60, 120 i 240 min.. Jako kryterium optymalnych parametrów przesycania przyjęto otrzymaną mikrostrukturę, tj.: rozmiar ziarna fazy α , możliwie najmniejszą ilość nierozpuszczonej fazy [Ti] oraz brak utlenienia powierzchni zewnętrznej i granic ziarn próbki.

Badania mikroskopowe wykazały, że rozpuszczalność fazy [Ti] w fazie α zmienia się w znacznym stopniu wraz z temperaturą i czasem wygrzewania. W strukturze próbek badanych stopów wygrzewanych w temperaturach poniżej 900°C stwierdzono znaczną ilość nierozpuszczonej fazy [Ti]. W próbkach wygrzewanych ponad 15 min. w temperaturze 950°C stwierdzono dość silne utlenienie powierzchni oraz granic ziarn. Najlepsze efekty przesycania osiągnięto w próbkach ochładzanych w wodzie po wygrzaniu ich w temperaturze 900°C przez 30 min.

Mikrostruktury stopów 1-4 przesycanych od temperatury 900°C,

po wygrzaniu ich przez 30 min i ochłodzeniu w wodzie pokazano w atlasie struktur na fot.[⊠] 2, 16, 33, 51. Struktura wszystkich tych próbek składa się z poliedrycznych ziarn fazy α z bliźniakami oraz niewielkiej ilości drobnych wtrąceń niemetalicznych i fazy [Ti]. Wyraźny, hamujący wpływ fazy [Ti] na rozrost ziarn fazy α stwierdzono jedynie w stopach 3 i 4 zawierających ok. 1 i 1,5% Ti. W stopach 1 i 2, zawierających 0,1 i 0,5% Ti, hamujący wpływ tej fazy jest stosunkowo niewielki.

Na podstawie powyższych badań wstępnych postanowiono stopy 1-4 przesycać od temperatury 900°C po wygrzaniu przez 30 min i jako ośrodek chłodzący stosować wodę o temperaturze 18°C.

5.2. Wyznaczanie parametrów hartowania

W celu określenia optymalnych warunków hartowania stopów zawierających ok. 10% Al przeprowadzono badania wstępne na próbkach płaskich o grubości 2 mm. Próbki hartowano w dwóch ośrodkach: w wodzie i w 10% wodnym roztworze NaCl. Obydwa roztwory miały jednakową temperaturę - 18°C. Hartowanie prowadzono z temperatur: 800, 850, 900, 925 i 950°C, a czasy wygrzewania w każdej temperaturze wynosiły 15, 30 i 60 min.

Z zahartowanych próbek wykonano szlify i na podstawie wyników obserwacji mikroskopowych określono optymalny czas i temperaturę hartowania oraz rodzaj ośrodka chłodzącego.

[⊠]) Skrót fot. oznacza numer fotografii umieszczonej w "Atlasie struktur", będącym załącznikiem do niniejszej pracy

Jako kryterium optymalnych parametrów hartowania przyjęto rodzaj otrzymanej struktury, tj.: wielkość ziarn fazy β , ilość nierozpuszczonej fazy [Ti], ilość przyeutektoidalnej fazy α oraz brak nadtopień i utlenienia granic ziarn.

Równolegle wykonano za pomocą mikroskopu emisyjnego EF-6 badania mikroskopowe w wysokich temperaturach. Stwierdzono, że rozpuszczalność fazy [Ti] w wysokotemperaturowej fazie β zmienia się w znacznym stopniu wraz z temperaturą i czasem wygrzewania. Fot. 148-151 pokazują zmianę mikrostruktury stopu 7 wskutek wygrzewania w coraz wyższych temperaturach. W stanie wyjściowym (fot. 148) struktura stopu w temperaturze 20°C składa się z dużych wydzieleni fazy [Ti] rozmieszczonych w eutektoidzie $\alpha + \gamma_2$. Po podgrzaniu próbki do temperatury 700°C i wygrzaniu przez 5 min (fot. 149) stwierdzono wyraźną zmianę zabarwienia wydzieleni fazy [Ti] oraz częściowy zanik wydzieleni fazy γ_2 . Różnica w jasności wydzieleni fazy [Ti] i osnowy wynika z różnej wartości pracy wyjścia elektronów z fazy [Ti] i z osnowy w tej temperaturze. W strukturze stopu wygrzewanego przez 15 min w temperaturze 850°C (fot. 150) jest widoczne postępujące ujednorodnianie osnowy, składającej się z wydzieleni faz α i β , oraz początek rozpuszczania się fazy [Ti]. Podwyższenie temperatury wygrzewania do 900°C (fot. 151) spowodowało intensywniejsze rozpuszczanie się fazy [Ti] w osnowie fazy β . Ciemniejsze miejsca widoczne w strukturze stopu świadczą o zwiększonym lokalnie stężeniu tytanu.

Z badań na mikroskopie emisyjnym i badań uzupełniających na mikroskopie świetlnym wynika, że w celu przesylenia fazy β tytanem jest konieczne 30 minutowe wygrzewanie w temperaturze 925°C

i oziębianie w wodzie. Stosowanie wyższych temperatur niż 925°C nie jest wskazane, ze względu na utlenianie się powierzchni zewnętrznej próbek. Nie zaobserwowano natomiast rozrostu ziarn, nawet po długich czasach wygrzewania w wysokich temperaturach ($900-950^{\circ}\text{C}$). Można to tłumaczyć hamującym działaniem drobnych wydzieleni fazy [Ti], które są widoczne na granicach ziarn fazy β .

W strukturze próbek zahartowanych ze stopów 5-7 występuje martenzyt β' oraz wydzielenia fazy [Ti]. Po zahartowaniu stopów od temperatur 900°C i wyższych stwierdzono, że oprócz wydzieleni nierozpuszczonych występują również w strukturze drobne cząstki fazy [Ti], które zdążyły wydzielić się z powodu obniżenia temperatury podczas przenoszenia próbki z pieca do wody. Wskazuje na to rozetkowany kształt tych wydzieleni widoczny pod mikroskopem elektronowym. Nasuwa się również wniosek, że w wysokich temperaturach krzywa rozpuszczalności tytanu w tych stopach ma bardzo małe nachylenie. Badania mikroskopowe wykazały również, że chłodzenie w wodzie nie jest wystarczające, by zapobiec wydzieleniu się przyeutektoidalnej fazy α . Ilość tej fazy wzrasta w zahartowanych próbkach wraz z zawartością tytanu. Użycie 10% wodnego roztworu chlorku sodu o temp. 18°C , hamuje w znacznym stopniu wydzielenie się tej fazy.

Na podstawie wyników opisanych badań postanowiono stopy 5-7 hartować od temperatury 925°C po 30 minutowym wygrzaniu, a jako ośrodek chłodzący stosować 10% wodny roztwór NaCl o temperaturze 18°C .

5.3. Wyznaczenie temperatur odpuszczania

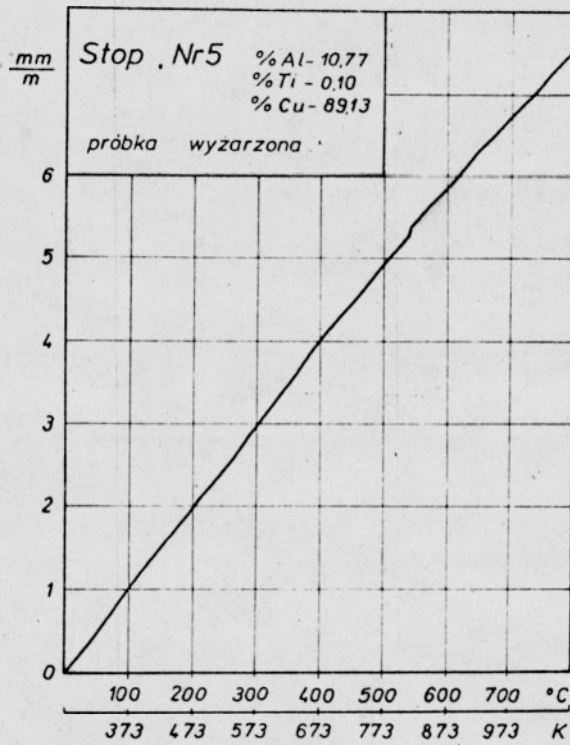
Zakres temperatur odpuszczania zahartowanych stopów 5-7 ustalono na podstawie badań dylatometrycznych próbek wyżarzonych i hartowanych.

Górny zakres temperatur odpuszczania zahartowanych brązów aluminowych jest ograniczony temperaturą przemiany eutektoidalnej. Należało zatem określić wpływ tytanu na temperaturę przemiany eutektoidalnej w poszczególnych stopach. Temperatury te określano na próbkach wyżarzonych. Wykresy krzywych dylatometrycznych i krzywych pochodnych próbek wyżarzonych pokazano na rys. 40-45. Temperatura przemiany eutektoidalnej w stopach Cu-Al wynosi $565^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ i podobny wynik uzyskano dla próbki porównawczej ze stopu Cu-10,6% Al [148]. W stopach wieloskładnikowych temperatura ta ulega zmianie w zależności od składu chemicznego. Zatem zmiany w przebiegu krzywych dylatometrycznych i ich pochodnych w zakresie temperatur $550-600^{\circ}\text{C}$ przypisywano przemianie eutektoidalnej. Z badań wynika, że obecność tytanu nie ma dużego wpływu na zmianę temperatury przemiany eutektoidalnej. Wartość tej temperatury w badanych stopach wynosiła $577^{\pm 2^{\circ}\text{C}}$.

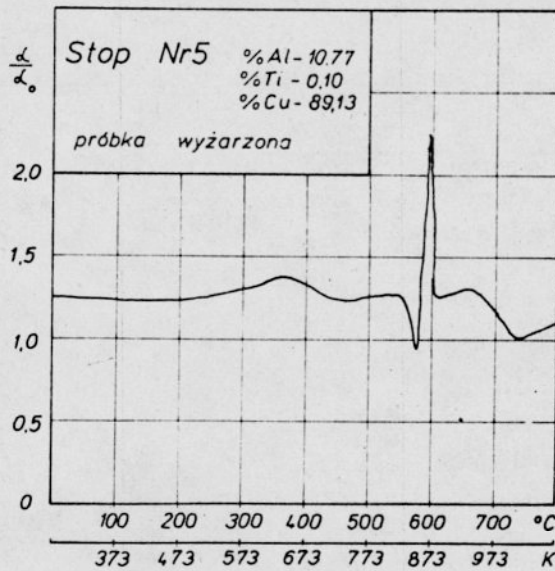
Temperatury odpuszczania określano na podstawie wyników badań dylatometrycznych próbek hartowanych. Wykresy krzywych dylatometrycznych i krzywych pochodnych próbek hartowanych przedstawiono na rys. 46-51. Z wykresów tych wynika, że pierwsze wyraźne zmiany w przebiegu krzywych pochodnych występują w zakresie temperatur $250-300^{\circ}\text{C}$. Zmiany te można przypisać głównie przemianom w martenzytycznej fazie β' . Następna nagła zmiana w przebiegu krzywych występuje w zakresie temperatur $400-500^{\circ}\text{C}$. Badania mikroskopowe

wykazały, że zmiany te są spowodowane wydzielaniem się fazy γ_2 i jej koagulacją. Zmiany przebiegu krzywych w temperaturach 550-600°C są wynikiem przemiany $\alpha + \gamma_2 \rightarrow \beta$.

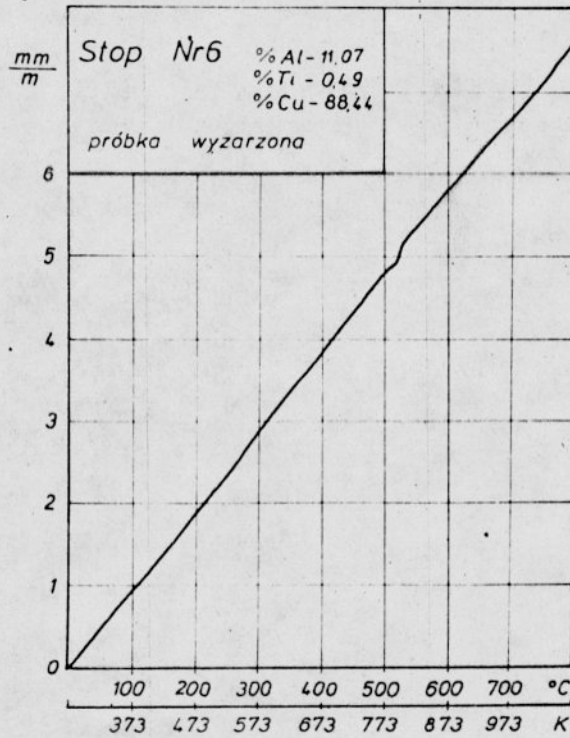
Opierając się na wynikach badań dylatometrycznych przyjęto następujące temperatury odpuszczania: 300, 400, 450 i 500°C.



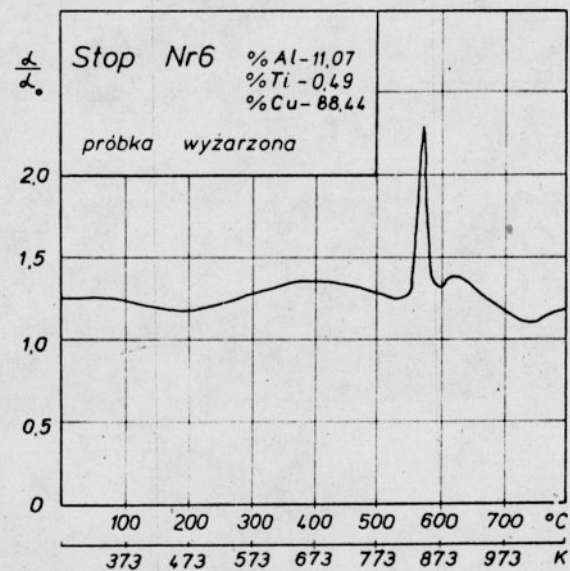
Rys. 40. Krzywa dylatometryczna stopu 5



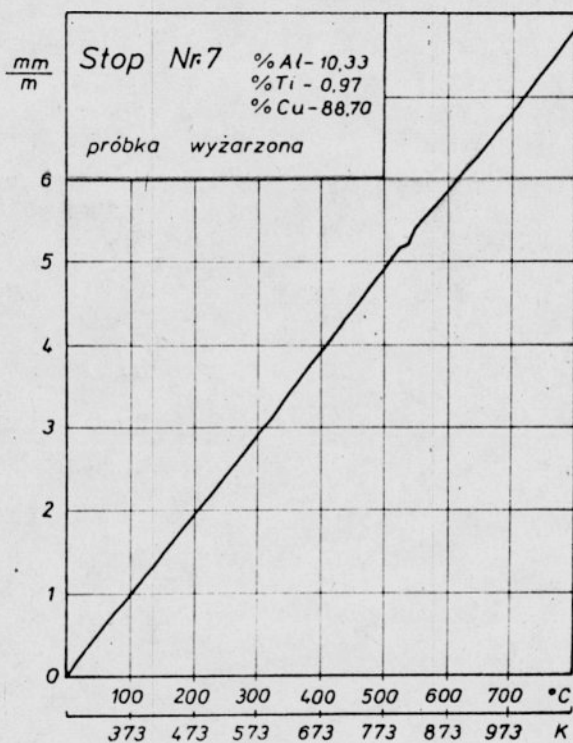
Rys. 41. Krzywa pochodna wykonana na podstawie rys. 40



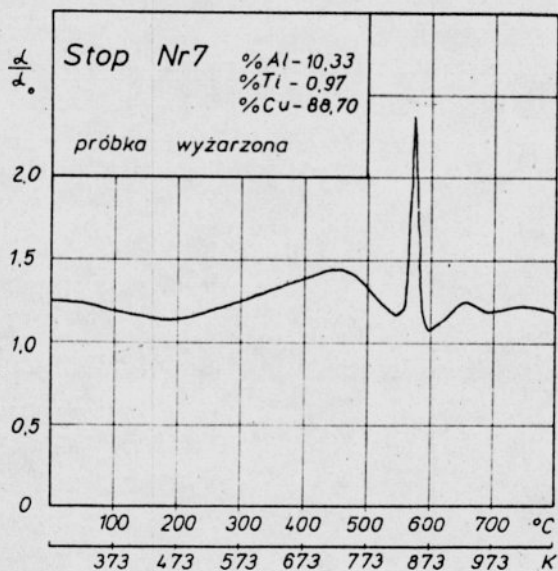
Rys. 42. Krzywa dylatometryczna stopu 6



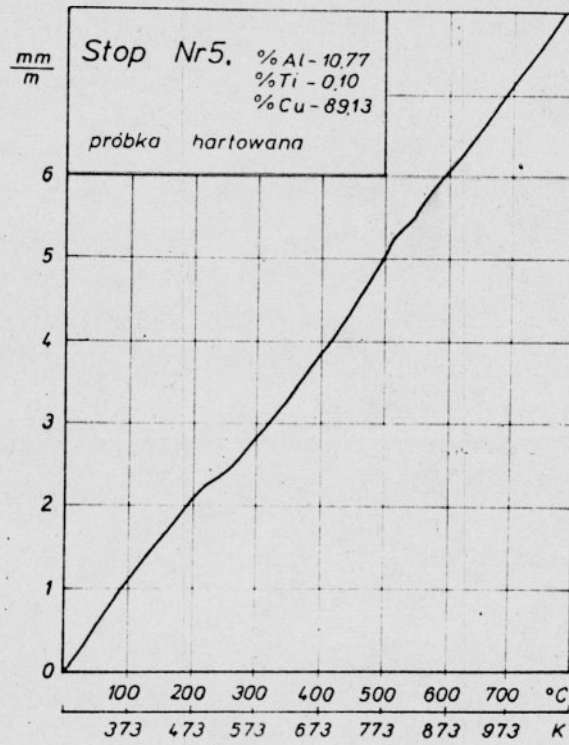
Rys. 43. Krzywa pochodna wykonana na podstawie rys. 42



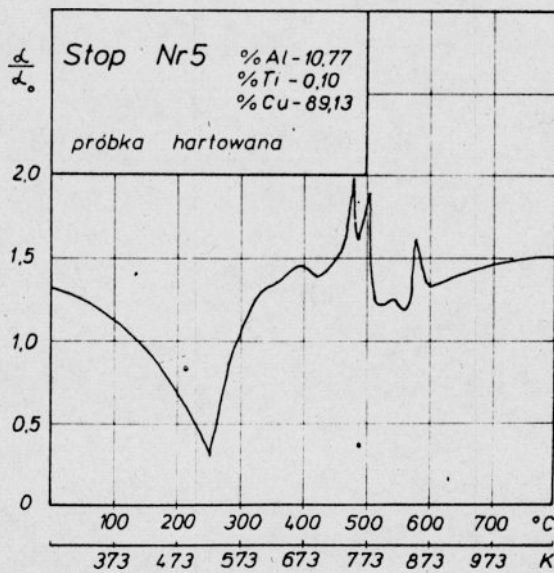
Rys. 44. Krzywa dylatometryczna stopu 7



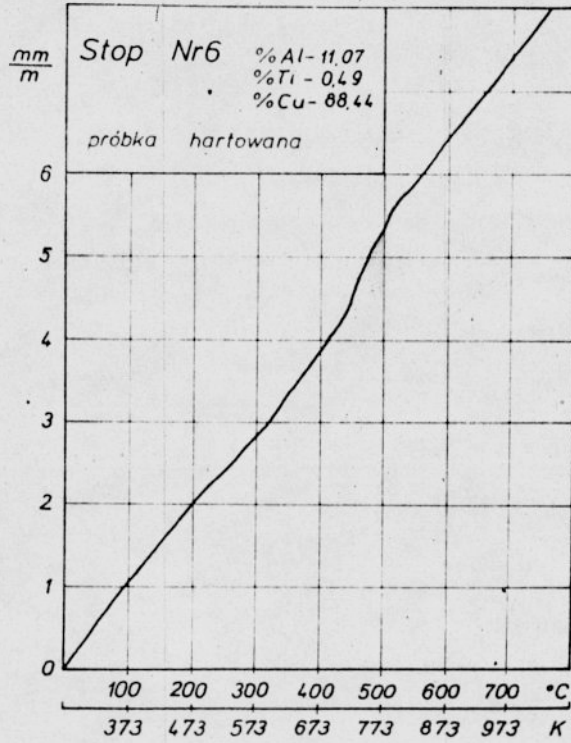
Rys. 45. Krzywa pochodna wykonana na podstawie rys. 44



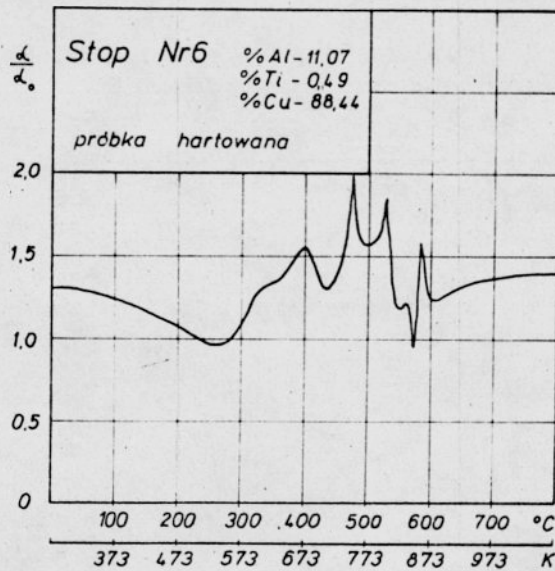
Rys. 46. Krzywa dylatometryczna stopu 5



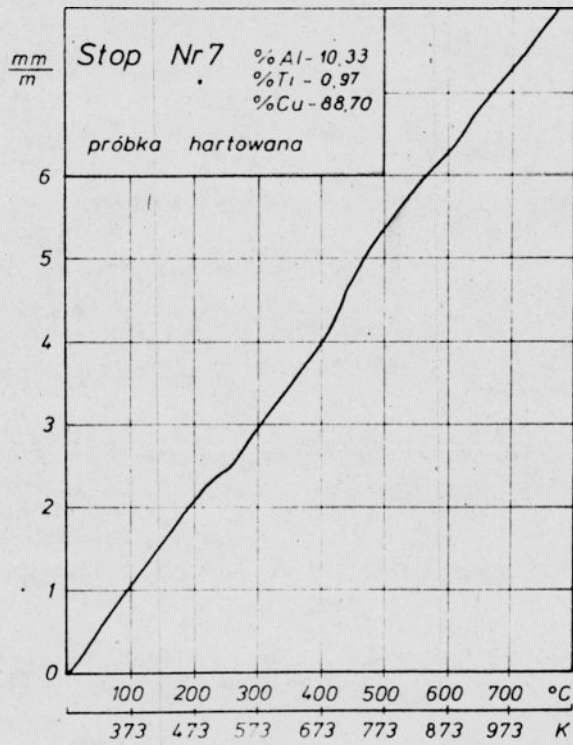
Rys. 47. Krzywa pochodna wykonana na podstawie rys. 46



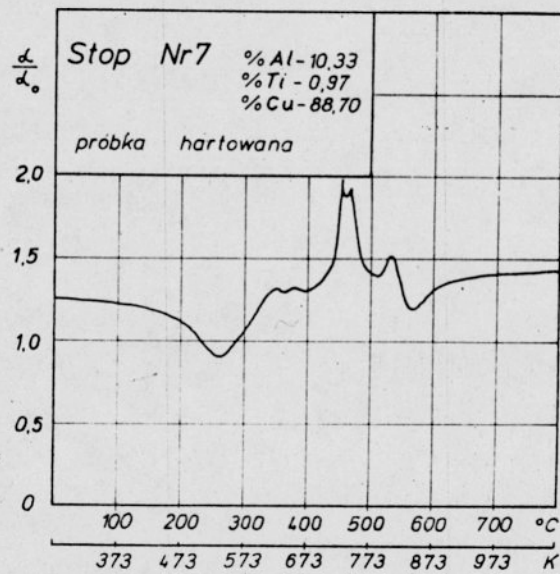
Rys. 48. Krzywa dylatometryczna stopu 6



Rys. 49. Krzywa pochodna wykonana na podstawie rys. 48



Rys. 50. Krzywa dylatometryczna stopu 7

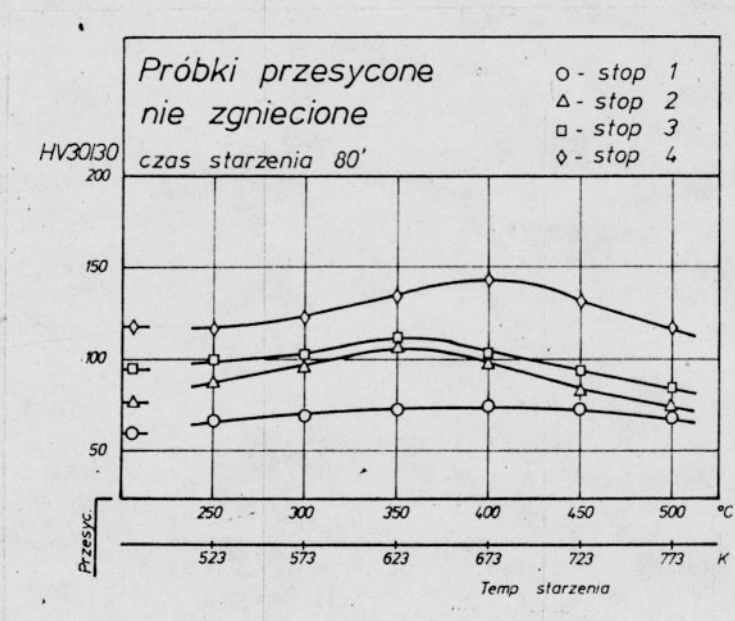


Rys. 51. Krzywa pochodna wykonana na podstawie rys. 50

5.4. Określenie warunków starzenia

Zakres temperatur i czasów starzenia stopów 1-4, przesyca-nych i zgniecionych na zimno, określono na podstawie pomiarów twardości Vickersa. W celu wyeliminowania wpływu rekrytalizacji na przebieg procesów starzenia, twardość mierzono na próbkach przesyconych, nie zgniecionych. Przesycone próbki starzo-no w temperaturach od 250 do 500°C w czasie od 10 do 160 min. Wyniki pomiarów twardości przedstawiono w postaci wykresów za-leżnie od czasu starzenia.

Na rys. 52 pokazano przykładowo przebieg zmian twardości próbek stopów 1-4 starzonych przez 80 min. w zakresie temperatur 250-500°C.



Rys. 52. Przebieg zmian twardości próbek stopów 1-4 starzonych przez 80 min. w temperaturach 250-500°C

Z pomiarów wynika, że wygrzewanie badanych stopów w zakresie temperatur 300-400°C wywołuje wzrost twardości, który może być spowodowany zachodzącymi procesami starzenia. Po podwyższeniu temperatury wygrzewania powyżej 400°C, w wyniku koagulacji wydzieleni fazy [Ti], twardość wszystkich stopów zmniejsza się w sposób wyraźny.

Opierając się na wynikach pomiarów twardości przyjęto następujące temperatury starzenia: 300, 350 i 400°C oraz czasy wygrzewania 10, 20, 40, 80 i 160 min.

6. WYNIKI BADAŃ MIKROSKOPOWYCH

6.1. Wyniki badań mikroskopowych stopu 1

P r ó b k i w y ż a r z o n e, p r z e s y c o n e i
z g n i e c i o n e

W stanie wyżarzonym struktura stopu 1 składa się z ziaren fazy α oraz niewielkiej ilości równomiernie rozmieszczonych, drobnych wydzieleni fazy [Ti]. W fazie α występują liczne bliźniaki (fot. 1).

Po przesyceniu od temperatury 900°C mikrostruktura stopu składa się z poliedrycznych ziarn fazy α z niewielką ilością bliźniaków. W niektórych ziarnach jest widoczna również niewielka ilość drobnych wtrąceń niemetalicznych (fot. 2).

Po 60% zgniocie na zimno w próbkach przesycanych są widoczne liczne pasma poślizgów i poszczególnych ziarn nie można już

odróżnić (fot. 3). Pod mikroskopem elektronowym na replikach (fot. 4) i cienkich foliach (fot. 5) w pasmach poślizgów stwierdzono występowanie mikrobliźniaków odkształcenia.

P r ó b k i s t a r z o n e

Temperatura 300°C

Badania na mikroskopie optycznym i elektronowym próbek starzonych w temperaturze 300°C w czasach od 10 do 40 min. nie wykazały dostrzegalnych zmian struktury w porównaniu do stanu wyjściowego. Na obrazie mikroskopowym cienkich folii są widoczne mikrobliźniaki odkształcenia i układy komórkowe dyslokacji. Wyrzewanie próbek w tej temperaturze przez 80 min prowadzi do zapoczątkowania zdrowienia, w wyniku którego powstają obszary o mniejszej gęstości dyslokacji (fot. 6). Obszary spolygonizowanego materiału rozrastają się wraz z upływem czasu wygrzewania. Mikrostrukturę stopu 1 po starzeniu przez 160 min w temperaturze 300°C pokazano na fot. 7.

Temperatura 350°C

Po 20 min starzenia w temperaturze 350°C, na cienkich foliach zaobserwowano już początek procesów zdrowienia przebiegających podobnie jak w temp. 300°C (fot. 8). Pierwsze zarodki zrekrytalizowanej fazy α (widoczne jako jasne ziarna z minimalną ilością dyslokacji) pojawiają się w obszarach o dużej gęstości dyslokacji i przy granicach mikrobliźniaków (fot. 9). Dłuższe czasy wygrzewania (80 min) w tej temperaturze powodują zwiększenie ilości zarodków rekrytalizacji oraz stopniowy wzrost zrekrytalizo-

wanych ziarn (fot. 10). Rekrytalizacja przebiega jednak wolno i nawet po długich czasach wygrzewania (160 min) jest widoczny jeszcze materiał niezrekrytalizowany.

Temperatura 400°C

Wygrzewanie w temperaturze 400°C przez 40 min prowadzi do pojawienia się wydzielen dyspersyjnej fazy [Ti], głównie w pasmach i liniach poślizgu materiału jeszcze niezrekrytalizowanego (fot. 11). Na replice węglowej (fot. 12) oraz cienkiej folii (fot. 13) jest widoczny postępujący proces wzrostu ilości oraz stopniowej koagulacji wydzielen fazy [Ti], po wygrzewaniu przez 160 min.

Obserwacje za pomocą mikroskopu świetlnego (fot. 14) wykazały, że rekrytalizacja nie przebiega równomiernie w całej objętości próbki i po 160 min wygrzewania są widoczne jeszcze obszary materiału nie zrekrystalizowanego całkowicie.

6.2. Wyniki badań mikroskopowych stopu 2

P r ó b k i w y ż a r z o n e, p r z e s y c o n e i
z g n i e c i o n e

W stanie wyżarzonym stop 2 jest zbudowany z fazy α i drobnych wydzielen fazy [Ti] ułożonych zgodnie z kierunkiem walcowania oraz na granicach ziarn. W ziarnach fazy α występują liczne bliźniaki (fot. 15).

Po przesyleniu od temperatury 900°C w strukturze stopu, podobnie jak w stopie 1, są widoczne regularne ziarna fazy α z bli-

znakiem oraz drobnymi wtrąceniami niemetalicznymi (fot. 16).

W stanie odkształconym w fazie α są widoczne liczne linie i pasma poślizgów (fot. 17). Na replikach, obserwowanych pod mikroskopem elektronowym, w pasmach poślizgów stwierdzono występowanie mikrobliźniaków odkształcenia (fot. 18).

P r ó b k i s t a r z o n e

Temperatura 300°C

Już po 20 min starzenia w temperaturze 300°C rozpoczyna się, widoczne tylko na cienkich foliach, zdrowienie w fazie α (fot. 19). Prowadzi to w efekcie - po 160 min - do powstania obszarów o niewielkiej gęstości dyslokacji (fot. 20 i 21), w których rozpoczyna się proces rekrytalizacji. Zarodki rekrytalizowanej fazy α powstają głównie w miejscach o większej gęstości dyslokacji, między mikrobliźniakami odkształcenia i na granicach linii poślizgów (fot. 22).

Temperatura 350°C

W próbkach starzonych w tej temperaturze pierwsze obszary zrekrystalizowane są widoczne na cienkich foliach po 80 min wygrzewania (fot. 23). W miarę przedłużania czasu wygrzewania do 160 min w zrekrystalizowanych ziarnach fazy α pojawiają się drobne, równomiernie rozmieszczone wydzielienia fazy [Ti] widoczne na fot. 24.

Temperatura 400°C

Po krótkich czasach wygrzewania (20 min) stwierdzono występowanie pomiędzy liniami poślizgów zarodków zrekrystalizowanej fazy α oraz dużej ilości drobnych wydzieleni fazy [Ti] (fot. 25). Przedłużenie czasu starzenia do 40 min powoduje, obserwowany na replikach, wzrost rozmiarów obszarów zrekrystalizowanego materiału. Jednocześnie, głównie na granicach linii poślizgów w obszarach jeszcze niezrekrystalizowanych, następuje zwiększenie ilości i rozmiarów cząstek fazy [Ti] (fot. 26). Podczas dalszego wygrzewania (80 i 160 min) rekrytalizacja postępuje równolegle z wydzieleniem się fazy [Ti] (fot. 27 i 28). Między mikroblizniakami odkształcenia występują obszary całkowicie zrekrystalizowanego materiału, wykazujące prawidłową budowę krystalograficzną (fot. 29). Potwierdzają to rozwiązane dyfraktogramy elektronowe cienkich folii (fot. 30 i 31).

6.3. Wyniki badań mikroskopowych stopu 3

P r ó b k i w y ż a r z o n e, p r z e s y c o n e i
z g n i e c i o n e

W stanie wyżarzonym stop jest zbudowany z fazy α i z fazy [Ti]. Wydzielenia fazy [Ti] mają postać wydłużonych pasemek ułożonych na granicach i wewnątrz ziarn, najczęściej zgodnie z kierunkiem obróbki plastycznej. W obszarach ziarn fazy α są widoczne liczne bliźniaki fot.[32].

W stanie przesyconym, podobnie jak w stopach poprzednich, struktura stopu składa się z ziarn fazy α z bliźniakami oraz nie-

wielkiej ilości drobnych wtrąceń niemetalicznych (fot. 33).

W stanie odkształconym w fazie α są widoczne liczne linie i pasma poślizgów (fot. 34). Podczas badań prowadzonych na mikroskopie elektronowym na replikach, w obszarach odkształconych ziarn (fot. 35), stwierdzono występowanie bardzo drobnych wydzieleni fazy [Ti].

P r ó b k i s t a r z o n e

Temperatura 300°C

Badania na mikroskopie elektronowym próbek starzonych w temperaturze 300°C wykazały występowanie niewielkiej ilości drobnych wydzieleni dyspersyjnej fazy [Ti] po 20 min wygrzewania - (fot. 36). Faza ta wydziela się z przesyconego roztworu stałego α przeważnie na granicach pasm i linii poślizgów, a ilość jej wzrasta wraz z przedłużeniem czasu wygrzewania. Podczas badań przeprowadzonych na cienkich foliach starzonych przez 160 min stwierdzono również występowanie mikroblizniaków odkształcenia (fot. 37-39), między którymi pojawiają się zarodki zrekrystalizowanej fazy α .

Temperatura 350°C

Podwyższenie temperatury starzenia prowadzi do zwiększenia ilości wydzielonej, drobnodyspersyjnej fazy [Ti] (fot. 40). Przedłużenie czasów wygrzewania w tej temperaturze powoduje jej stopniową koagulację. Niewielkie obszary zrekrystalizowanej fazy α , zaobserwowane podczas badań mikroskopowych cienkich folii starzonych przez 160 min w temperaturze 350°C, wy-

kazują prawidłową budowę krystalograficzną (fot. 41), potwierdzoną na rozwiązanych dyfraktogramach (fot. 42 i 43).

Temperatura 400°C

Wyrzewanie w tej temperaturze w czasie od 20 do 80 min powoduje znaczne nasilenie wydzielania dyspersyjnej fazy [Ti] i rekrytalizacji fazy α (fot. 44). Drobną i częściowo skoagulowaną fazą [Ti] występuje w większej ilości w liniach poślizgów obszarów jeszcze niezrekrytalizowanych (fot. 45). Po 160 min starzenia w temperaturze 400°C rekrytalizacja nie kończy się. Na cienkich foliach widoczne są jeszcze dość liczne obszary materiału niezrekrytalizowanego o dużej gęstości dyslokacji (fot. 46). Faza [Ti] występuje w postaci skoagulowanych wydzieleni głównie na granicach ziarn oraz w obszarach zrekrystalizowanej fazy α (fot. 47 i 48). Za pomocą mikroskopu optycznego stwierdzono, że podobnie jak w poprzednich stopach, procesy rekrytalizacji w poszczególnych obszarach próbki po wygrzewaniu przez 160 min wykazują niejednakowy stopień zaawansowania (fot. 49).

6.4. Wyniki badań mikroskopowych stopu 4

P r ó b k i w y ż a r z o n e , p r z e s y c o n e i
z g n i e c i o n e

W stanie wyżarzonym w osnowie fazy α stwierdzono występowanie wydzieleni fazy [Ti]. Faza ta w tym stopie jest rozmieszczona równomiernie w postaci sferoidalnych wydzieleni wewnątrz ziarn

fazy α oraz na granicach ziarn w postaci wydłużonych pasemek. W obszarach ziarn fazy α występują nieliczne bliźniaki (fot. 50).

Po przesycaeniu, struktura składa się z ziarn fazy α z bliźniakami i drobnymi wtrąceniami niemetalicznymi (fot. 51).

W stanie przesyconym i zgniecionym struktura składa się z niewielkiej ilości fazy [Ti] znajdującej się w osnowie fazy α , w której są widoczne pasma i linie poślizgów (fot. 52). Nierozpuszczona faza [Ti] jest widoczna pod mikroskopem elektronowym w postaci drobnych wydzielen w obszarach odkształconych ziarn (fot. 53).

P r ó b k i s t a r z o n e

Temperatura 300°C

Starzenie próbek w temperaturze 300°C przez 20 min powoduje pojawienie się dyspersyjnych wydzielen fazy [Ti], widocznych pod mikroskopem elektronowym, w odkształconych obszarach ziarn fazy α (fot. 54). Po 160 min wygrzewania w tej temperaturze na granicach pasm i linii poślizgów pojawiają się ziarenka zrekrystalizowanej fazy α (fot. 55). Na cienkich foliach stwierdzono, że zrekrystalizowana faza α występuje głównie w obszarach mikrobliźniaków odkształcenia i w miejscach o większej gęstości dyslokacji (fot. 56) po ich uprzednim zdrowieniu. Dyspersyjne wydzielenia fazy [Ti] są rozmieszczone głównie na granicach obszarów rekrytalizującej fazy α (fot. 57).

Temperatura 350°C

W temperaturze 350°C rekrytalizacja fazy α przebiega z większą szybkością, a koagulująca faza [Ti] przyjmuje postać coraz większych wydzielen (fot. 58 i 59). Obszary zrekrystalizowanej fazy α (fot. 60), powstałe w miejscach o większej gęstości dyslokacji (po 160 min starzenia) wykazują prawidłową budowę krystalograficzną (fot. 61 i 62). Wydzielanie dyspersyjnej fazy [Ti] przebiega równoległe z procesami rekrytalizacji w fazie α (fot. 63).

Temperatura 400°C

Zarodkowanie rekrytalizującej fazy α rozpoczyna się już po krótkich czasach starzenia (20 min) i przebiega równocześnie z wydzieleniem się fazy [Ti] (fot. 64). Zarodki te pojawiają się początkowo między liniami poślizgów w pasmach odkształconej fazy α , a po dłuższych czasach wygrzewania (40 min) również na granicach pasm poślizgów. Wygrzewanie przez 160 min w temperaturze 400°C powoduje rekrytalizację w całym obszarze próbki (fot. 65). Między pasmami poślizgów występują liczne ziarenka zrekrystalizowanej fazy α , a wydzielenia fazy [Ti] przyjmują postać ziarnistą na granicach pasm poślizgów (fot. 66). Na obrazach mikroskopowych cienkich folii stwierdzono, że wydzielenia te mają kształt krótkich igieł (fot. 67-69).

6.5. Wyniki badań mikroskopowych stopu 5

Próbki wyżarzone i zahartowane

W stanie wyżarzonym struktura stopu 5 składa się z dużych ziarn fazy α i drobnego eutektoidu $\alpha + \gamma_2$. Nie stwierdzono wydzielenia fazy tytanowej [Ti] (fot. 70).

W stopie zahartowanym od temperatury 925°C stwierdzono występowanie gruboiglastego martenzytu β' (fot. 71). Obserwowane na replikach, za pomocą mikroskopu elektronowego, bardzo drobne wżery punktowe występujące licznie na igłach martenzytu są efektem trawienia próbek odczynnikami na bazie chlorku żelazowego (fot. 72). Wżery te nie występują na cienkich foliach z badanych próbek (fot. 73) oraz po elektrolitycznym wytrawieniu próbek. Odczynnik ten nie ujawnia jednak iglastej budowy martenzytu.

Próbki odpuszczane

Temperatura 300°C

W próbkach odpuszczanych w czasach od 10 do 40 min nie stwierdzono zmian struktury - jest ona iglasta, typowo martenzytowa (fot. 74). W próbkach odpuszczanych w czasach 80 i 160 min w igłach martenzytu pojawia się spasmowanie, widoczne na cienkich foliach i replikach, pod mikroskopem elektronowym (fot. 75). Badania próbek starzonych przez 160 min, prowadzone za pomocą mikroskopu optycznego, pozwalają jedynie dostrzec ślady płaszczyzn podziału w grubych igłach martenzytu β' (fot. 76).

Temperatura 400°C

Już po 10 min odpuszczania w tej temperaturze, pod mikroskopem elektronowym na replikach stwierdzono początek spasowania igieł martenzytu (fot. 77). Pod mikroskopem optycznym zmiany te są prawie niedostrzegalne (fot. 78). Podczas badań replik i cienkich folii próbek odpuszczanych przez 20 min w temperaturze 400°C, w spasowanych igłach martenzytu stwierdzono wydzielanie się dyspersyjnej fazy [Ti] i drobnych ziarenek fazy γ_2 . Również na granicach igieł oraz na ich płaszczyznach podziału pojawiają się cienkie płytki fazy γ_2 (fot. 79-80). W niektórych próbkach w miejscach występowania drobniejszych igieł martenzytu zaczynają się tworzyć niewielkie kolonie złożone z płytek faz α i γ_2 (fot. 81).

Przedłużanie czasu odpuszczania w tej temperaturze do 40, 80 i 160 min powoduje stopniowy zanik spasowania martenzytu oraz wzrost grubości płytek fazy γ_2 na granicach igieł byłej fazy β' (fot. 82 i 83) i na niektórych granicach ziarn (fot. 84). Między igłami martenzytu pojawiają się niewielkie kolonie eutektoidu $\alpha + \gamma_2$ widoczne również pod mikroskopem optycznym (fot. 85 i 86).

Temperatura 450°C

Wygrzewanie w tej temperaturze przez 10 min powoduje spasowanie igieł martenzytu, przebiegające równolegle z wydzielaniem się dyspersyjnej fazy [Ti] i płytek fazy γ_2 (fot. 87). W niektórych miejscach próbki, między igłami fazy β' , powstają

niewielkie, widoczne pod mikroskopem optycznym kolonie eutektoïdu $\alpha + \gamma_2$ (fot. 88).

Wgrzewanie w temperaturze 450°C przez 20 min powoduje całkowity rozpad martenzytu. Powstała faza γ_2 ma kształt płytek ułożonych wzdłuż igieł byłego martenzytu, a dyspersyjna faza [Ti] przyjmuje postać drobnych kulistych wydzieleni, widocznych pod mikroskopem elektronowym (fot. 89 i 90) oraz pod mikroskopem optycznym (fot. 91).

Podczas dalszego wgrzewania w tej temperaturze faza γ_2 stopniowo koaguluje. Miejscami mieszanina faz $\alpha + \gamma_2$ ma budowę płytkową.

Temperatura 500°C

Całkowity zanik martenzytu następuje już po upływie 20 min (fot. 92). Wraz z upływem czasu odpuszczania wydzielenia fazy γ_2 przyjmują postać pasemek ułożonych wzdłuż igieł byłej fazy β' . Kształt wydzieleni fazy γ_2 i [Ti] po 80 min odpuszczania pokazano na fot. 93. Przedłużanie czasu odpuszczania do 160 min prowadzi do słabo dostrzegalnej koagulacji wydzieleni faz γ_2 i [Ti] (fot. 94).

6.6. Wyniki badań mikroskopowych stopu 6

Próbki wyżarzone i zahartowane

Struktura wyżarzonego stopu 6 składa się z dużych ziarn fazy α , eutektoidu ($\alpha + \gamma_2$) i wydzieleni fazy [Ti]. Wydzielenia tej fazy mają kształt rozetek rozmieszczonych równomiernie zarówno w obszarach fazy α , jak i eutektoidu ($\alpha + \gamma_2$). Mikrostrukturę stopu przedstawia fot. 95.

Po zahartowaniu stop wykazuje budowę drobnoiglastego martenzytu β' z drobnymi rozetkami fazy [Ti] i cienką otoczką fazy α wzdłuż niektórych granic ziarn (fot. 96 i 97). Faza [Ti] jest rozłożona równomiernie w całym przekroju próbki. Wydzieliła się ona podczas chłodzenia w wyniku zmiany rozpuszczalności tytanu w fazie β [91], prawdopodobnie w miejscach występowania faz obcych ułatwiających zarodkowanie. Świadczy o tym kształt wydzieleni tej fazy widocznych w postaci zgrupowanych sferoidów na replikach (fot. 98 i 99) i cienkich foliach próbek hartowanych (fot. 100).

Próbki odpuszczane

Temperatura 300°C

W strukturze próbek odpuszczanych w tej temperaturze przez 20 min stwierdzono występowanie dużej ilości drobnych, dyspersyjnych ziarenek fazy [Ti]. Faza ta jest rozmieszczona równomiernie na tle igieł martenzytu i wydzielonych podczas chłodzenia rozetek tej samej fazy (fot. 101). Przedłużanie czasu odpuszczania w temperaturze 300°C powoduje jedynie nieznaczny ko-

agulację dyspersyjnej fazy [Ti].

Po 80 i 160 min wygrzewania w niektórych igłach martenzytu β' pojawia się spasmowanie, widoczne jedynie na cienkich foliach (fot. 102 i 103). Nie stwierdzono natomiast występowania wydzielenia fazy γ_2 - za pomocą dyfrakcji elektronów.

Temperatura 400°C

W temperaturze 400°C już po 10 min odpuszczania na cienkich foliach stwierdzono występowania płytek fazy γ_2 wzdłuż igieł martenzytu β' (fot. 104-106). Dyfrakcja elektronowa cienkiej folii nie wykazuje obecności fazy α . Budowa krystalograficzna i odległości międzypłaszczyznowe współistniejących z sobą faz β' i γ_2 różnią się nieznacznie od parametrów, które wykazują one w stanie równowagi.

Po 20 min wygrzewania faza γ_2 jest widoczna również w postaci cienkich płytek pod mikroskopem optycznym i na replikach pod mikroskopem elektronowym (fot. 107). Faza [Ti] występuje w postaci częściowo skoagulowanych wydzieleni.

Przedłużenie czasu odpuszczania w tej temperaturze do 40 min powoduje dalszy przebieg przemiany $\beta' \rightarrow \alpha + \gamma_2$ widoczny pod mikroskopem optycznym (fot. 108) i na cienkiej folii (fot. 109) potwierdzony rozwiązana dyfrakcją elektronową (fot. 110 i 111).

Wraz z dalszym upływem czasu odpuszczania obserwuje się wyraźny wzrost grubości płytek fazy γ_2 oraz ilości i rozmiarów cząsteczek dyspersyjnej fazy [Ti] (fot. 112). W niektórych igłach fazy α , mających kształt igieł byłego martenzytu β' , pozostaje spasmowanie widoczne na fot. 113.

Temperatury 450°C i 500°C

Podwyższenie temperatury odpuszczania do 450°C i 500°C powoduje znaczny wzrost szybkości rozpadu martenzytu. Płytki fazy γ_2 powstają już po 10 min odpuszczania (fot. 116), a faza [Ti] występuje w postaci kulistych, częściowo skoagulowanych wydzieleni (fot. 117).

Wraz z upływem czasu odpuszczania (20 min) faza γ_2 zaczyna stopniowo koagulować, tworząc miejscami kolonie eutektoidu ($\alpha + \gamma_2$), widoczne pod mikroskopem optycznym (fot. 118) i na replikach (fot. 114). Dalsze wygrzewanie próbek w tych temperaturach prowadzi do częściowej koagulacji faz γ_2 i [Ti] (fot. 115). Orientacja pomartenzytyczna wydzieleni fazy γ_2 zostaje zachowana przez cały czas odpuszczania.

6.7. Wyniki badań mikroskopowych stopu 7

P r ó b k i w y ż a r z o n e i z a h a r t o w a n e

Po wyżarzeniu struktura stopu składa się z ziarn fazy α eutektoidu $\alpha + \gamma_2$ i fazy [Ti] (fot. 119). Faza [Ti] ma kształt rozetek i podłużnych wydzieleni rozmieszczonych w obszarach fazy α i eutektoidu $\alpha + \gamma_2$.

Po zahartowaniu widoczna jest drobnoiglasta struktura martenzytyczna z wydzieleniami przyeutektoidalnej fazy α wzdłuż niektórych granic ziarn (fot. 120). Badania przeprowadzone przy zastosowaniu mikroskopu elektronowego wykazały, że w obszarach igieł martenzytu występuje znaczna ilość wydzielonej podczas

chłodzenia fazy [Ti] (fot. 121). Badania te wykazały również, że w niektórych ziarnach oprócz martenzytu β' występuje iglasta faza α (fot. 122). Obszarami uprzywilejowanego wydzielania tej fazy są miejsca, w których znajdują się nierozpuszczone, sferoidalne wydzielania fazy [Ti] (fot. 123).

P r ó b k i o d p u s z c z o n e

Temperatura 300°C

Wgrzewanie w tej temperaturze przez 10 min doprowadza do spasmowania w igłach martenzytu, obserwowanego na cienkich foliach (fot. 124). Przedłużenie czasu odpuszczania do 20 min powoduje pojawienie się w pobliżu iglastej fazy α drobnych dyspersyjnych wydzieleni, wzbogaconych w aluminium (fot. 125 i 126).

Z upływem czasu odpuszczania wydzielania te stopniowo przyjmują kształt płytek fazy γ_2 rozmieszczonych między ziarnami faz α i β' (fot. 127 i 128). Po 160 min wygrzewania również na granicach igieł martenzytu i na ich płaszczyznach podziału pojawiają się płytkowe wydzielania fazy γ_2 (fot. 129 i 132). Potwierdzeniem tego są rozwiązane dyfrakcje elektronowe wykonane z omawianych obszarów (fot. 130, 131 i 133, 134).

Temperatura 400°C

Procesy odpuszczania w tej temperaturze, podobnie jak w 300°C, przebiegają równolegle dwoma sposobami. W pierwszym, po 20 min wygrzewania między ziarnami fazy α pojawiają się obszary wzbogacone w aluminium (fot. 135 i 136), które po dłuższych

czasach (40 min) przyjmują kształt nieregularnych wydzieleni fazy γ_2 (fot. 138). Faza ta pojawia się również w postaci cienkiej otoczki na niektórych granicach ziarn (fot. 139).

Drugi sposób jest typowy dla rozpadu martenzytu β' i rozpoczyna się po 20 min wygrzewania - przebiega podobnie jak w stopach opisanych już poprzednio. Proces ten jest zapoczątkowany wydzieleniem się płytek fazy γ_2 wzdłuż igieł martenzytu (fot. 137), które z upływem czasu odpuszczania stopniowo ulegają pogrubieniu.

W rezultacie, po 80 min odpuszczania struktura stopu składa się z nieregularnych wydzieleni fazy γ_2 i częściowo skoagulowanych sferoidalnych wydzieleni fazy [Ti] na tle fazy α (fot. 140). Przedłużenie czasu odpuszczania do 160 min nie powoduje zmian w obserwowanej mikrostrukturze stopu.

Temperatury 450°C i 500°C

Już po 10 min odpuszczania w tych temperaturach stwierdzono daleko zaawansowane procesy rozpadu. Struktura stopu składa się z nieregularnych wydzieleni fazy γ_2 i częściowo skoagulowanej fazy [Ti] rozmieszczonych równomiernie w osnowie fazy α . Proces ten jest widoczny zarówno pod mikroskopem optycznym (fot. 141 i 142), jak i elektronowym (fot. 143 i 144). Przedłużanie czasu odpuszczania powoduje jedynie niewielką koagulację wydzieleni tych faz oraz tworzenie się cienkiej otoczki fazy γ_2 wokół pierwotnych wydzieleni fazy [Ti] (fot. 145). Proces ten jest spowodowany prawdopodobnie wydzieleniem się aluminium z fazy [Ti], która, jak wykazano w rozdziale 8, jest związkami międzymetalic-

cznym Cu_2AlTi . Wskazywałoby to na zmienną zawartość Al w tym związku, zależną od temperatury. Pogląd ten potwierdza zmiana parametru sieciowego tej fazy przy różnej zawartości aluminium w stopach.

7. WYNIKI BADAŃ PRZEPROWADZONYCH ZA POMOCĄ ELEKTRONOWEGO MIKROSKOPU EMISYJNEGO

Badania na elektronowym mikroskopie emisyjnym EF-Z6 przeprowadzono w celu bezpośredniej obserwacji przemian zachodzących w badanych stopach w wysokich temperaturach.

Podczas badań przeprowadzonych za pomocą mikroskopu emisyjnego na stopach 1-4 przesyconych i zgniecionych na zimno, nie stwierdzono wyraźnych zmian zachodzących podczas starzenia (fot. 146). Również podczas badania przemian zachodzących w czasie odpuszczania w zahartowanych stopach 5-7 nie udało się stwierdzić występowania wyraźnych zmian struktury (fot. 147).

Taki niekorzystny wynik obserwacji jest spowodowany stosunkowo dużym zniekształceniem obrazu powierzchni próbki oraz nie-
możliwością selektywnego trawienia. W opisywanych badaniach powierzchnia była trawiona strumieniem jonów, działającym o wiele mniej selektywnie i intensywnie niż odczynniki do trawienia chemicznego. Również zasada uzyskiwania kontrastu od poszczególnych składników struktury jest całkowicie odmienną od tej, która występuje w mikroskopii transmisyjnej. W mikroskopii emisyjnej kontrast ten jest uwarunkowany różnicami w pracy wyjścia

elektronów z różnych faz występujących w stopie w określonej temperaturze. W związku z tym nie zawsze mogą być spełnione warunki uzyskania wymaganej zdolności rozdzielczej, niezbędnej do identyfikacji dyspersyjnych składników struktury. Z powodzeniem natomiast metoda ta może być stosowana do obserwacji większych wydzieleni oraz zachowania się ich w wysokich temperaturach.

Trzecim etapem prac prowadzonych na mikroskopie emisyjnym były badania rozpuszczalności pierwotnej fazy [Ti] w stopie 7, w celu określenia optymalnej temperatury hartowania. Stwierdzono możliwość prowadzenia dokładnej obserwacji procesów zachodzących podczas rozpuszczania fazy [Ti] w wysokich temperaturach, wraz z określeniem wpływu czasu i temperatury (fot. 148-151).

Przebieg rozpuszczania fazy [Ti] opisano szczegółowo w podrozdziale 5.2. Temperatura, w której faza [Ti] ulega rozpuszczeniu w osnowie fazy β wynosi 900°C - po 30 min wygrzewania. Jest to temperatura zgodna z tą, którą podają Panseri i Leoni na wykresie pseudopodwójnym [120].

8. WYNIKI BADAŃ: RENTGENOGRAFICZNYCH, DYFRAKCYJNYCH
I Z MIKROANALIZATORA RENTGENOWSKIEGO

Badania rentgenograficzne metodą Debey'a-Scherrera przeprowadzono na preparatach proszkowych, izolatach fazy [Ti] ze stopów 3W, 4W, 6H i 7H. W celu identyfikacji tej fazy, prążki występujące na rentgenogramach ponumerowano i zmierzono promienie pierścieni dyfrakcyjnych. Odległości mierzone z dokładnością do 0,01 mm, posługując się komparatorem U3A-2 (prod. ZSRR). Ze względu na średnicę pręcika wprowadzono poprawkę (Δl) na określenie odległości rzeczywistej (l_{rzecz}) ze wzoru:

$$l_{\text{rzecz}} = l - \Delta l = l - \frac{s}{2} (1 + \cos 2\theta),$$

w którym

- l - połowa odległości między prążkami o takich samych wskaźnikach,
- s - średnica pręcika,
- θ - kąt padania promieni rtg na płaszczyznę atomową.

Poprawkę Δl określono z tablic zamieszczonych w pracy [149], a wartości odległości międzypłaszczyznowych dla promieniowania $\text{CoK}\alpha$ odczytało z tablic w pracy [150]. Przykład obliczeń dla próbek 4W i 7W przedstawiono w tabelach 4 i 5.

Na podstawie analizy obrazów dyfrakcyjnych, z których dwa przedstawiono na rys. 54 i 55 stwierdzono, że budowa krystalograficzna izolowanej fazy [Ti] w badanych próbkach jest prawie identyczna. Faza ta krystalizuje w układzie regularnym o sieci

typu $L2_1$ i parametrze sieciowym $a = 6,004 \pm 0,003 \text{ \AA}$ w stopach zawierających ok. 5% Al i $a = 6,018 \pm 0,003 \text{ \AA}$ w stopach zawierających ok. 10% Al. Parametry sieciowe tej fazy określono metodą ekstrapolacji, w funkcji $\cos^2 \theta$.

Uzyskane wyniki nieznacznie różnią się od danych zawartych w pracach Virdisa i Zwickera [109] oraz Kubiaka [91]. Autorzy ci podają, że faza [Ti] ma wzór stechiometryczny Cu_2AlTi i parametr sieciowy $a = 6,01$ [109] oraz $a = 6,005 \pm 0,001 \text{ \AA}$ [91]. Wyniki te nie są zgodne z danymi Pearsona [151], wg którego faza ta o wzorze Cu_2AlTi krystalizuje w sieci A2 o parametrze sieciowym $a = 2,94 \text{ \AA}$. Stwierdzono również brak zgodności z danymi Wigdorowicza, Malciewa i Krestownikowa [112], wg których w brązach aluminiowych z niewielką ilością tytanu występuje międzymetaliczna faza Cu_3Ti . Parametru sieciowego badanej fazy autorzy ci jednak nie podali. Według Karlsona [103] faza ta krystalizuje w układzie ortorombowym i parametrach sieciowych: $a = 2,59 \text{ \AA}$, $b = 4,515 \text{ \AA}$ i $c = 4,322 \text{ \AA}$.

Równoległe z badaniami rentgenograficznymi wykonano analizę dyfraktogramów z replik ekstrakcyjnych. Miały one na celu sprawdzenie, czy zarówno pierwotne, jak i drobnodispersyjne wydzielienia fazy [Ti] mają tę samą budowę krystalograficzną.

Dyfraktogramy rozwiązywano opierając się na wynikach cechowania mikroskopu zależność stałej $2\lambda L$ od prądów soczewek i kąta ugięcia wiązki elektronów [141]. Podczas obliczeń stosowano się do wskazówek zawartych w pracach [142-144]. Pomiaru średnic okręgów dyfraktogramów pierścieniowych dokonano za pomocą fotometru GII (firmy Zeiss) sprzężonego z rejestratorem samopiszącym

G1B1 (firmy Zeiss). Dokładność odczytu wynosiła $\pm 0,1$ mm.

Odległości międzypłaszczyznowe określano ze wzoru:

$$d = \frac{2\lambda L}{D},$$

w którym

- d - odległość międzypłaszczyznowa [$\overset{\circ}{\text{Å}}$],
- D - średnica pierścienia na dyfraktogramie [mm],
- $2\lambda L$ - stała mikroskopu [$\text{mm} \cdot \overset{\circ}{\text{Å}}$],
- λ - długość fali wiązki elektronów [$\overset{\circ}{\text{Å}}$],
- L - efektywna długość kamery (pomiędzy preparatem i płaszczyzną ekranu w mikroskopie) [mm].

Na podstawie analizy obrazów dyfrakcyjnych, z których dwa przedstawiono na rys. 59 i 60, stwierdzono, że budowa krystalograficzna ekstrahowanej fazy [Ti] jest identyczna we wszystkich badanych próbkach. Przykład obliczeń dla próbek 6H i 7H zawiera tabela 9.

Uzyskane wyniki odległości międzypłaszczyznowych zgodne są z wynikami badań rentgenograficznych i odpowiadają związkowi Cu_2AlTi krystalizującemu w sieci $L2_1$. Dokładność metody jest zadowalająca, a wyniki nie różnią się od otrzymanych metodą rentgenograficzną więcej niż o $0,05 \overset{\circ}{\text{Å}}$. Stwierdzono również identyczną budowę krystalograficzną pierwotnych wydzieleni związku Cu_2AlTi i dyspersyjnych cząstek tej fazy wydzielonych podczas odpuszczania lub starzenia.

• Łącznie z opisanymi wcześniej pracami prowadzono również badania za pomocą dyfraktometru rentgenowskiego HZG-3 (prod. NRD).

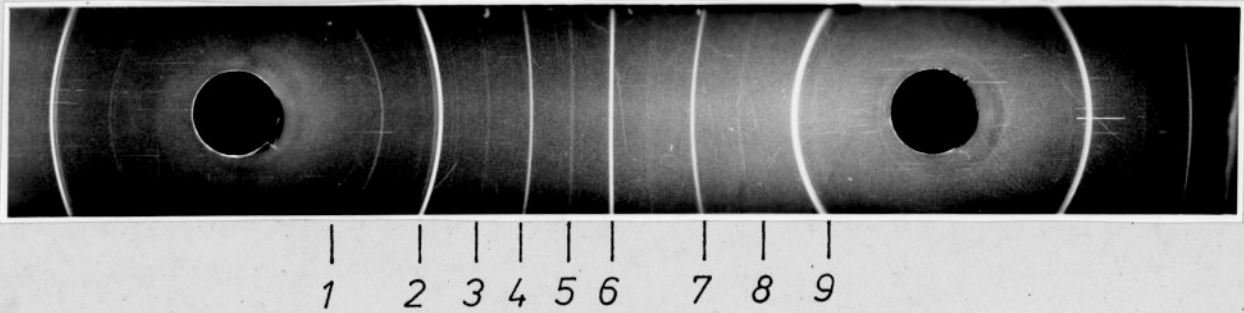
Miały one na celu określenie parametrów sieciowych martenzytu β' , fazy α i fazy [Ti] bezpośrednio na próbkach masywnych. Dane te były niezbędne dla kontroli odległości międzypłaszczyznowych badanych faz, uzyskanych przez rozwiązywanie elektronogramów cienkich folii.

Dyfraktogramy uzyskane z próbek 4W, 6W, 7H pokazano na rys. 56, 57 i 58, a przykłady obliczeń dla stopów 4, 6 i 7 umieszczono w tabelach 6, 7 i 8.

Uzyskane wyniki odległości międzypłaszczyznowych martenzytu β' w próbkach 6H i 7H różnią się nieznacznie od danych zawartych w pracy Warlimonta i Wilkensa [53]. Spowodowane jest to najprawdopodobniej inną zawartością aluminium i obecnością tytanu. Występowanie refleksów świadczących o istnieniu fazy α , wspólnie z martenzytem β' , w zahartowanej próbce stopu 7 potwierdza wyniki wcześniejszych badań z zastosowaniem mikroskopu elektronowego, wskazujących również na istnienie tej fazy.

Wyniki obliczeń parametru sieciowego fazy α wykazują zadowalającą zgodność z danymi w pracy [152]. Na uwagę zasługuje brak refleksów pochodzących od wydzieleni fazy [Ti]. Spowodowane jest to niewielką ilością tej fazy oraz małą intensywnością jej refleksów w stosunku do intensywności refleksów osnowy.

Obliczenia rozwiązywanych dyfraktogramów cienkich folii z fazą γ_2 kontrolowano przez porównanie otrzymanych wyników z wynikami uzyskanymi z rentgenogramów proszkowych tej fazy [152].



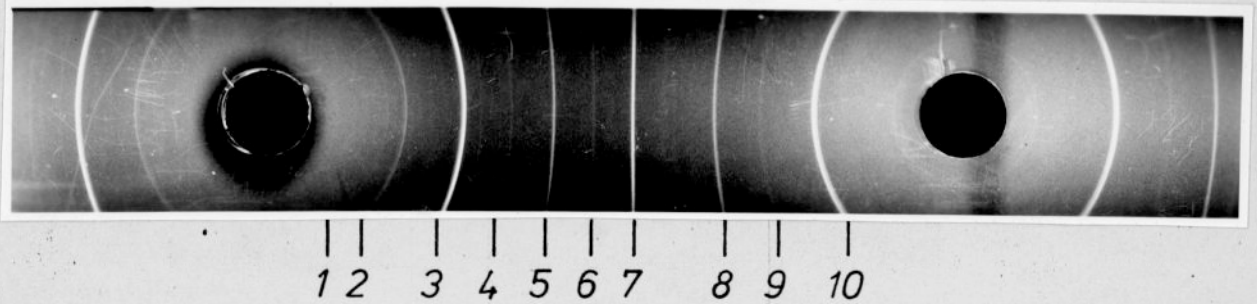
Rys. 54. Rentgenogram izolatu fazy [Ti] ze stopu 4W

T a b e l a 4

Wyniki badań rentgenograficznych izolatu fazy [Ti] ze stopu 4W

Nr prążka	$l = \theta$ 1mm=1°	Pop- rawka - Δl [mm]	θ rzecz [°]	d [Å]	Wskaź- niki (hkl)	Intensywność		a [Å]
						Obserwow.	Oblicz. ^{*)}	
1.	17,628	0,18	17,47	2,981	200	ok. 5	10	5,963
2.	25,185	0,17	25,05	2,114	220	100	100	5,979
3.	31,298	0,15	31,19	1,728	222	ok. 2	2	5,987
4.	36,830	0,13	36,75	1,496	400	27	16	5,984
5.	42,021	0,11	41,97	1,338	420	ok. 4	3	5,985
6.	47,136	0,09	47,11	1,221	422	75	26	5,985
7.	57,715	0,06	57,71	1,058	440	32	10	5,989
8.	63,586	0,05	63,58	0,999	422,600	ok. 2	3	5,997
9.	70,730	0,02	70,72	0,948	620	55	18	5,997

*) - wg pracy [91]



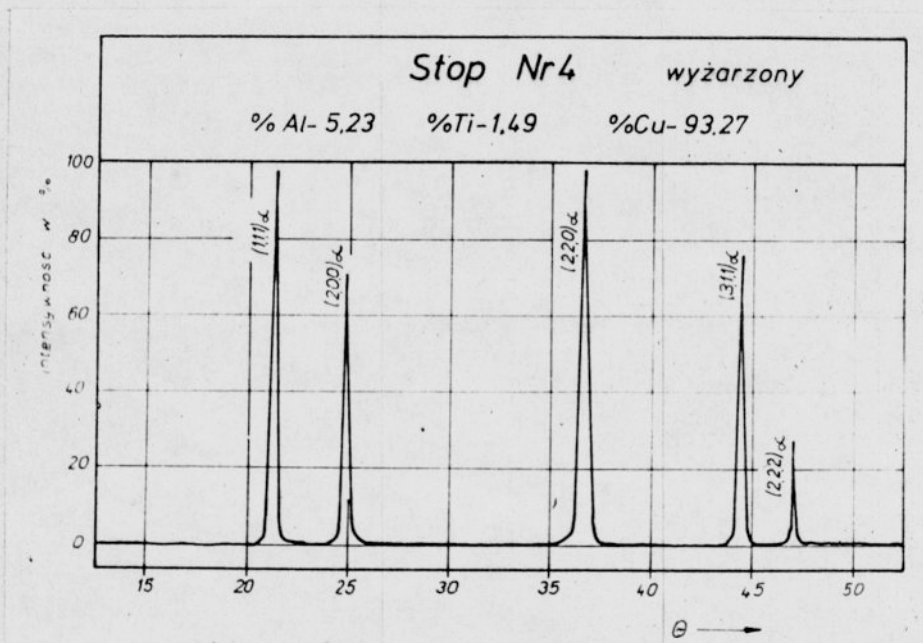
Rys. 55. Rentgenogram izolatu fazy [Ti] ze stopu 7H

Tabela 5

Wyniki badań rentgenograficznych izolatu fazy [Ti] ze stopu 7H

Nr prążka	$1 = \theta$ 1mm=1°	Pop- rawka - Δl [mm]	θ rzecz [°]	d [Å]	Wskaz- niki (hkl)	Intensywność		a [Å]
						Obserwow.	Oblicz. ^{*)}	
1.	15,017	0,19	14,84	3,494	111	ok. 1	4	6,053
2.	17,484	0,18	17,31	3,008	200	ok. 3	10	6,016
3.	25,119	0,17	24,96	2,121	220	100	100	5,999
4.	31,224	0,15	31,09	1,733	222	ok.15	2	6,004
5.	36,728	0,13	36,62	1,500	300	40	16	6,002
6.	41,940	0,11	41,85	1,341	420	ok. 2	3	5,999
7.	47,000	0,09	46,94	1,225	422	80	26	6,000
8.	57,449	0,06	57,42	1,062	440	45	10	6,009
9.	63,230	0,05	63,22	1,002	442,600	ok. 2	3	6,015
10.	70,262	0,02	70,26	0,951	620	75	18	6,014

^{*)} - wg pracy [91]

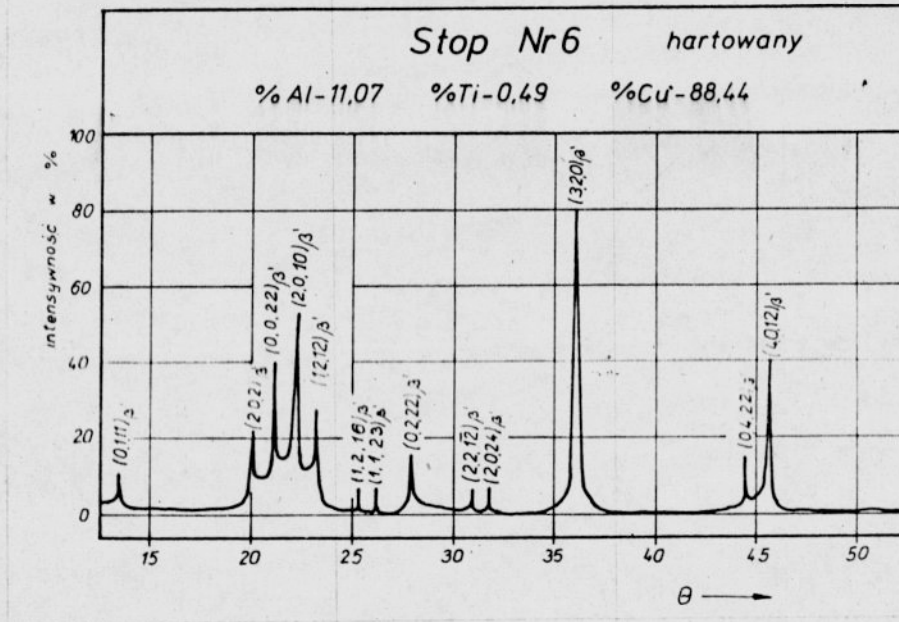


Rys. 56. Dyfraktogram stopu 4 w stanie wyżarzonym

T a b e l a 6

Wyniki badań dyfraktometrycznych stopu 4W

Nr linii	θ [°]	d [Å]	Wskaźniki (hkl)	$a_{Cu\alpha}$ [Å]
1.	21,42	2,110	111	3,654
2.	24,95	1,827	200	3,654
3.	36,62	1,292	220	3,654
4.	44,42	1,101	311	3,651
5.	47,00	1,054	222	3,651



Rys. 57. Dyfraktogram stopu 6 w stanie hartowanym

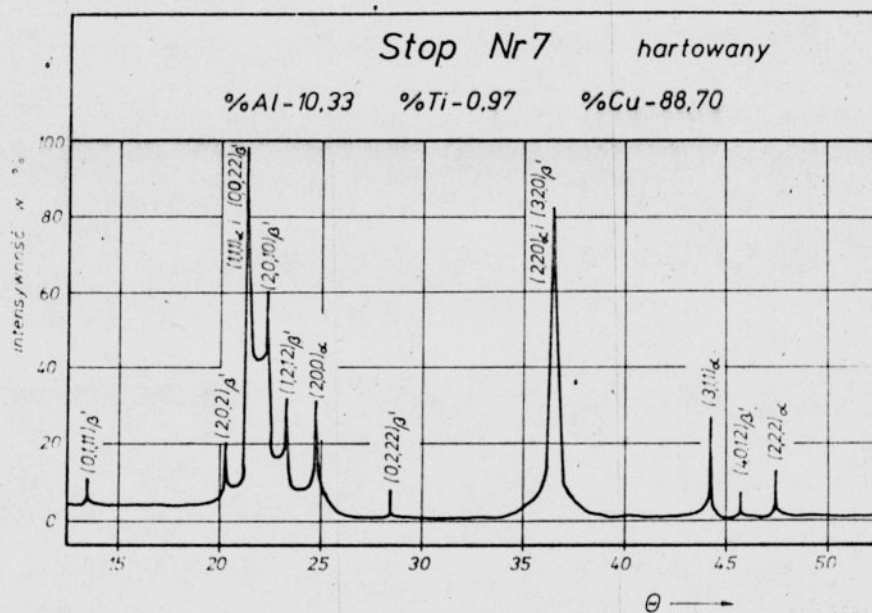
T a b e l a 7

Wyniki badań dyfraktometrycznych stopu 6H

Nr linii	θ [$^{\circ}$]	Intensywność		d [\AA]	Wskaźniki (hkl) $_{\beta'}$	Uwagi
		Obserwow.	Oblicz.			
1.	13,70	10	26	3,255	0,1,11	☒ ☒ ☒ ☒
2.	20,10	21	70	2,243	1,0,2	
3.	21,22	40	190	2,129	0,0,22	
4.	22,35	53	230	2,027	2,0,10	
5.	23,20	24	410	1,956	1,2,12	
6.	25,40	5	8	1,797	1,2,16	
7.	26,22	5	8	1,744	1,1,23	
8.	28,02	17	10	1,641	0,2,22	
9.	31,00	5	6	1,496	2,2,12	
10.	31,85	6	26	1,460	2,0,24	
11.	36,10	80	351	1,308	3,2,0	
12.	44,45	16	87	1,100	0,4,22	
13.	45,35	40	168	1,083	4,0,12	

☒) - refleksy pochodzące od nadstruktury martenzytu β' ,

☒☒) - wg pracy [53].



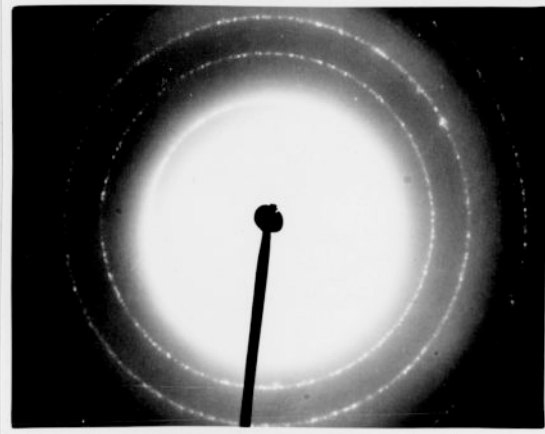
Rys. 58. Dyfraktogram stopu 7 w stanie hartowanym

Tabela 8

Wyniki badań dyfraktometrycznych stopu 7H

Nr linii	θ [°]	d [Å]	Wskaźniki (hkl) _{β'} ^{☒☒}	Wskaźniki (hkl) _{Cuα}	Uwagi
1.	13,70'	3,255	0,1,11		☒
2.	20,27	2,225	2,0,2		
3.	21,35	2,117	0,0,22	111	☒
4.	22,32	1,947	1,2,12		
5.	23,32	1,947	1,2,12		
6.	24,78	1,839		200	
7.	28,40	1,620	0,2,22		☒
8.	36,52	1,295	3,2,0	220	
9.	44,24	1,105		311	
10.	45,76	1,076	4,0,12		
11.	46,68	1,059		222	

☒) - refleksy pochodzące od nadstruktury martenzytu β',
 ☒☒) - wg pracy [53].



Rys. 59. Obraz dyfrakcyjny dyspersyjnych wydzieleni fazy [Ti]
(replika ekstrakcyjna), stop 6H



Rys. 60. Obraz dyfrakcyjny pierwotnych wydzieleni fazy [Ti]
(replika ekstrakcyjna), stop 7H

T a b e l a 9

Wyniki pomiarów odległości międzypłaszczyznowych fazy [Ti] przy zastosowaniu dyfrakcji elektronów

Lp	Próbka 6H			Próbka 7H			Wskaźniki (hkl) [Ti]
	D [mm]	$2\lambda L$ [mm·Å]	d [Å]	D [mm]	$2\lambda L$ [mm·Å]	d [Å]	
1.	30,6	63,6	2,07	31,4	65,5	2,08	220
2.	-	-	-	36,7	65,3	1,77	222
3.	43,6	63,2	1,44	44,8	65,1	1,45	400
4.	-	-	-	48,4	65,0	1,34	420
5.	53,0	62,8	1,18	53,5	64,9	1,21	422
6.	-	-	-	62,1	64,6	1,04	440
7.	68,2	62,4	0,91	69,0	64,4	0,93	620

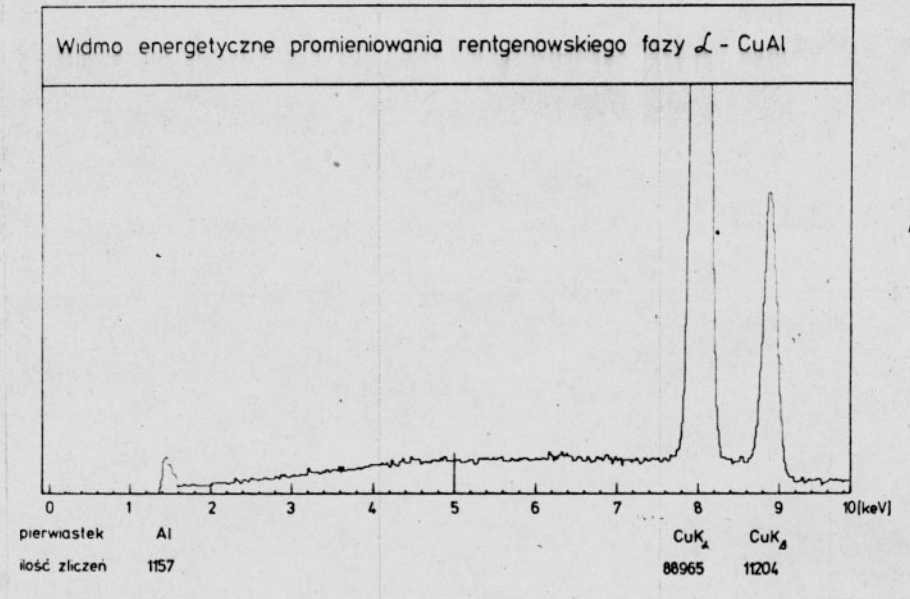
W celu uzupełnienia wyników badań rentgenograficznych, przeprowadzono również badania rozmieszczenia składników stopu w strukturze próbek, oraz w obszarach występowania faz α i [Ti]. Badania te wykonano na próbkach stopów 4, 6, 7 za pomocą mikroskopu scanningowego Cambridge Stereoscan - 180 z układem do mikroanalizy firmy Link-Systems.

Na fot. 152 pokazano obraz wydzieleni fazy [Ti] w osnowie fazy α stopu nr 7 w stanie wyżarzonym uzyskany za pomocą mikroskopu scanningowego w zakresie elektronów odbitych. Fot. 153-155 ilustrują rozmieszczenie miedzi, aluminium i tytanu w fazie [Ti] oraz w fazie α wzdłuż linii zaznaczonej na fot. 152. Z przedstawionych wykresów wynika, że aluminium w stopie jest rozłożone równomiernie, a rozpuszczalność tytanu w fazie α jest bardzo mała. W obszarach wydzieleni fazy [Ti] występuje podwyższona koncentracja tytanu oraz zmniejszona zawartość miedzi.

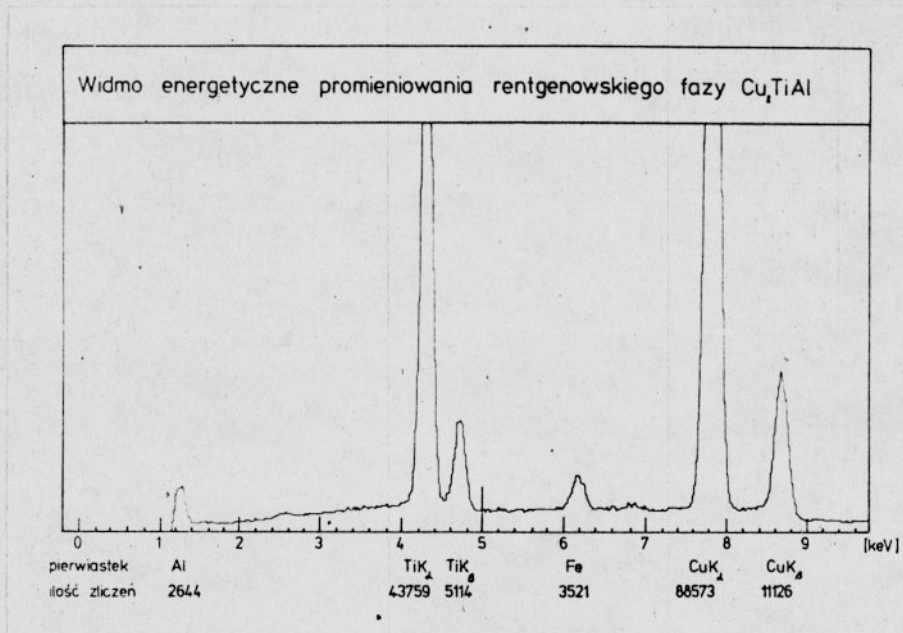
Za pomocą spektrometru półprzewodnikowego do dyspersji energii promieniowania rentgenowskiego firmy Link Systems wykonano również mikroanalizę z obszarów faz [Ti] i α w stopie 7 w stanie wyżarzonym. Widma energetyczne tych faz uzyskane za pomocą rejestratora samopiszącego sprzężonego z układem zliczającym ilość kwantów promieniowania rentgenowskiego pokazano na rys. 61 i 62. Potwierdzają one dobrze wyniki przeprowadzonych wcześniej badań.

Nie stwierdzono występowania refleksów wskazujących na obecność tytanu w fazie α (rys. 61), co świadczy o jego minimalnej rozpuszczalności w tej fazie. W wydzieleniach fazy Cu_2AlTi potwierdzono obecność występowania miedzi, aluminium i tytanu. Obecność refleksów pochodzących od żelaza, w fazie Cu_2AlTi - rys. 62

należy tłumaczyć zanieczyszczeniami występującymi w tytanie użytym do badań.



Rys. 61. Widmo energetyczne promieniowania rentgenowskiego fazy α



Rys. 62. Widmo energetyczne promieniowania rentgenowskiego fazy Cu₂TiAl

9. WYNIKI BADAŃ WYTRZYMAŁOŚCIOWYCH

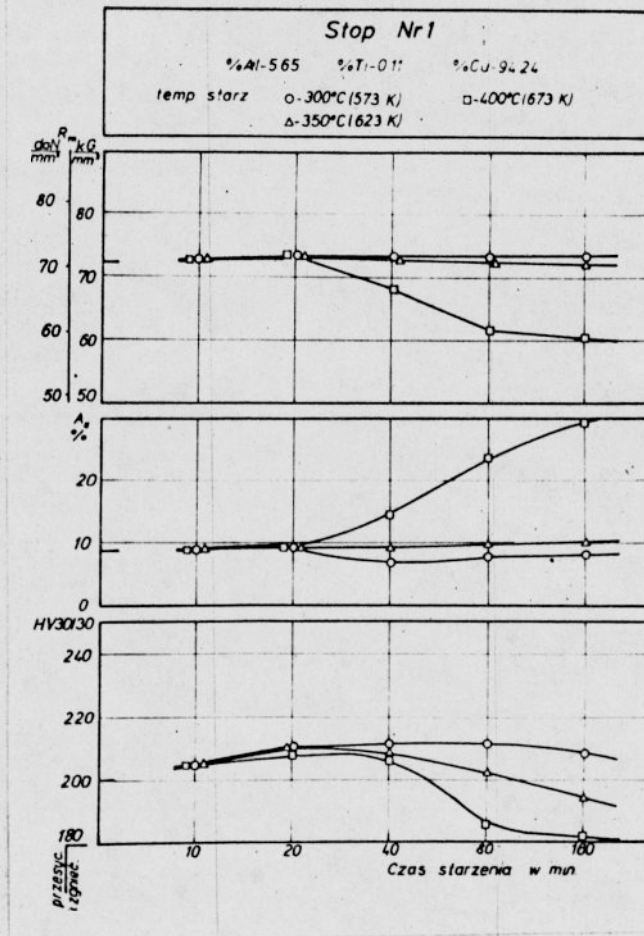
9.1. Wyniki badań wytrzymałościowych stopu 1

Zmiany własności mechanicznych wywołane starzeniem w różnych czasach i temperaturach próbek stopu 1 przedstawiono na rys. 63. Na wykresie tym, podobnie jak i na następnych po lewej stronie zaznaczono własności stopu po przesyleniu od temperatury 900°C i 60% zgnioście na zimno.

W stanie wyżarzonym stop ten wykazuje bardzo dobre własności plastyczne, o czym świadczy wydłużenie wynoszące aż 73,8%. Wytrzymałość na rozciąganie R_m wynosi 340,5 MPa (34,7 kG/mm²), a twardość 73,0 HV30/30.

Po przesyleniu i zgnioście na zimno nastąpił znaczny wzrost wytrzymałości i twardości oraz obniżenie wydłużenia w stosunku do próbek wyżarzonych. Własności te wynoszą odpowiednio:

$$R_m = 705 \text{ MPa} (71,9 \text{ kG/mm}^2) ; A_5 = 8,0\% ; \text{twardość } 200 \text{ HV30/30}$$



Rys. 63. Własności mechaniczne stopu 1 w zależności od temperatury i czasu starzenia ^{z)}

^{z)} Na wykresach wykonanych w ub. roku wytrzymałość na rozciąganie określono w daN/mm², podobnie jak to spotyka się w niektórych normach, natomiast w tekście zastosowano zalecaną obecnie jednostkę miary, czyli MPa (1 daN/mm² = 10 MPa).

Jak wynika z wykresu, wygrzewanie w temperaturach 300°C i 350°C nie wywiera istotnego wpływu na zmianę własności mechanicznych stopu. Jedynie po 80 min starzenia w temperaturach 300 i 350°C następuje spadek twardości, spowodowany zdrowieniem (w 300°C) i powstawaniem zarodków rekrytalizacji (w 350°C).

Rozpoczęcie rekrytalizacji w temperaturze 400°C po 20 minutowym wygrzewaniu zaznacza się na krzywych zmian wyraźnym obniżeniem wytrzymałości na rozciąganie i twardości oraz wzrostem wydłużenia. W miarę postępującego procesu rekrytalizacji zmiany te stają się coraz bardziej widoczne i dominują nad zmianami wywołanymi niewielką ilością dyspersyjnych wydzieleni fazy [Ti]. Po wygrzewaniu przez 160 min w temperaturze 400°C wytrzymałość na rozciąganie wynosi $R_m = 593,5 \text{ MPa}$ ($60,5 \text{ kg/mm}^2$), a twardość 180,5 HV. Są to wartości większe niż dla stopu w stanie wyżarzonym, co świadczy o niezakończonym procesie rekrytalizacji fazy α .

9.2. Wyniki badań wytrzymałościowych stopu 2

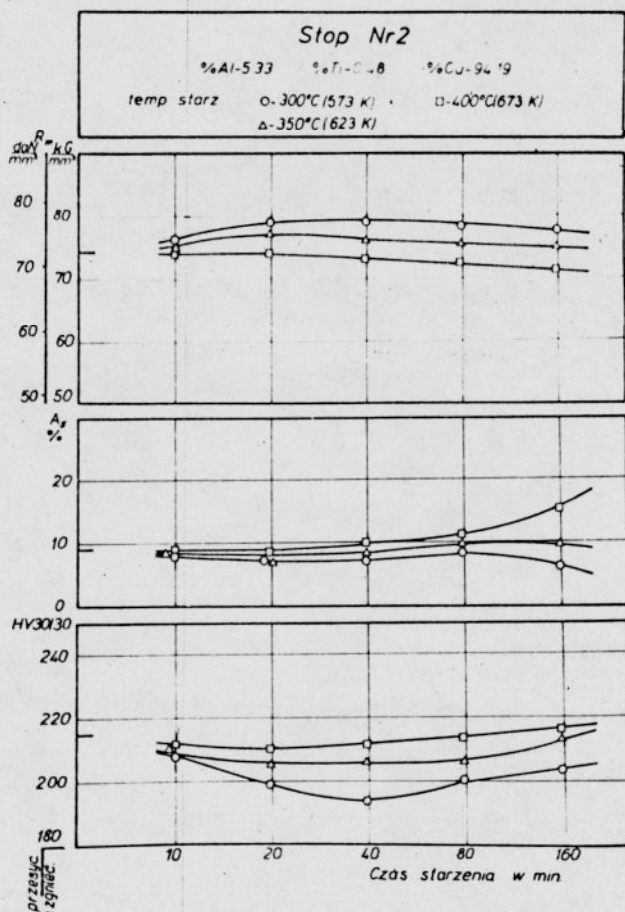
Znacznie większa zawartość tytanu w stopie 2 w stosunku do stopu 1 spowodowała stosunkowo niewielkie zmiany własności mechanicznych, zarówno próbek wyżarzonych, jak i odkształconych plastycznie. Odpowiednie wartości wynoszą po wyżarzeniu:

$$R_m = 360 \text{ MPa} (36,7 \text{ kg/mm}^2); A_5 = 68,9\%; \text{ twardość } 77,0 \text{ HV } 30/30$$

natomiast po odkształceniu:

$R_{m} = 725,5 \text{ MPa}$ ($74,0 \text{ kg/mm}^2$); $A_5 = 8,3\%$; twardość 215 HV 30/30.

Wpływ temperatury i czasu starzenia na zmianę własności mechanicznych stopu pokazano na rys. 64.



Rys. 64. Własności mechaniczne stopu 2 w zależności od temperatury i czasu starzenia

Podczas starzenia w temperaturze 300°C w czasie 40 min obserwuje się spadek twardości stopu przy stosunkowo niewielkiej zmianie wytrzymałości na rozciąganie. Zmiany te związane są prawdopodobnie z intensywnie zachodzącymi procesami zmiękania i odprężania poprzedzającymi właściwą rekryształizacją. Początek rekryształizacji stopu (po 160 min starzenia) zaznacza się obniże-

niem krzywej charakteryzującej wytrzymałość stopu na rozciąganie.

W temperaturze 350°C oprócz procesów rekrytalizacji rozpoczyna się również wydzielanie dyspersyjnej fazy [Ti]. Z powodu niewielkiego przesylenia fazy α ilość wydzielającej się fazy [Ti] jest jednak niewielka i zmiany wywołane rekrytalizacją dominują nad zmianami wywołanymi utwardzaniem dyspersyjnym. Wytrzymałość na rozciąganie, wydłużenie i twardość stopu nie ulegają zasadniczym zmianom.

Podczas starzenia w temperaturze 400°C proces wydzielania dyspersyjnej fazy [Ti] z roztworu stałego α i rekrytalizacja przebiega równolegle. Z przebiegu krzywych zmian własności wynika, że zmiany wywołane rekrytalizacją są kompensowane zmianami wywołanymi utwardzaniem dyspersyjnym. Wskutek tego własności mechaniczne stopu utrzymują się na prawie niezmiennym poziomie przez 80 min starzenia. Wygrzewanie przez 160 min w tej temperaturze powoduje wyraźny wzrost wydłużenia związany z przeważającym wpływem rekrytalizacji fazy α . Wygrzewanie w tej temperaturze nie doprowadza jednak jeszcze do uzyskania własności takich jak w stanie wyżarzonym.

9.3. Wyniki badań wytrzymałościowych stopu 3

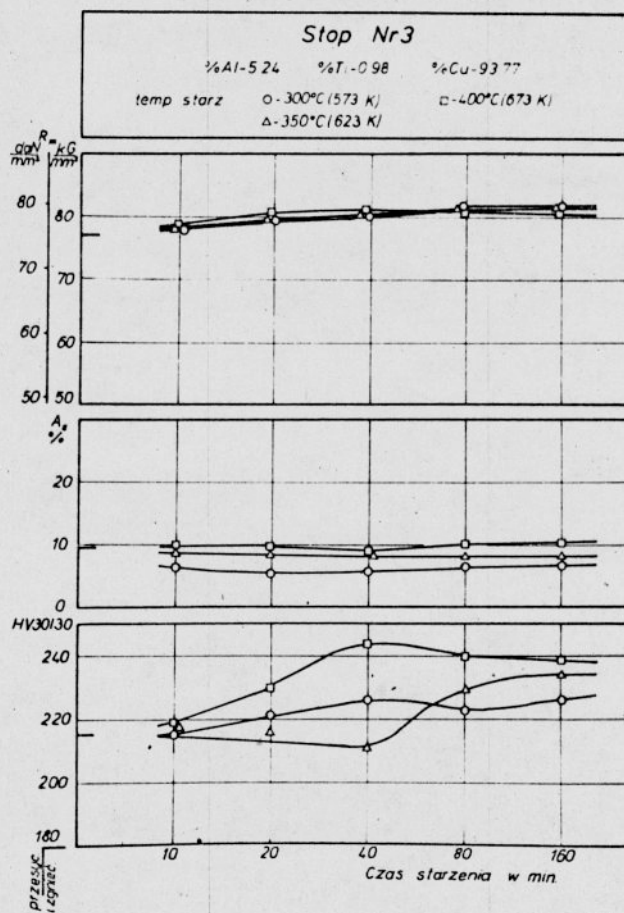
Dwukrotne zwiększenie zawartości tytanu w stopie 3 w stosunku do stopu 2 wywołało dość znaczne zmiany własności mechanicznych zarówno w próbkach wyżarzonych, jak i odkształconych plastycznie. W stanie wyżarzonym wynoszą one:

$R_m = 409 \text{ MPa}$ ($41,7 \text{ kG/mm}^2$); $A_5 = 57\%$; twardość $88,5 \text{ HV } 30/30$,

a po odkształceniu:

$R_m = 750 \text{ MPa}$ ($76,5 \text{ kG/mm}^2$); $A_5 = 8,4\%$; twardość $218 \text{ HV } 30/30$.

Wpływ temperatury i czasu starzenia na zmianę własności mechanicznych pokazano na rys. 65.



Rys. 65. Własności mechaniczne stopu 3 w zależności od temperatury i czasu starzenia

Podobnie jak w stopach poprzednich, starzenie w temperaturach 300°C , 350°C i 400°C powoduje wzrost wytrzymałości na roz-

ciąganie. Wartości R_m uzyskane podczas starzenia w tych temperaturach praktycznie nie różnią się między sobą. Jak wynika z przeprowadzonych badań mikroskopowych, procesy wydzielania dyspersyjnej fazy [Ti] i rekrytalizacji fazy α rozpoczynają się w tym stopie prawie jednocześnie w temp. 300°C i przebiegają równoległe. Tym też należy tłumaczyć stosunkowo niewielkie zmiany wytrzymałości na rozciąganie i twardości stopu podczas starzenia. Maksymalną wytrzymałość na rozciąganie $R_m = 805 \text{ MPa}$ ($82,1 \text{ kg/mm}^2$), przy $A_5 = 7,7\%$ i twardości 230 HV 30/30 otrzymano po starzeniu w temperaturze 300°C przez 160 min.

Nieco lepszy zespół własności mechanicznych uzyskano po starzeniu próbek w temperaturze 400°C przez 20 i 40 min. Wytrzymałość na rozciąganie wynosi wtedy: $R_m = 794,5 \text{ MPa}$ ($81,0 \text{ kg/mm}^2$) przy wydłużeniu $A_5 = 10\%$ i twardości 245 HV 30/30. Taka zmiana własności jest spowodowana wydzielaniem dyspersyjnej fazy [Ti] w pasmach poślizgów rekrytalizującej fazy α . Na wykresie zmian własności widać również, że rekrytalizacja powoduje nieznaczne obniżenie twardości i wytrzymałości oraz wzrost wydłużenia próbek starzonych w temperaturze 400°C przez 20 i 40 min. Wytrzymałość na rozciąganie wynosi wtedy: $R_m = 794,5 \text{ MPa}$ ($81,0 \text{ kg/mm}^2$) przy wydłużeniu $A_5 = 10\%$ i twardości 245 HV 30/30. Taka zmiana własności jest spowodowana wydzielaniem dyspersyjnej fazy [Ti] w pasmach poślizgów rekrytalizującej fazy α . Na wykresie zmian własności widać również, że rekrytalizacja powoduje nieznaczne obniżenie twardości i wytrzymałości oraz wzrost wydłużenia próbek starzonych w temperaturze 400°C przez 80 min. Własności mechaniczne stopu są wówczas następujące:

$R_m = 789,5 \text{ MPa (80,5 kG/mm}^2\text{)}$; $A_5 = 11\%$; twardość 238 HV 30/30.

9.4. Wyniki badań wytrzymałościowych stopu 4

W stopie 4 zawierającym 1,5% tytanu własności mechaniczne w stanie wyżarzonym są następujące:

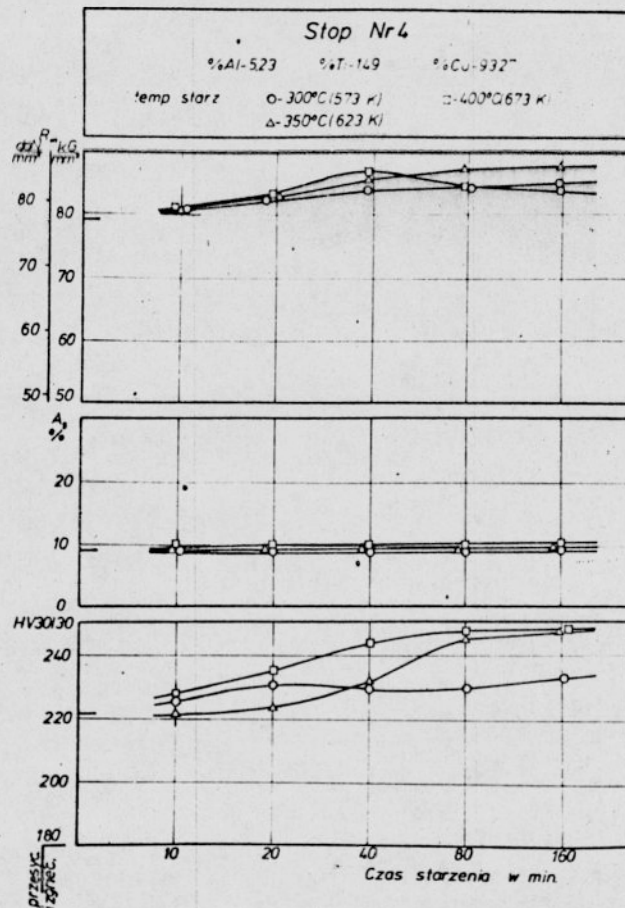
$R_m = 420,5 \text{ MPa (42,9 kG/mm}^2\text{)}$; $A_5 = 50\%$; twardość 89,6 HV 30/30

Po przesyleniu i zgnieciu:

$R_m = 772 \text{ MPa (78,7 kG/mm}^2\text{)}$; $A_5 = 8,5\%$; twardość 222 HV 30/30.

W stosunku do stopów omawianych poprzednio własności mechaniczne zarówno w stanie wyżarzonym, jak i zgniecionym uległy zwiększeniu. Spowodowane jest to większą ilością fazy [Ti], której wydzielenie, podobnie jak w stopie 3, nieznacznie wyprzedza rekrytalizację w temperaturze 300°C. W temperaturach 350°C i 400°C procesy starzenia i rekrytalizacji fazy α przebiegają równolegle.

Wpływ temperatury i czasu starzenia na zmianę własności mechanicznych stopu pokazano na rys. 66.



Rys. 66. Własności mechaniczne stopu 4 w zależności od temperatury i czasu starzenia

Jak wynika z przedstawionego wykresu, przebieg zmian własności i ich charakter, po starzeniu w różnych temperaturach i czasach, jest podobny do zmian zachodzących w stopie 3. Zwiększenie twardości i wytrzymałości następuje wraz z upływem czasu starzenia w temperaturach 300°C i 350°C. Zmiany te są związane z procesami starzenia zachodzącymi w fazie α . Największą wytrzymałość na rozciąganie $R_m = 852 \text{ MPa}$ ($86,9 \text{ kg/mm}^2$) przy $A_5 = 10\%$ i twardości 248 HV 30/30 wykazuje stop po starzeniu w temperaturze 350°C przez 160 min.

Wyraźniejszy wpływ rekrytalizacji w temperaturze 400°C po 40 min wygrzewania zaznacza się przegięciem krzywej charakteryzującej wytrzymałość stopu. Nie wpływa ona jednak w zasadniczy sposób na przebieg zmian wydłużenia i twardości stopu. Najdłuższe czasy wygrzewania 160 min w temperaturze 400°C nie kończą procesów rekrytalizacji fazy α i koagulacji fazy [Ti], ponieważ własności mechaniczne próbek starzonych w tych warunkach różnią się znacznie od własności próbek w stanie wyżarzonym. Wynoszą one odpowiednio:

$$R_m = 814 \text{ MPa (83 kG/mm}^2\text{)}; A_5 = 10\%; \text{ twardość } 250 \text{ HV } 30/30.$$

9.5. Wyniki badań wytrzymałościowych stopu 5

Stop 5 należy do drugiej grupy stopów zawierających około 10% aluminium i rosnące zawartości tytanu.

W stanie wyżarzonym własności stopu nie są zadowalające. Wytrzymałość na rozciąganie wynosi $R_m = 348 \text{ MPa (35,5 kG/mm}^2\text{)}$ przy wydłużeniu $A_5 = 4,9\%$ i twardości 149 HV 30/30. Wartości te są zbliżone do podawanych w literaturze dla dwuskładnikowych brązów aluminiowych [98].

Po zahartowaniu od temperatury 925°C nastąpił wzrost wytrzymałości R_m do 534,5 MPa (54,5 kG/mm²), wydłużenie A_5 wynosi wtedy 4% i twardość 210 HV 30/30. Wyraźna zmiana własności mechanicznych po hartowaniu jest wynikiem wystąpienia w strukturze iglastej fazy β' , która, podobnie jak w dwuskładnikowych brązach aluminiowych, zwiększa wytrzymałość i twardość oraz obniża plastyczność.

wzrasta do 794,5 MPa (81,0 kG/mm²), twardość do 269 HV 30/30 przy nieznacznie zmniejszonym wydłużeniu $A_5 = 3,6\%$. Zmiany te są wywołane spasmowaniem w igłach martenzytu β' oraz pojawieniem się dyspersyjnych cząstek fazy γ_2 i [Ti] zaobserwowanych pod mikroskopem elektronowym. Wraz z upływem czasu odpuszczania w temperaturze 400°C wytrzymałość R_m spada do 735,5 MPa (75,0 kG/mm²), twardość do 250 HV 30/30 przy niezmiennym wydłużeniu A_5 wynoszącym 3,5%. Spowodowane jest to wydzielaniem się fazy γ_2 w postaci płytek wzdłuż igieł martenzytu, które, posiadając mniejszą zawartość aluminium, stają się bardziej miękkie.

Odpuszczanie próbek przez 10 min w temperaturze 450°C powoduje krótkotrwały wzrost wytrzymałości o 132,5 MPa (13,5 kG/mm²) przy nieznacznym wzroście twardości i wydłużenia. Własności mechaniczne stopu wynoszą wówczas:

$$R_m = 667 \text{ MPa (68,0 kG/mm}^2\text{)}; A_5 = 4,0\%; \text{ twardość } 211 \text{ HV } 30/30,$$

a po dłuższych czasach odpuszczania (80 i 160 min) wytrzymałość i twardość ulegają znacznemu obniżeniu. R_m spada do 559 MPa (57,0 kG/mm²), twardość do 170 HV 30/30, a wydłużenie pozostaje na niezmiennym poziomie. Taki przebieg zmian jest spowodowany procesami starzenia zachodzącymi w fazie β' po krótkich czasach odpuszczania, a następnie koagulacją wydzieleni fazy γ_2 i [Ti].

Podwyższenie temperatury odpuszczania do 500°C powoduje jedynie niewielki przyrost wytrzymałości na rozciąganie o 34,5 MPa (3,5 kG/mm²) i wydłużenia o 2,5% po krótkich czasach wygrzewania. Twardość stopu ulega dość znacznemu zmniejszeniu - o 40 HV. Własności te utrzymują się na niezmiennym poziomie aż do najdłuż-

szych czasów odpuszczania, kiedy w strukturze stopu powstaje w wyniku rozpadu martenzytu duża ilość fazy α i γ_2 .

Utrzymujące się bardzo niskie wydłużenie stopu należy tłumaczyć niekorzystną formą wydzieleni fazy γ_2 , które zachowując orientację pomartenzytyczną tworzą prawie ciągłą siatkę w osnowie fazy α (fot. 94).

9.6. Wyniki badań wytrzymałościowych stopu 6

Wykres podany na rys. 68 ilustruje zmiany własności mechanicznych stopu 6 po odpuszczaniu w różnych temperaturach i czasach. W porównaniu ze stopem poprzednim stop 6 zawiera pięciokrotnie więcej tytanu, tj. 0,5%. Taki wzrost zawartości tytanu powoduje spadek wydłużenia oraz wzrost wytrzymałości i twardości stopu zarówno w stanie wyżarzonym, jak i hartowanym.

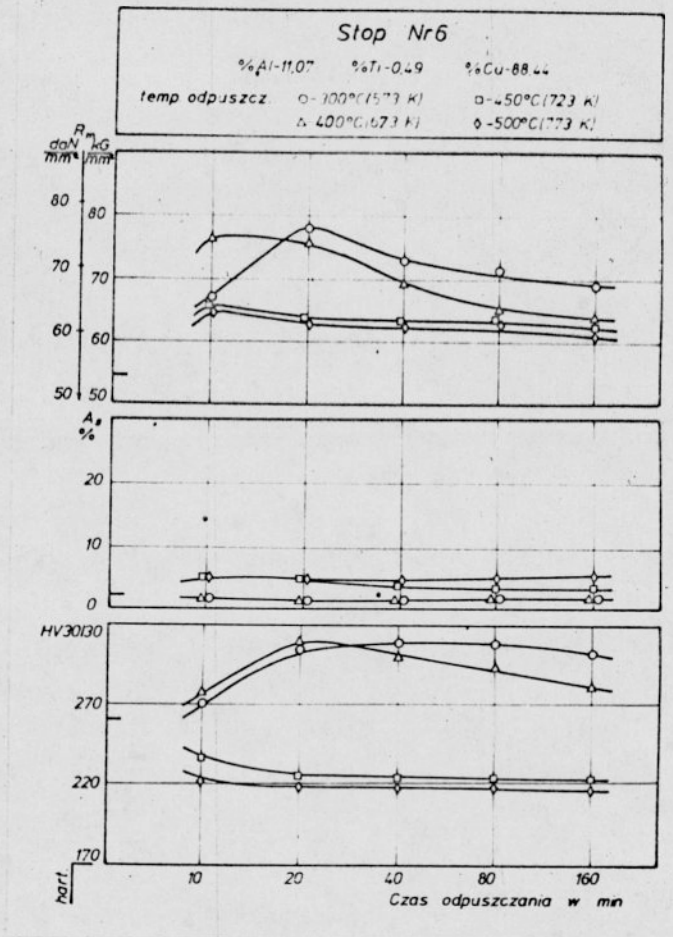
Wytrzymałość na rozciąganie w stanie wyżarzonym wynosi 379 MPa (40,5 kG/mm²), w stopie 5 - $R_m = 348$ MPa (35,5 kG/mm²), wydłużenie obniżyło się z 4,6% do 2,8%, a twardość wzrosła od 149 do 163 HV 30/30.

Zmiany własności mechanicznych po zahartowaniu w stosunku do stopu 5 nie są zbyt duże i wynoszą:

$$R_m = 539,5 \text{ MPa (55,0 kG/mm}^2\text{)}; \text{ [w stopie 5 - } R_m = 534,5 \text{ MPa}$$

$$\text{(54,4 kG/mm}^2\text{)}]; A_5 = 2,6\% \text{ [w stopie 5 - } A_5 = 4\% \text{]}; \text{ twardość}$$

$$260 \text{ HV 30/30 [w stopie 5 - 210 HV 30/30].}$$



Rys. 68. Własności mechaniczne stopu 6 w zależności od temperatury i czasu odpuszczania

Przebieg zmian własności mechanicznych w wyniku odpuszczania jest bardzo podobny do zmian zachodzących w stopie 5. Jednak w porównaniu z tym stopem, po odpuszczaniu w temperaturze 300°C przez 20 min nastąpił znacznie większy wzrost wytrzymałości na rozciąganie i twardości. Wartości te są następujące: $R_m = 767$ MPa ($78,2 \text{ kg/mm}^2$), $HV 30/30 = 305$. Pomimo wysokiej wytrzymałości na rozciąganie i twardości, własności mechaniczne stopu z praktycznego punktu widzenia nie są zadowalające ze względu na bardzo małe wydłużenie wynoszące 1,6%. W próbkach odpuszczanych

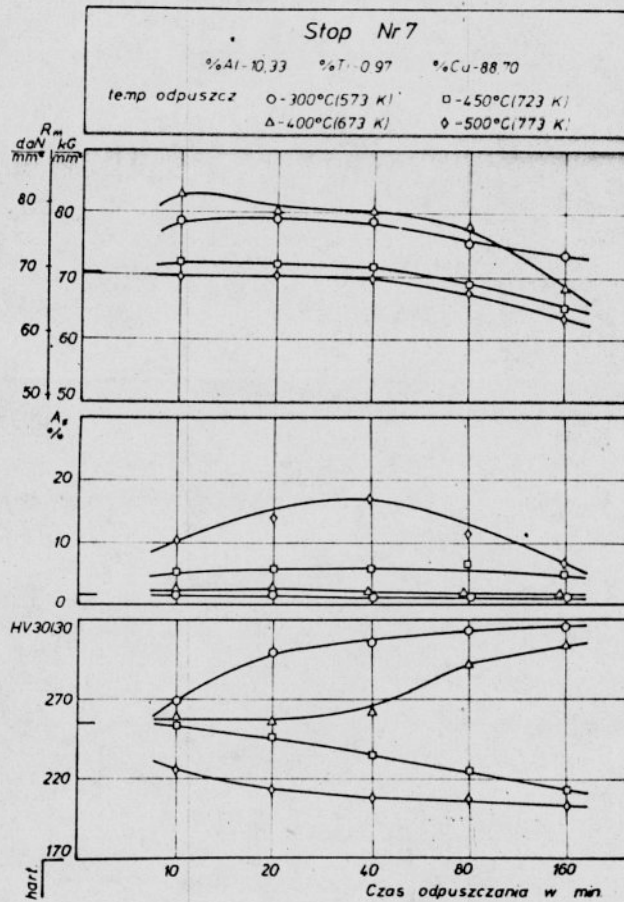
w temperaturze 300°C przez 20 min, badanych pod mikroskopem elektronowym, stwierdzono pojawienie się dużej ilości dyspersyjnych wydzieleni fazy $[\text{Ti}]$ i γ_2 . Jest to przyczyną uzyskania tak wysokiego przyrostu wytrzymałości na rozciąganie i twardości. Przedłużanie czasu odpuszczania powoduje obniżenie tych własności, co jest następstwem koagulacji faz powodujących utwardzanie dyspersyjne.

W temperaturze 400°C po krótkich czasach odpuszczania (10 i 20 min) w następstwie pojawienia się dużej ilości wydzieleni fazy $[\text{Ti}]$ i drobnych płytek fazy γ_2 obserwuje się także wzrost wytrzymałości i twardości. Wraz z upływem czasu odpuszczania własności te ulegają stopniowemu obniżeniu. Jedynie wydłużenie, podobnie jak w temperaturze 300°C , przez cały czas odpuszczania pozostaje na stałym, bardzo niskim poziomie.

Przebieg krzywych charakteryzujących R_m , A_5 i HV oraz ich zmiany podczas odpuszczania w temperaturach 450°C i 500°C w stopie 6 są podobne do zmian w stopie 5. Niewielkie różnice we własnościach wytrzymałościowych, które w stopie 6 są większe niż w stopie 5, przy niższych własnościach plastycznych są spowodowane większą ilością dyspersyjnej fazy $[\text{Ti}]$ i fazy γ_2 .

9.7. Wyniki badań wytrzymałościowych stopu 7

Wpływ temperatury i czasu odpuszczania na zmianę własności mechanicznych stopu 7 pokazano na rys. 69.



Rys. 69. Własności mechaniczne stopu 7 w zależności od temperatury i czasu odpuszczania

W stanie wyżarzonym stop ten wykazuje następujące własności:

$$R_m = 368 \text{ MPa } (37,5 \text{ kG/mm}^2); A_5 = 4,7\% \text{ i twardość } 135 \text{ HV } 30/30.$$

Dwukrotny wzrost zawartości tytanu w stosunku do stopu 6 powoduje obniżenie wytrzymałości na rozciąganie i twardości. Zmiany takie są spowodowane większym udziałem fazy α w mikrostrukturze wyżarzonego stopu 7.

Po zahartowaniu od temperatury 925°C zwiększanie zawartości tytanu o 0,5% powoduje wyraźny wzrost wytrzymałości na rozciąganie przy prawie niezmiennym wydłużeniu i twardości w stosunku do stopu 6. Wytrzymałość na rozciąganie R_m wynosi $688,5 \text{ MPa}$ ($70,2 \text{ kG/mm}^2$), wydłużenie $A_5 = 1,6\%$, twardość $255 \text{ HV } 30/30$.

Zmiany R_m i twardości wywołane odpuszczaniem w temperaturach 300°C i 400°C są bardzo wyraźne. Maksymalny wzrost wytrzymałości R_m o $125,5 \text{ MPa}$ ($12,8 \text{ kG/mm}^2$) następuje po odpuszczaniu stopu w temperaturze 400°C przez 10 min [do 814 MPa ($83,0 \text{ kG/mm}^2$)]. Maksymalną twardość $315 \text{ HV } 30/30$ osiąga stop po 160 min odpuszczania w temperaturze 300°C . Przyrost twardości w stosunku do stanu wyjściowego wynosi 60 HV . Tak jak w poprzednich stopach, wydłużenie jest bardzo małe i wynosi zaledwie 2%. Taki przebieg zmian własności mechanicznych stopu, jest spowodowany umocnieniem przez dyspersyjne wydzielenia fazy $[\text{Ti}]$ i γ_2 . Przedłużanie czasu odpuszczania w temperaturze 400°C prowadzi do częściowej koagulacji tych faz, co powoduje w rezultacie obniżenie wytrzymałości na rozciąganie do 667 MPa ($68,0 \text{ kG/mm}^2$) i spadek twardości do 300 HV przy prawie niezmiennym wydłużeniu wynoszącym 2,1%.

Podwyższenie temperatury odpuszczania do 450°C powoduje w początkowym okresie nieznaczny wzrost wytrzymałości 706 MPa ($72,0 \text{ kG/mm}^2$) oraz wydłużenia do 6%. Twardość stopu ulega obniżeniu do 245 HV . Wraz z przedłużaniem czasu odpuszczania zaczyna wyraźnie maleć zarówno twardość, jak i wytrzymałość stopu. Jego wydłużenie utrzymuje się natomiast na niemal niezmiennym poziomie i wynosi 6% po 160 min wygrzewania w 400°C . Przyczyny

takiego przebiegu zmian własności mechanicznych są podobne do przyczyn powodujących zmiany w temperaturach 300 i 400°C, a większe wydłużenie stopu tłumaczyć należy zwiększeniem się udziału miękkiej i plastycznej fazy α .

Podczas odpuszczania stopu w temperaturze 500°C zmiany własności mechanicznych i wywołujące je przyczyny są bardzo podobne do zmian w temperaturze 450°C. Następuje jedynie wyraźny wzrost wydłużenia A_5 do 17% po 40 min odpuszczania, spowodowany, tak jak poprzednio, zwiększeniem się ilości fazy α . Dłuższe czasy wygrzewania w tej temperaturze prowadzą jednak do zmniejszania się wydłużenia stopu, co jest spowodowane występowaniem zwiększonej ilości fazy δ_2 w postaci wydłużonych, częściowo skoagulowanych wydzieleni.

10. OMÓWIENIE WYNIKÓW BADAŃ

Stopy 1-4

Tytan dodany do dwuskładnikowych brązów aluminiowych powoduje pojawienie się w mikrostrukturze nowej fazy, której udział zwiększa się wraz ze wzrostem jego zawartości. Fazę tę oznaczono umownie symbolem [Ti]. Jak wykazały badania rentgenograficzne, jest to związek międzymetaliczny o wzorze Cu_2AlTi , parametrze sieciowym $a = 6,004 \text{ \AA}$ i sieci krystalograficznej typu $L2_1$.

Rozpuszczalność fazy [Ti] w fazie α rośnie wraz z temperaturą, a w stopach zawierających największą zawartość tytanu 1,5% ,

przesyconych od temperatury 900°C , stwierdzono występowanie bardzo małej ilości nierozpuszczonych wydzielen tej fazy.

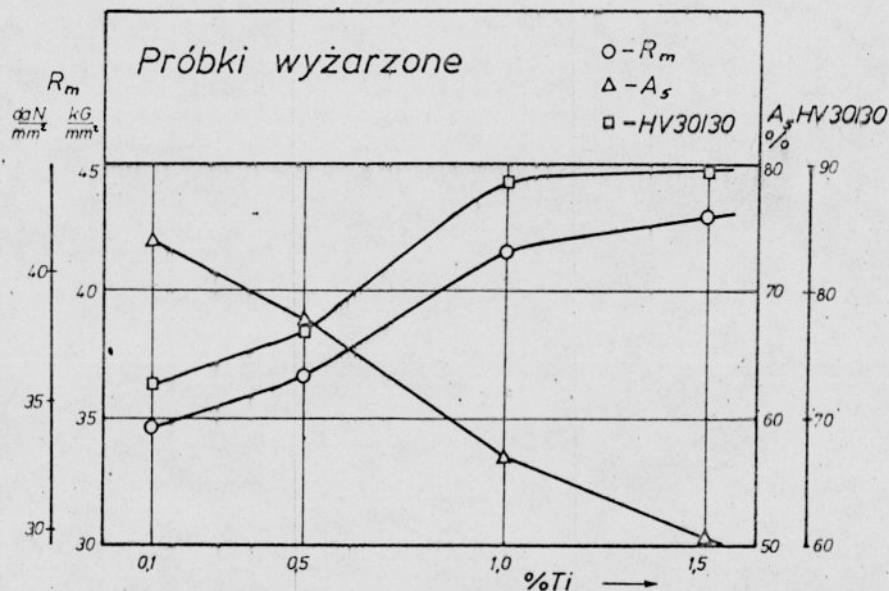
Starzenie przesyconych stopów 1-4 powoduje wydzielanie się związku Cu_2TiAl w postaci dyspersyjnych cząstek i znaczne zmiany własności mechanicznych. Przebiegi zmian tych własności w zależności od temperatury i czasu starzenia zilustrowano na rys. 63-66.

W strukturze stopów 1-4, przesyconych od temperatury 900°C , po 60% gnioście stwierdzono występowanie licznych pasm i linii poślizgów w silnie odkształconej fazie α . Wydzielanie się dyspersyjnej fazy [Ti] z przesyconego roztworu stałego α , w stopach zawierających 1% i 1,5% tytanu, wyprzedza rekrytalizację. W stopach zawierających 0,1% i 0,5% tytanu rekrytalizacja wyprzedza procesy wydzielania. Wyraźnie większą ilość cząstek fazy [Ti] stwierdzono w obszarach wykazujących większą ilość pasm i linii poślizgów.

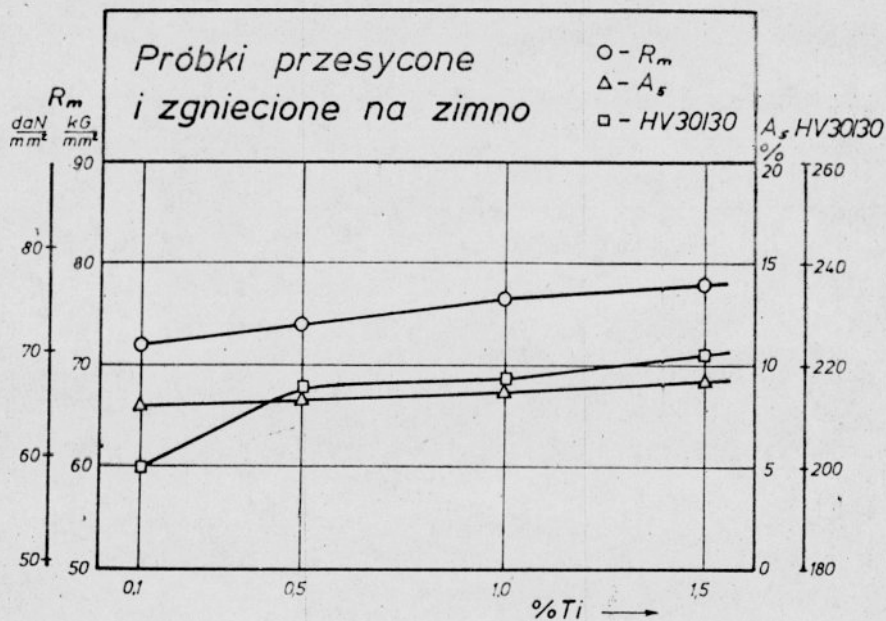
Wyrzewanie w wyższych temperaturach powoduje równoczesną rekrytalizację i wydzielanie dyspersyjnej fazy [Ti]. Faza ta ma tendencję do szybszego wydzielania się w odkształconych niż zrekrystalizowanych obszarach fazy α . Rekrytalizacja nie kończy się nawet po najdłuższych czasach wyrzewanania w najwyższej stosowanej temperaturze ($400^{\circ}\text{C}/160'$). Długie czasy starzenia w tych warunkach prowadzą do częściowej koagulacji wydzielen fazy [Ti].

Wykresy pokazane na rys. 70 i 71 ilustrują zmiany własności mechanicznych badanych stopów w zależności od zawartości tytanu dla próbek wyżarzonych oraz przesyconych od 900°C i zgniecionych

na zimno.



Rys. 70. Własności mechaniczne próbek wyżarzonych w zależności od procentowej zawartości tytanu



Rys. 71. Własności mechaniczne próbek przesyconych od 900°C i zgniecionych na zimno, w zależności od procentowej zawartości tytanu

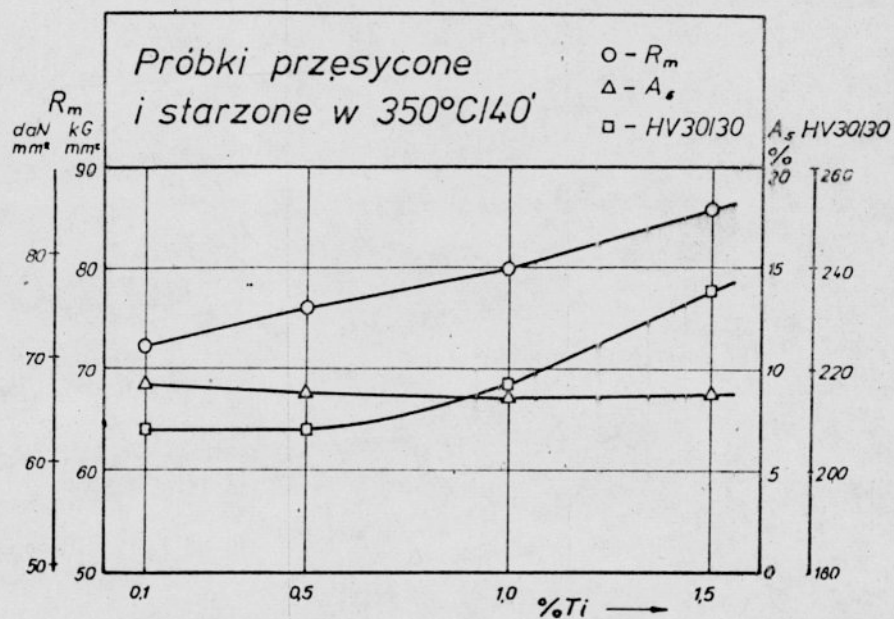
Wprowadzenie tytanu do jednofazowych brązów aluminiowych w ilości 0,1%-1,5% powoduje po wyżarzeniu wzrost twardości i wytrzymałości stopów na rozciąganie. Twardość wzrasta od 73,0 do 89,6 HV 30/30, a wytrzymałość na rozciąganie od 340,5 MPa (34,7 kG/mm²) do 420,5 MPa (42,9 kG/mm²). Zwiększenie zawartości tytanu powoduje jednocześnie dość znaczny spadek wydłużenia stopu od 73,8% do 50,0%.

Wraz ze wzrostem zawartości tytanu w próbkach przesyconych i zgniecionych na zimno obserwuje się proporcjonalny wzrost wszystkich badanych własności mechanicznych stopów. Wytrzymałość na rozciąganie wzrasta od 705 MPa (71,9 kG/mm²) do 722 MPa (78,7 kG/mm²), wydłużenie od 8,0% do 8,5%, a twardość od 200 do 222 HV 30/30.

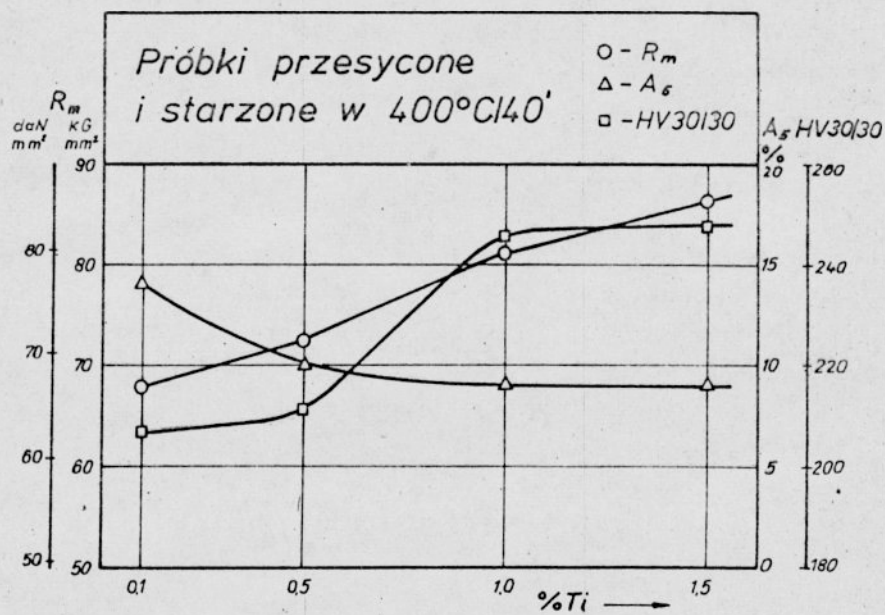
Wpływ tytanu na własności mechaniczne stopów po starzeniu przez 40 min w temperaturach 350°C i 400°C przedstawiono przykładowo na rys. 72 i 73.

Taki sposób obróbki cieplno-mechanicznej zapewnia uzyskanie optymalnych własności mechanicznych badanych stopów. Wykazują one korzystne skojarzenie własności wytrzymałościowych, plastycznych i twardości. Na przykład własności mechaniczne stopu zawierającego 1,5% Ti, starzonego w temperaturze 400°C przez 40 min, są następujące:

$$R_m = 850 \text{ MPa (86,7 kG/mm}^2\text{)} ; A_5 = 8,6\% ; \text{ twardość } 247 \text{ HV } 30/30.$$



Rys. 72. Własności mechaniczne próbek starzonych w temperaturze 350°C przez 40 min, w zależności od procentowej zawartości tytanu



Rys. 73. Własności mechaniczne próbek starzonych w temperaturze 400°C przez 40 min, w zależności od procentowej zawartości tytanu

Stopy 5-7

Stopy grupy drugiej zawierają ok. 10,5% aluminium i dodatek tytanu w granicach od 0,1 do 1,0%. Tytan tworzy w tych brązach związek międzymetaliczny Cu_2AlTi o sieci typu L2_1 i parametrze sieciowym $a = 6,018 \text{ \AA}$. W stopach tych związek ten występuje w trzech różnych postaciach:

1. W postaci nierozpuszczonych pierwotnych wydzielen, obserwowanych jedynie w stopie o największej zawartości tytanu, wydzielenia te mają dość duże rozmiary, globularny kształt i niebieskawo-sine zabarwienie.

2. W postaci drobnych rozetkowatych wydzielen powstałych podczas chłodzenia w wyniku zmiany rozpuszczalności tytanu w fazie β - obserwowanych w stopach zawierających 0,5% i 1,0% Ti.

3. W postaci dyspersyjnych cząstek wydzielonych podczas odpuszczania zahartowanych stopów, zawierających 0,1%, 0,5% i 1,0% tytanu.

Analiza rentgenograficzna i dyfrakcyjna wykazała, że niezależnie od postaci są to zawsze wydzielenia związku międzymetalicznego Cu_2AlTi . Faza ta wykazuje dobrą rozpuszczalność w fazie β , potwierdzoną badaniami w wysokich temperaturach, przeprowadzonymi za pomocą emisyjnego mikroskopu elektronowego. Faza ta uległa całkowitemu rozpuszczeniu po 30 min wygrzewania w temperaturze 900°C .

Z porównania mikrostruktur zahartowanych stopów 5-7 wynika, że obecność tytanu zmniejsza w badanych brązach aluminiowych skłonność fazy β do rozrostu ziarn oraz wpływa na długość igieł

martenzytu i rodzaj struktury uzyskanej po zahartowaniu. W stopie 5 martenzyt powstały po hartowaniu wykazuje budowę gruboiglastą, w stopie 6 igły martenzytu są wyraźnie mniejsze i drobniejsze, a w stopie 7 obok martenzytu występują także drobne iglaste wydzielania fazy α . Szybkość chłodzenia w wodzie jest bowiem zbyt mała, aby zapobiec wydzielaniu się przyeutektoidalnej fazy α na granicach ziarn. Ilość tej fazy zwiększa się w miarę podwyższania temperatury hartowania, a oziębianie stopów w wodzie z dodatkiem 10% NaCl znacznie zmniejsza tendencję do wydzielania się tej fazy. Biorąc pod uwagę zawartości aluminium w stopach 5-7 można stwierdzić, że zwiększenie zawartości tytanu powoduje wyraźny wzrost udziału przyeutektoidalnej fazy α w mikrostrukturze badanych stopów.

Tytan nie wywiera dużego wpływu na zmianę temperatury przemiany eutektoidalnej. Wartość jej dla badanych stopów wynosi $577 \pm 2^\circ\text{C}$.

Z badań przeprowadzonych za pomocą mikroskopu świetlnego i elektronowego wynika, że rozpad martenzytu przebiega w dwojaki sposób, zależny częściowo od temperatury odpuszczania.

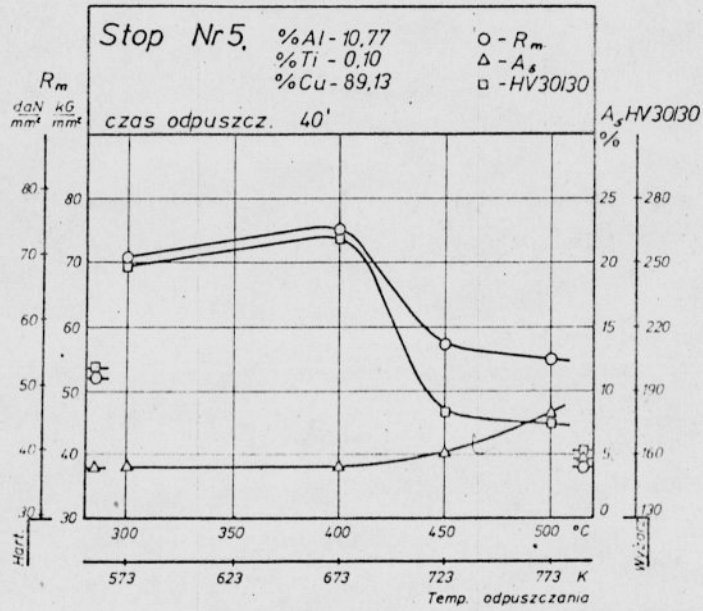
Podczas wygrzewania w temperaturach 300°C i 400°C przebiega on w sposób spinodalny w całej objętości próbki. Rozpad jest poprzedzony spasmowaniem (zbliżnieniem) igieł martenzytu i ujawnieniem się płaszczyzn podziału. W obszarach spasgowanych na granicach mikrozbliźniaków wydziela się dyspersyjna faza [Ti]. Nadmiar aluminium wydziela się w postaci ziarenek i płytek fazy γ_2 wzdłuż igieł martenzytu β' , które ulegają przemianie w fa-

zę α . Badania mikroskopowe przeprowadzone na cienkich foliach i rozwiązanych dyfrakcjach elektronowych wykazały, że opisany sposób rozpadu odbywa się w całej objętości a równowagowe parametry sieci krystalograficznych nowo powstałych faz zostają osiągnięte dopiero po dłuższych czasach wygrzewania.

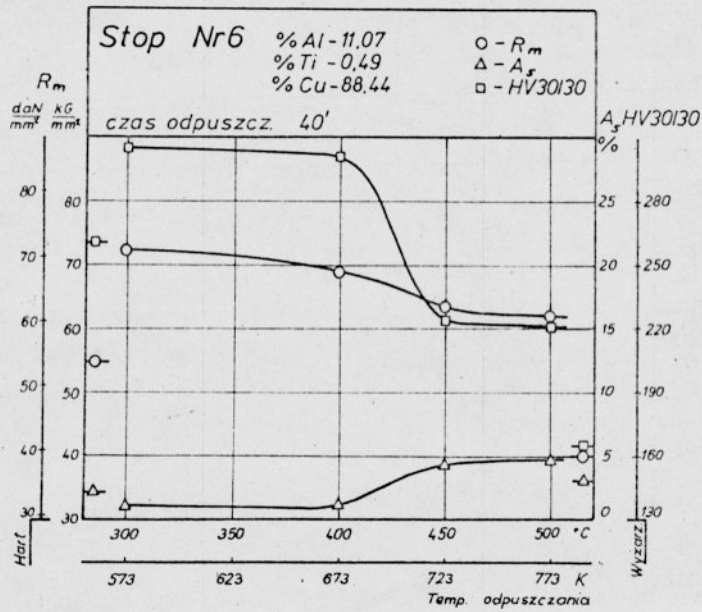
W wyniku badań mikroskopowych próbek odpuszczanych w temperaturach 450°C i 500°C stwierdzono, że w tych temperaturach rozpad martenzytu β' odbywa się w sposób dwufazowy. Rozpoczyna się on od wydzielenia się fazy α na granicach i wewnątrz ziarn. Prawie jednocześnie pojawiają się w fazie α drobne wydzielenia fazy γ_2 , których rozmiary rosną wraz z upływem czasu odpuszczania. Po dłuższych czasach wygrzewania w strukturze stopów są widoczne płytkowe wydzielenia fazy γ_2 na granicach fazy α zachowującej orientację pomartenzytyczną oraz drobne kolonie eutektoidu ($\alpha + \gamma_2$).

Z porównania struktur stopów 5-7 oraz na podstawie danych Copego [7] można wnioskować, że dodatek tytanu w ilości 0,5% i 1% znacznie przyspiesza rozpad martenzytu w stosunku do dwuskładnikowych brązów aluminiowych o zbliżonej zawartości aluminium.

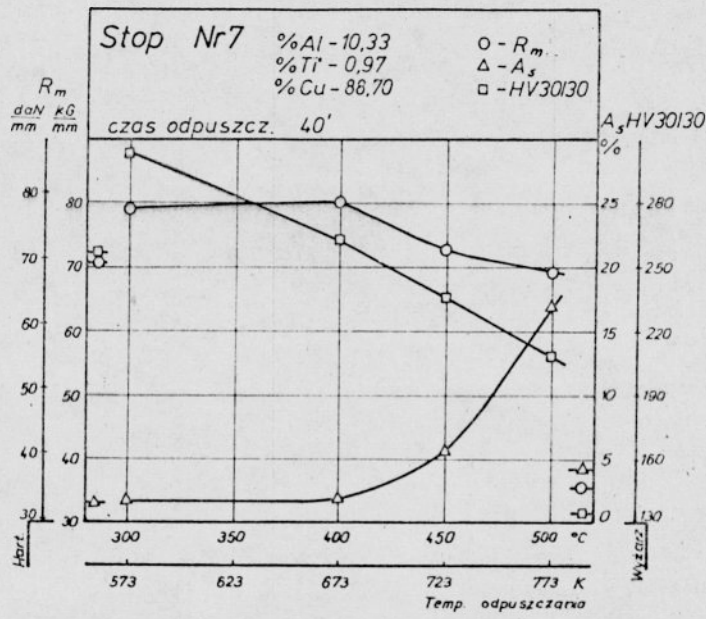
Zmiany własności mechanicznych próbek stopów 5-7 w zależności od temperatury odpuszczania, po jednakowym 40 minutowym wygrzewaniu, pokazano na rys. 74, 75 i 76. Własności stopów w stanie wyżarzonym i hartowanym w celu lepszego zilustrowania zmian zachodzących podczas odpuszczania przedstawiono odpowiednio po prawej i lewej stronie wykresu.



Rys. 74. Zmiany własności mechanicznych stopu 5 w zależności od temperatury odpuszczania

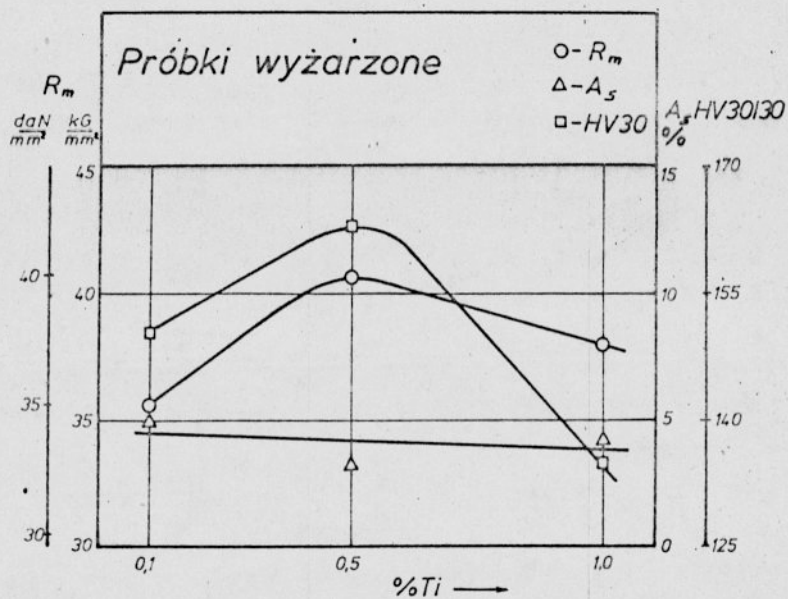


Rys. 75. Zmiany własności mechanicznych stopu 6 w zależności od temperatury odpuszczania

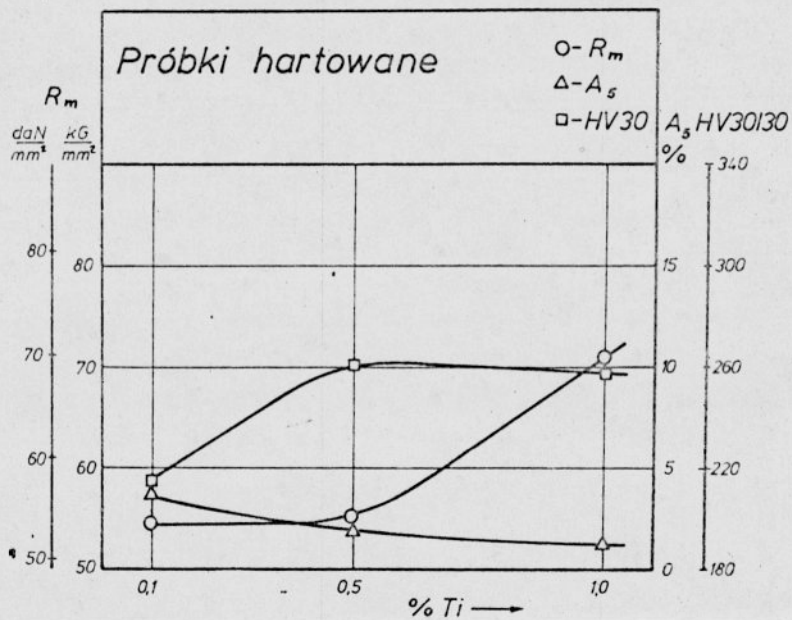


Rys. 76. Zmiany własności mechanicznych stopu 7 w zależności od temperatury odpuszczania

Zestawienie własności mechanicznych próbek wyżarzonych i zahartowanych w zależności od zawartości tytanu, przy stałej zawartości aluminium wynoszącej 10%, pokazano na rys. 77 i 78.



Rys. 77. Własności mechaniczne próbek wyżarzonych w zależności od procentowej zawartości tytanu



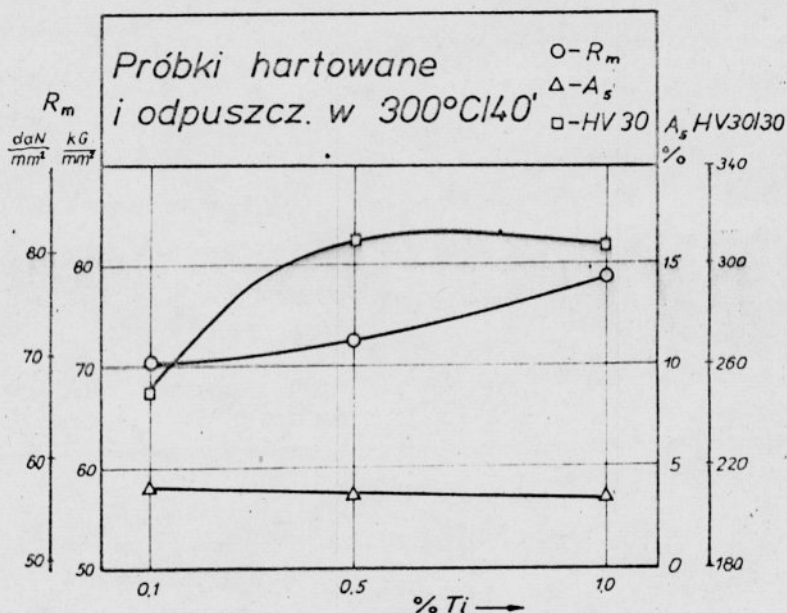
Rys. 78. Własności mechaniczne próbek hartowanych w zależności od procentowej zawartości tytanu

W porównaniu z dwuskładnikowymi brązami aluminiowymi o zbliżonej zawartości aluminium stopy z tytanem wykazują w stanie wyżarzonym podobną wytrzymałość na rozciąganie i twardość, ale znacznie mniejsze wydłużenie. We wszystkich stopach hartowanie powoduje znaczny wzrost wytrzymałości na rozciąganie, twardości oraz niewielkie obniżenie wydłużenia.

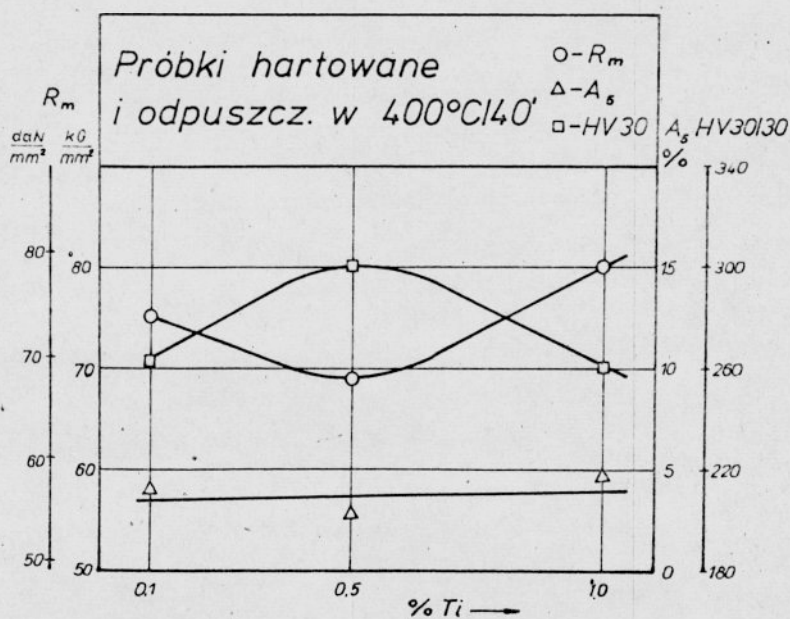
Wyraźny wzrost wytrzymałości i twardości próbek odpuszczanych w temperaturach 300°C i 400°C , w porównaniu do próbek zahartowanych, jest spowodowany zmianami zachodzącymi w martenzyticie, które wiążą się z wydzielaniem się faz $[\text{Ti}]$ i γ_2 .

Podczas odpuszczania w wyższych temperaturach 450°C i 500°C pojawienie się wydzieleni miękkiej fazy α bardzo silnie zmniejsza utwardzenie wywołane wydzielaniem dyspersyjnej fazy $[\text{Ti}]$ i drobnych ziarenek fazy γ_2 . Twardość spada poniżej wartości dla stanu hartowanego, a wytrzymałość na rozciąganie jest tylko nieznacznie większa. Zwiększenie udziału plastycznej fazy α powoduje znaczny wzrost wydłużenia stopów - powyżej wartości zarówno dla stanu zahartowanego, jak i wyżarzonego. W stopie 7 po odpuszczaniu w temperaturze 500°C przez 40 min wydłużenie A_5 wynosi 17% i jest spowodowane bardzo korzystną - prawie sferoidalną - postacią wydzieleni faz $[\text{Ti}]$ i γ_2 , które są rozmieszczone w miękkiej osnowie fazy α .

Przebieg zmian własności mechanicznych badanych stopów, w zależności od zawartości tytanu w próbkach odpuszczanych przez 40 min w temperaturach 300°C i 400°C pokazano na rys. 79 i 80.



Rys. 79. Własności mechaniczne próbek odpuszczonych w temperaturze 300°C przez 40 min w zależności od procentowej zawartości tytanu



Rys. 80. Własności mechaniczne próbek odpuszczonych w temperaturze 400°C przez 40 min w zależności od procentowej zawartości tytanu

Z porównania wykresów przedstawionych na rys. 74-80 wynika, że dodatek tytanu w ilości do 0,5% do brązów aluminiowych zawierających ok. 10,5% Al, wywołuje wyraźny wzrost wytrzymałości na rozciąganie i twardości spowodowany utwardzaniem dyspersyjnym. Powyżej tej wartości obecność tytanu powoduje podczas odpuszczania stopów pojawienie się iglastych wydzieleni fazy α , zmniejszających wyraźnie efekt utwardzania wydzieleniowego.

11. WNIOSKI

Przeprowadzone badania pozwoliły na sformułowanie następujących wniosków:

1. Tytan dodany do dwuskładnikowych brązów aluminiowych tworzy nową fazę, której ilość w stopach zwiększa się wraz ze wzrostem jego zawartości. Jest to związek międzymetaliczny o wzorze Cu_2AlTi , krystalizujący w układzie regularnym o sieci typu L2_1 . Faza ta zmienia parametr sieciowy wraz ze zmianą zawartości aluminium. W stopach zawierających ok. 5% Al parametr ten wynosi $a = 6,004 \pm 0,003 \text{ \AA}$, a w stopach zawierających ok. 10,5% Al $a = 6,018 \pm 0,003 \text{ \AA}$.

2. Rozpuszczalność fazy Cu_2AlTi zmienia się wraz ze wzrostem temperatury, przy czym zmiana ta jest bardzo duża w wysokich temperaturach (powyżej 900°C).

3. Wydzielająca się z przesyconego roztworu stałego faza Cu_2AlTi utwardza dyspersyjnie brązy aluminiowe.

4. Stopy Cu-Al-Ti zawierające ok. 5% Al i 0,1-1,5% Ti można utwardzać dyspersyjnie. Po obróbce cieplno-plastycznej stopy te wykazują wysokie własności mechaniczne. Optymalne własności z tej grupy stopów wykazuje stop 4, zawierający 5,23% Al i 1,49% Ti. Po obróbce cieplno-plastycznej składającej się z przesyca-
nia od temperatury 900°C i po 60% gnioście na zimno, a następnie starzeniu w temperaturze 350°C przez 160 min uzyskano następujące własności mechaniczne:

$$R_m = 852 \text{ MPa (86,9 kg/mm}^2\text{)}; A_5 = 10\%; \text{ twardość } 248 \text{ HV.}$$

5. W stopach zawierających ok. 5% Al zgniecionych na zimno tytan opóźnia powstawanie zarodków rekrytalizacji i wpływa hamująco na przebieg rekrytalizacji.

6. Wydzielanie dyspersyjnej fazy Cu_2AlTi w stopach zawierających ok. 5% Al oraz 1% i 1,5% tytanu wyprzedza rekrytalizację. W stopach zawierających 0,1% i 0,5% tytanu rekrytalizacja wyprzedza procesy wydzielania.

7. W brązach aluminiowych zawierających ok. 10,5% Al wpływ tytanu na zmianę temperatury przemiany eutektoidalnej jest nieznaczny.

8. W stopach zawierających 10,5% Al tytan wyraźnie zmniejsza tendencję fazy β do rozrostu ziarn. Powstały podczas hartowania martenzyt β' w stopach o większej zawartości tytanu jest bardziej

drobnoiglasty.

9. Podczas odpuszczania próbek zahartowanych stwierdzono występowanie dwóch różnych sposobów rozpadu martenzytu poznanych już w stopach Cu-Al-Cr [86] i Cu-Al-Co [153].

10. Tytan przyspiesza procesy rozpadu martenzytu oraz wpływa na rozdrobnienie produktów jego rozpadu.

11. Warunkiem otrzymania wysokich własności mechanicznych stopów Cu-Al-Ti zawierających ok. 10% Al i 0,1-1% Ti. jest stosowanie obróbki cieplnej. Znaczny wzrost własności wytrzymałościowych stopów obrobionych cieplnie w stosunku do stopów w stanie wyżarzonym jest następstwem utwardzania dyspersyjnego fazą Cu_2AlTi i rozdrobnionymi wydzieleniami fazy γ_2 . Optymalne własności mechaniczne z tej grupy stopów wykazuje stop 7 zawierający 10,33% Al i 0,97% Ti. Po hartowaniu od temperatury 925°C i odpuszczaniu w temperaturze 500°C przez 40 min własności mechaniczne wynoszą odpowiednio:

$$R_m = 686 \text{ MPa (70 kg/mm}^2\text{)}; A_5 = 17\%; \text{ twardość } 205 \text{ HV.}$$

12. LITERATURA

- [1] Hansen M., Anderko K., Constitution of Binary Alloys, Mc Graw-Hill, New York 1958, 84.
- [2] Jewett R.P., Mack D.J., J.Inst.Metals 92, 1963-64, 59.

- [3] Linden G., Pract. Metallographic 1, 1972, 3.
- [4] Bradley A.J., Goldschmit H.J., J. Inst. Metals 65, 1939, 389.
- [5] Raynor G.V., Annotatted Equilibrium Diagram, Series nr 4, Institute of Metals, London 1944.
- [6] West D.R.F., Thomas D.L., J. Inst. Metals 83, 1954-55, 505.
- [7] Cope R.G., J. Inst. Metals 87, 1959, 930.
- [8] Jerath R.P., Mack D.J., J. Inst. Metals 89, 1961, 221.
- [9] Vol A., Stroenie i svojstva dvojných metalličeskich sistem, Moskva 1959, 340.
- [10] Bollenrath F., Bungardt W., Z. Metallkunde 35, 1943, 153.
- [11] Panin V., Zenkova E., Fadin V., Fizika Metallov i Metallov, Metallovedenie 13, 1962, 86.
- [12] Panin V., Fadin V., Sokovev L., Fizika Metallov i Metallovedenie 13, 1962, 219.
- [13] Panin W., Fadin V., Dudariev E., Fizika Metallov i Metallovedenie 13, 1962, 886.
- [14] Gaudig W., Warlimont H., Z. Metallkunde 60, 1969, 488.
- [15] Baranek J., Haimann R., Zeszyty Naukowe Politechniki Wrocławskiej 198, 1968, 83.
- [16] Linden G., Pract. Metallographic 7, 1972, 393.
- [17] Llewelyn Leach J.S., J. Inst. Metals 92, 1963-64, 93 (za pracą [18]).

- [18] Kubiak A., Prace VI Konferencji Metaloznawczej Komitetu Hutnictwa PAN, Poznań 1970, 163.
- [19] Duval P., Haymann P., Mem. Scient. Rev. Metallurg. 1, 1971, 55.
- [20] Lefever J., Delaey L., Acta Met. 20, 1972, 797.
- [21] Haynes R., J. Inst. Metals 83, 1954-55, 105.
- [22] Pearson W.B., A Handbook of Lattice Spacings and Structures of Metals and Alloys, London 1958, 330.
- [23] Wassermann G., Metallwirtschaft 13, 1934, 133.
- [24] Mack D.J., Trans. AIME 175, 1947, 240.
- [25] West D.R.F., Thomas D.L., J. Inst. Metals 85, 1956-57, 97.
- [26] Kurdjumov G., Gridnev V., Žurnal Tehničeskoj Fiziki 6, 1939, 775 (za pracą [9]).
- [27] Kurdjumov G., Stelletzkaja T., Metallwirtschaft 13, 1934, 304.
- [28] Kurdjumov G., Gridnev V., Žurnal Tehničeskoj Fiziki 7, 1937, 2090 (za pracą [9]).
- [29] Kurdjumov G., Gridnev V., Metallwirtschaft 15, 1936, 437.
- [30] Lütjering G., Werlimont N., Z. Metallkunde 56, 1965, 1.
- [31] Barret Ch.S., Struktura Metallov, Moskva 1948, 600.
- [32] Wendorff Z., Archiwum Hutnictwa 7, 1962, 319.
- [33] Smith C.S., Lindlief W.E., Trans. AIME 104, 1933, 69.
- [34] Kulkarni S.D., Acta Met. 21, 1973, 1461.

- [35] Thomas D.L., J. Inst. Metals 94, 1966, 250.
- [36] Klier E.P., Grymko S.M., Trans. AIME 185, 1948, 611.
- [37] Toman K., Hutnicke Listy 10, 1955, 202.
- [38] Jellison J., Klier E.P., Trans. AIME 233, 1965, 1694.
- [39] Swann P., Warlimont N., Acta Metallurgica 10, 1962, 903
- [40] Kurdjumov G., Žurnal Techničeskoj Fiziki, 1949, 999 (za pracą [9]).
- [41] Fletcher A.J., Ph.D.Thesis, Univ. London 1965 za pracą 42 .
- [42] Butler N., Fletcher A., J. Inst. Metals 98, 1970, 16.
- [43] Gridnev V., Kurdjumov G., Metallwirtschaft 10, 1936, 11.
- [44] Gridnev V., Trafilov V., Voprosy Fiziki Metallov i Metallove-
denie, ANUSRR Kiev, 1959, 68.
- [45] Sučkov D.J., Mech i ee splavy, Moskva 1967, 177.
- [46] Haynes R., J. Inst. Metals 83, 1954-55, 357.
- [47] Kurdjumov G., Mirezki V., Žurnal Techničeskoj Fiziki 2, 1940,
142 (za pracą [36]).
- [48] Speidel M.O., Warlimont N., Z. Metallkunde 59, 1968, 841.
- [49] Duval P., Haymann P., Mem. Scient. Rev. Metallurg. LXX, 2,
1973, 159.
- [50] Furrer V.P., Warlimont N. Z. Metallkunde 64, 1973, 9, 626.
- [51] Swann P.R., Warlimont N., Acta Metalurgica 11, 1963, 511.
- [52] Warlimont N., Delaey L., Progress in Material Science 18, 1974,
23-57.

- [53] Warlimont N., Wilkens H., Z. Metallkunde 55, 1964, 382.
- [54] Delaey L., Lefever I., Metall., 27 Jahrgang, Nov. 1973, 1085.
- [55] Nishigama Z., Kajiwara S., Jap. J. Appl. Phys. 2, 1963, 478
(za pracą [54]).
- [56] Delaey L., Lefever I., Trans. Jap. Inst. Met. 10, 1969, 372.
- [57] Swann P., Warlimont N., Acta Met. 10, 1962, 903.
- [58] Greninger A., Trans. AIME 133, 1939, 204.
- [59] Tas N., Delaey L., Scripta Met. 5, 1971, 1117.
- [60] Tas N., Delaey L., Deruyttere A., Metallkunde 64, 1973, 855,
867.
- [61] Kuporeb A., Handros L.G., Fizika Metallov i Metallovedenie
34, 1972, 1114-1117.
- [62] Le Maitre F., Leymonie C., Mem. Scient. Rev. Metallurg. LXV,
11, 1968, 817.
- [63] Moon J.R., Garwood R.D., J. Inst. Metals. 98, 1968, 105.
- [64] Garwood R.D., Iron Steel Inst., Spec. Report No 93, 1965, 90
(za pracą [65]).
- [65] Brezina P., Tech. Rdsch., Sulzer, 1972, 29.
- [66] Haynes R., J. Inst. Metals 82, 1953-54, 493.
- [67] Thomas D.L., Research Supplement 8, 1955, part 10, 50 (za pra-
cą [16]).
- [68] Asundi M.K., West D.R.F., J. Inst. Metals 94, 1966, 19.

- [69] Kulkarni S.D., Acta Met. 21, 1973, 1539.
- [70] Rao P., Livingston J.D., Koch E.F., Acta Met. 22, 1971, 1513.
- [71] Linden G., Prakt. Metallographic 8, 1972, 457.
- [72] Delaey L., et all., Proc. 2-nd Inst. Conf. Strength of Metals and Alloys 1970, 835 (za pracą [71]).
- [73] Smiriagin H.P., Promyślennye cvetnye metally i splavy, Moskva 1956 (za pracą [74]).
- [74] Kurski K., Miedź i jej stopy techniczne, "Śląsk", Katowice 1967, 243-254.
- [75] Nickel aluminium bronzes. The International Nickel Company, Thomas House Milbank, August 1962 (za pracą [74]).
- [76] Malcev M.V., Modificirovanie struktury metallov i splavov, Metalurgija, Moskva 1964.
- [77] Staub F., Adamczyk J. i inni, Metaloznawstwo, "Śląsk", Katowice 1973, 102.
- [78] Küster W., Speidel M.O., Z. Metallkunde 56, 1965, 585.
- [79] Khan Q., Delaey L., Z. Metallkunde 60, 1969, 12, 949.
- [80] Prowans S., Szczeciński K., Arch. Hutnictwa PAN, T. XVII 4, 1973, 363.
- [81] Prowans S., Wysiecki M., Arch. Hutnictwa PAN, T. XVII 4, 1972, 379.
- [82] Adamski C., Bonderek Z., Kulig Z., Piwowarczyk T., Rudy i Metale Nieżelazne 1972, 5, 191.
- [83] Tyler D., Goodwin R.J., J. Inst. Metals 96, 1968, 314.

- [84] Dies K., Heubner U., Z. Metallkunde 56, 1965, 403.
- [85] Morillo A., Priester P., Moisan J., Tigeat J., Rév. Met. 1968, 6, 427.
- [86] Grzegorzewicz T., Wpływ chromu na strukturę i niektóre własności obrabionych cieplnie brązów aluminiowych (praca niepublikowana / Politechnika Wrocławska, 1973.
- [87] Przystupiński M., Wpływ obróbki cieplnej na strukturę i własności bogatych w miedź stopów Cu-Al-Si (praca niepublikowana, Politechnika Wrocławska) 1964.
- [88] Fortina G., Fonderia Italiana 1970, 5, 167.
- [89] Leoni M., Fortina G., Alluminio e Nuova Met. 1969, 10, 503.
- [90] Fortina G., Leoni M., Alluminio 1971, 9, 433.
- [91] Kubiak A., Arch. Hutnictwa PAN, T. XX, 2, Warszawa-Kraków, 1975, 327.
- [92] Panseri C., Leoni M., Alluminio e Nuova Metallurgia 31, 1962, 461.
- [93] Heubner U., Wasserman G., Z. Metallkunde 3, 1962, 152.
- [94] Zwicker U., Z. Metallkunde 11, 1962, 709.
- [95] Knights R., Wilkes P., Acta Metallurgica 11, 1973, 1503.
- [96] Nishikawa S., Nagata K., Trans. of the Japan Inst. of Metals 5, 1976, 277.
- [97] Guistov K.B., Modulirovannye struktury v starejšich splavach, Naukova Dumka, Kiev 1975.

- [98] Dies K., Kupfer und Kupferlegierungen in der Technik, Springer-Verlag, Berlin 1967.
- [99] Tuschy E., Nickel Aluminiumbronzen, Thames House Millbank, London 1962.
- [100] Wettinck E., Z. Metallkunde 63, 1972, 214.
- [101] Tyler D.E., Lockington G.W., J. Inst. Metals 99, 1971, 215.
- [102] Laves F., Wallbaum H.J., Naturwissenschaften 27, 1939, 674
(za pracą [1]).
- [103] Karlsson N., J. Inst. Metals 79, 1951, 391 za pracą 1 .
- [104] Rostoker W., Trans. AIME 194, 1952, 209 za pracą 1 .
- [105] Trzebiatowski W., Berak J., Romotowski T., Roczniki Chem. 27, 1953, 426-437.
- [106] Shank F.A., Constitution of Binary Alloys, Mc Graw-Hill Book Co., 1969, 296.
- [107] Elliot R.P., Constitution of Binary Alloys, Mc Graw-Hill Book Co., 1965, 387.
- [108] Goodhew P.J., Specimen Preparation in Materials Science, New York 1973.
- [109] Zwicker U., Virdis P., Z. Metallkunde 1, 1971, 46.
- [110] Boriskina N.G., Miasnikova K.P., Titan i jego splawy, Akad. Nauk. ZSRR, Inst. Met. 7, 1962, 61-67.
- [111] Lužnikov L.P., Novikova V.M., Marejev A.P., Metallovedenie i Term. Obrabotka Metallov 2, 1963, 13-16.

- [112] Vigdorovič V.N., Krestovnikov A.N., Malcev M.V., Izvestija Vysšich Učebnych Zawedenij. Cvetnaja Metallurgija 2, 1958, 142-152.
- [113] Nestorenko E.G., Čuistov K.V., Fizika Metallov i Metallovedenie 9, 1960, 140-147.
- [114] Nestorenko E.G., Čuistov K.V., Ukrainskij Fizičeskij Žurnal 3, 1958, 276-278.
- [115] Raub E., Walter P., Engel M., Z. Metallkunde 43, 1952, 112-118.
- [116] Volk W., Statystyka stosowana dla inżynierów, WNT, Warszawa 1973.
- [117] Hahlbohm H.D., Z. Metallkunde 54, 1963, 515-518.
- [118] Saarivirta M.J., Cannon H.S., Metal Progress 76 2, 1959, 81-84.
- [119] Kalinin K.P., Spiridonova M.Z., Tr. Gos. Nanč.-Issled. i Proekt. Inst. po Obr. Cvet. Met. 18, 1960, 46-57.
- [120] Panseri C., Leoni M., Recherche mi bronzi d'aluminio complessi. Il diagramma di stato ternario Cu-Al-Ti, Associazione Italiana di Metallurgia 1962.
- [121] Raman A., Schubert K., Z. Metallkunde 2, 1965, 99-104.
- [122] Gunko L.P., Kokon V.V., Čuistov K.V., Fizika Metallov i Metallovedenie 33, 1972, 106.
- [123] Korotajev A.D., Protasov A.T. i inni, Fizika Metallov i Metallovedenie 27, 1969, 127.

- [124] Korotaev A.D. i inni, Fizika Metallov i Metallovedenie 26, 1968, 906.
- [125] Thompson A.L., Williams J.C., Eighth International Congress on Electron Microscopy, Canberra 1974, vol. I, 660.
- [126] Čuistov K.V., Metallofizika, Naukova Dumka, Kiev 1972, 55.
- [127] Böhlm N., Z. Metallkunde 52, 1961, 518.
- [128] Böhlm N., Z. Metallkunde 52, 1961, 564.
- [129] Hüussler G., Neue Hütte 17, 1972, 193.
- [130] Kaczmar W., Prace Naukowe Instytutu Technologii Budowy Maszyn Politechniki Wrocławskiej 1, 1970, 87.
- [131] Korotaev A.D., Cinenko O.B., Protasov A.T., Fizika Metallov i Metallovedenie 26, 1968, 789.
- [132] Genžula A.D., Kokorin V.V., Čuistov K.V., Fizika Metallov i Metallovedenie 36, 1973, 1051.
- [133] Korotaev A.D., Lambakachar O.O., Protasov A.T., Fizika Metallov i Metallovedenie 27, 1969, 645.
- [134] Bušnev L.C., i inni, Fizika Metallov i Metallovedenie 30, 1970, 63.
- [135] Doi T., Acta Met. 11, 1957, 933 za pracą 97 .
- [136] Erenenko V.N., Bujanov Ju.I., Prima S.B., Poroškovaja Metalurgija 6, 1966, 79.
- [137] Dennison J.P., J. Inst. Metals 82, 1953, 117.
- [138] Dennison J.P., J. Inst. Metals 83, 1954, 465.

- [139] Brammar J.S., Devey M.A.P., Specimen Preparation for Electron Microscopy, Oxford 1966.
- [140] Kay D., Techniques for Electron Microscopy, Oxford 1962.
- [141] Bock J., Dudziński W., Prace Naukowe Instytutu Materiałoznawstwa i Mechaniki Technicznej Politechniki Wrocławskiej 33, 1977, 69.
- [142] Andrews K.W., Dyson D.J., Keown S.R., Interpretation of Electron Diffraction Patterns, London 1971.
- [143] Rymer T.B., Electron Diffraction, London 1970.
- [144] Hirsch P.B. et al., Electron Microscopy of Thin Crystals, London, Butterworths., 1965.
- [145] Bock J., Dudziński W., Prosty potencjostat do wykonywania cienkich folii (praca niepublikowana), Politechnika Wrocławska 1975.
- [146] Reimer L., Elektronenmikroskopische Untersuchungs und Preparationsmethoden, Berlin 1967.
- [147] Soa E.A., Anwendung der Emissions-Elektronenmikroskopie in der Metallographie, Practische Metallographie 6, 1969.
- [148] Pękalski G., Raport nr 77 Instytutu Materiałoznawstwa i Mechaniki Technicznej Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 1975, s. 135.
- [149] Mirkin L.J., Spravočnik po rentgenostrukturnomu analizu polikrystallov, Gosud. Izdat. Fiziko-Matemat. Literaturny, Moskva 1972.

- [150] Nedoma I., Wskaźnikowanie rentgenogramów proszkowych substancji tetragonalnych i heksagonalnych, "Śląsk", Katowice 1973.
- [151] Pearson W.B., A Handbook of Lattice Spacings and Structures of Metals and Alloys, vol. 2, Oxford 1967.
- [152] Haimann R., Materiały niepublikowane, Politechnika Wrocławska.
- [153] Krajczyk A., Wpływ kobaltu na strukturę i niektóre własności obrabionych cieplnie brązów aluminiowych (praca niepublikowana), Politechnika Wrocławska 1976.

POLITECHNIKA WROCŁAWSKA
INSTYTUT MATERIAŁOZNAWSTWA I MECHANIKI TECHNICZNEJ

A T L A S

do pracy doktorskiej
mgra inż. Włodzimierza Dudzińskiego

pt:

WPLYW TYTANU NA STRUKTURĘ I NIEKTÓRE WŁAŚNOŚCI
OBROBIONYCH CIEPLNIE BRAZÓW ALUMINIOWYCH

Promotor:

Doc. dr inż. Rudolf Haimann

Wrocław 1977

1. WSTĘP

W atlasie umieszczono fotografie mikrostruktur badanych stopów. Pokazano mikrostruktury najbardziej charakterystyczne dla poszczególnych etapów obróbki cieplnej.

Badania mikroskopowe próbek przy powiększeniach do 1000 razy oraz ich fotografie wykonano na mikroskopie optycznym firmy Reichert typ MeF, fotografie mikrostruktur replik i cienkich folii wykonano natomiast za pomocą mikroskopów elektronowych.

Repliki węglowo-platynowe obserwowano na mikroskopie elektronowym EF-4 (firmy Zeiss), a mikrostruktury cienkich folii - na mikroskopach elektronowych EM-301 (firmy Philips) i BS613 (Zakładów Tesla), przy napięciu przyspieszającym 100 kV.

Próbki do obserwacji na mikroskopie świetlnym oraz próbki z których wykonano repliki trawiono jednym z następujących odczynników:

a/ 1% wodny roztwór kwasu chromowego. Trawienie elektrolityczne przy napięciu 2,5 - 3V,

b/ 5 g chlorku żelazowego, 30 ml kwasu solnego 1,19 ,
100 ml alkoholu etylowego.

c/ 15% wodny roztwór nadsiarczanu amonu.

W opisie zamieszczonych mikrofotografii sposób odwzorowania struktury badanych próbek oznaczono według następującej zasady:

m.o. - mikroskopia optyczna,

r. - mikroskopia elektronowa - repliki,

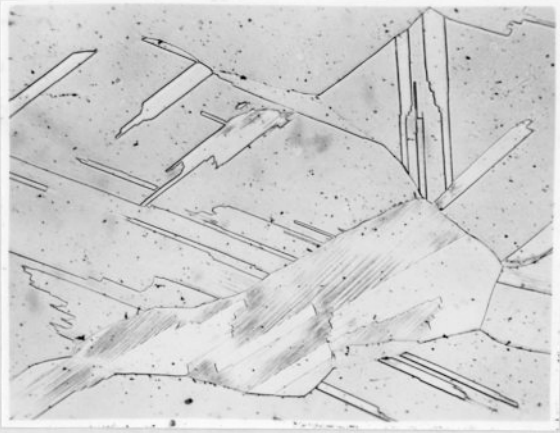
c.f. - mikroskopia elektronowa - cienkie folie.

Rodzaj zastosowanego odczynnika trawiącego oznaczono odpowiednio literą: a, b lub c. Tak więc np. oznaczenie r-c oznacza replikę wykonaną z powierzchni próbki wytrawionej odczynnikiem c.

Fotografie mikrostruktur próbek w podwyższonych temperaturach wykonano na elektronowym mikroskopie emisyjnym EF-2 z głowicą EF-6 (firmy Zeiss).

Obrazy powierzchniowego rozmieszczenia składników stopów, tzn. miedzi, aluminium i tytanu w mikroobszarach próbki uzyskano stosując mikroskop scanningowy firmy Cambridge Stereoscan-180, sprzężony z układem do mikroanalizy firmy Links - Systems.

MIKROSTRUKTURY



Fot. 1

x150



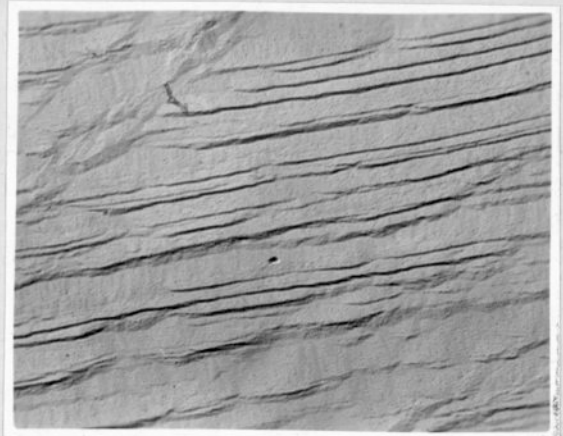
Fot. 2

x150



Fot. 3

x300



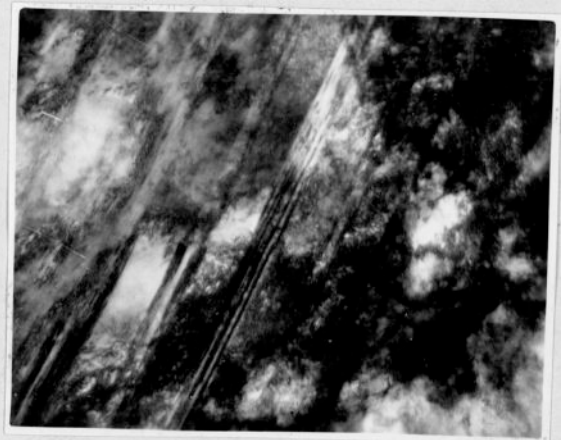
Fot. 4

x12000



Fot. 5

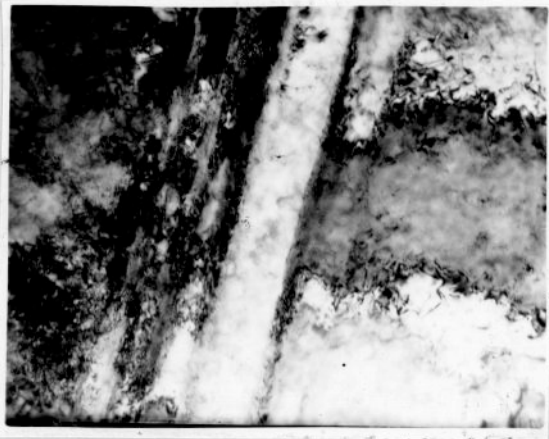
x16000



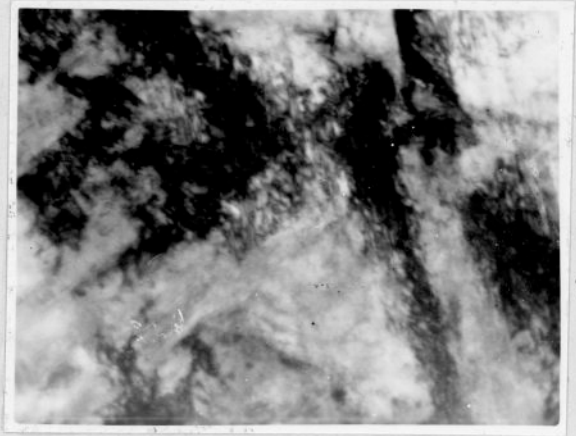
Fot. 6

x39000

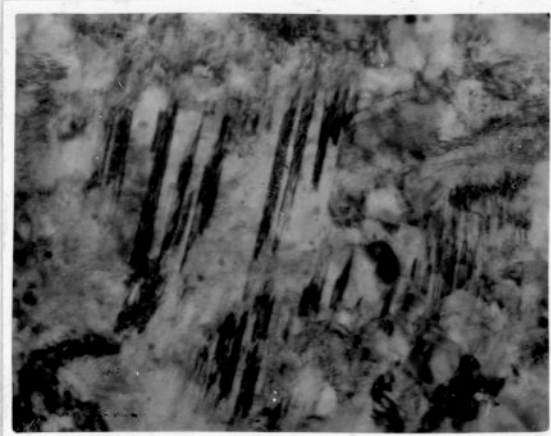
Nr fot.	Oznaczn. próbki	Rodzaj obróbki ciepln.	Sposób oznacz. strukt.	Opis mikrostruktury
7	1PE	Starzenie w 300°C 160 min	c.f.	Obszary spoligonizowanej fazy α z nielicznymi mikroblizniakami.
8	1MB	Starzenie w 350°C 20 min	c.f.	Początek zdrowienia w zgniecionej fazie α .
9	1MC	Starzenie w 350°C 40 min	c.f.	Zarodki zrekrystalizowanej fazy α występujące w pobliżu obszarów o większej gęstości dyslokacji i przy granicach mikroblizniaków.
10	1MD	Starzenie w 350°C 80 min	r-c	Zrekrystalizowane ziarna fazy α .
11	1RC	Starzenie w 400°C 40 min	r-c	Zrekrystalizowane ziarna fazy α . W obszarach niezrekrystalizowanych widoczne są dyspersyjnie wydzielone fazy [Ti].
12	1RE	Starzenie w 400°C 160 min	r-c	Widoczny jest postępujący proces rekrytalizacji w fazie α oraz wzrost ilości fazy [Ti] wydzielonej podczas starzenia.



Fot. 7 x39000



Fot. 8 x8000



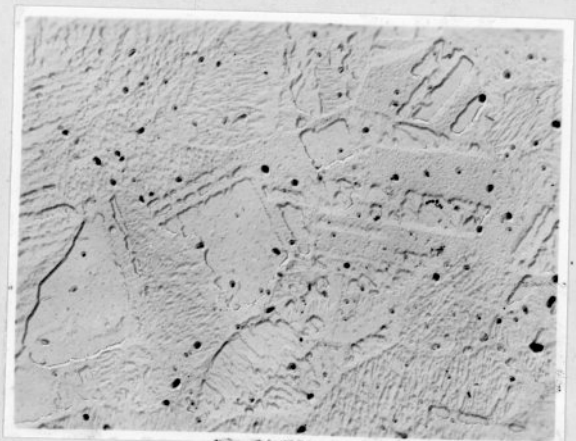
Fot. 9 x80000



Fot. 10 x12000



Fot. 11 x12000



Fot. 12 x10000

Nr fot.	Oznacz. próbki	Rodzaj obróbki ciepln.	Sposób odwzor. strukt.	Opis mikrostruktury
13	1RE	Starzenie w 400°C 160 min	c.f.	W obszarach zrekrystalizowanych ziarn fazy α z bliźniakami rekrystalizacji widoczne są drobne, jaśniejsze wydzielena fazy [Ti] .
14	1RE	Starzenie w 400°C 160 min	m.o.-b	Obszary fazy α wykazujące niejednakowy stopień zrekrystalizowania .
15	2W	Wyżarz.	m.o.-b	Na tle fazy α z bliźniakami widoczne są pasemka i sferoidy fazy [Ti] .
16	2	Przesyc. od 900°C w H ₂ O	m.o.-b	Regularne ziarna fazy α z bliźniakami oraz drobnymi wtrąceniami niemetalicznymi
17	2Z	Przesyc. od 900°C w H ₂ O	m.o.-b	Pasma i linie poślizgów w fazie α .
18	2Z	Przesyc. od 900°C w H ₂ O gniot 60%	r-c	Pasma poślizgów w fazie α .



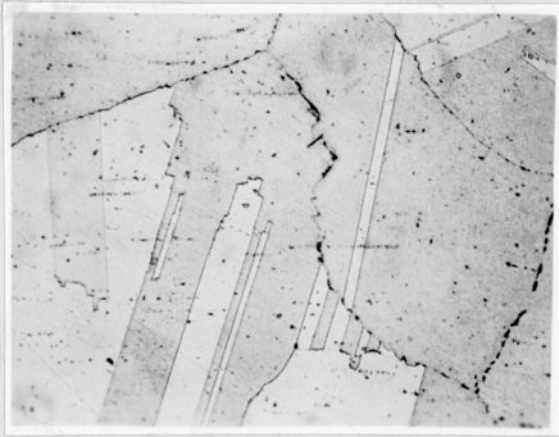
Fot. 13

x18000



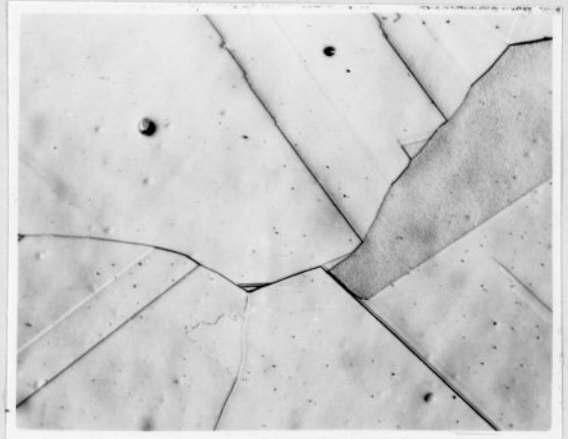
Fot. 14

x350



Fot. 15

x300



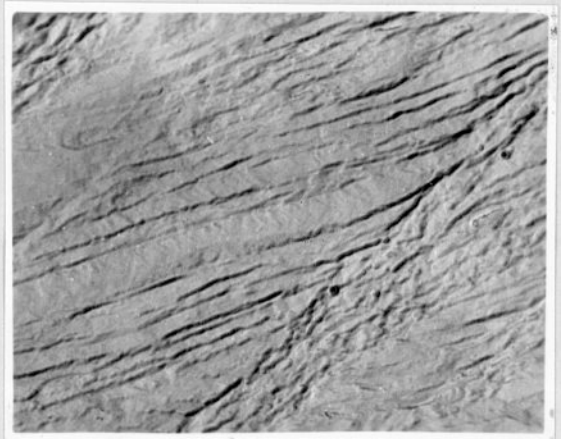
Fot. 16

x300



Fot. 17

x300



Fot. 18

x16000

Nr fot.	Oznaczenie próbki	Rodzaj obróbki cieplnej	Sposób odwzorowania struktury	Opis mikrostruktury
19	2PB	Starzenie w 300°C 20 min	c.f.	Początek procesów zdrowienia w fazie α .
20	2PE	Starzenie w 300°C 160 min	c.f.	Początek rekrytalizacji fazy α , w obszarach o mniejszej gęstości dyslokacji.
21	2PE	Starzenie w 300°C 160 min	c.f.	Początek rekrytalizacji fazy α w obszarach pomiędzy mikrobliźniakami odkształcenia.
22	2PE	Starzenie w 300°C 160 min	r-c	Obszary zrekrystalizowanej fazy α na granicach linii poślizgów.
23	2MD	Starzenie w 350°C 80 min	c.f.	Zarodki rekrytalizującej fazy α , pomiędzy obszarami o dużej gęstości dyslokacji.
24	2ME	Starzenie w 350°C 160 min	r-c	Obszar zrekrystalizowanej fazy α z drobnymi wydzieleniami dyspersyjnej fazy [Ti].



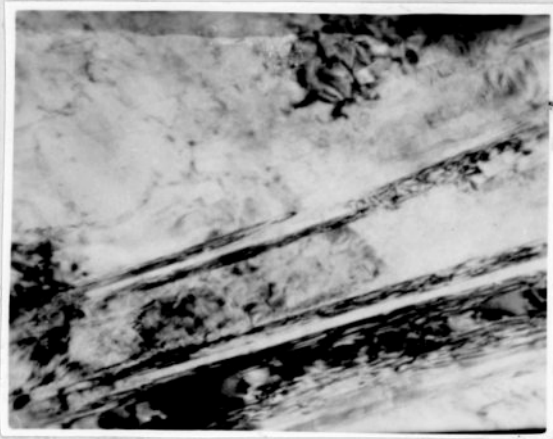
Fot. 19

x16000



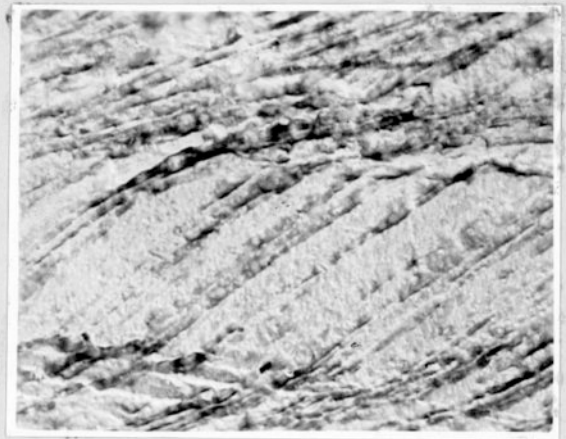
Fot. 20

x26000



Fot. 21

x130000



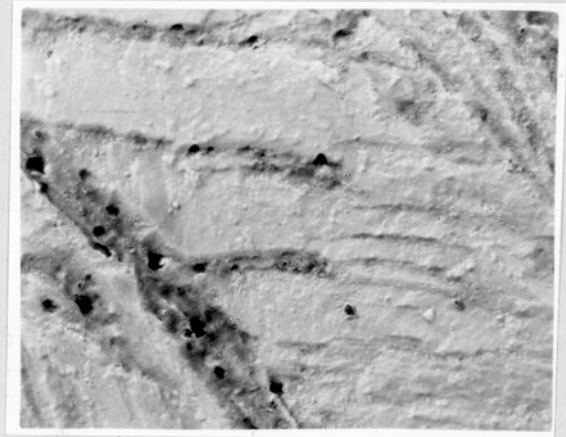
Fot. 22

x10000



Fot. 23

x39000



Fot. 24

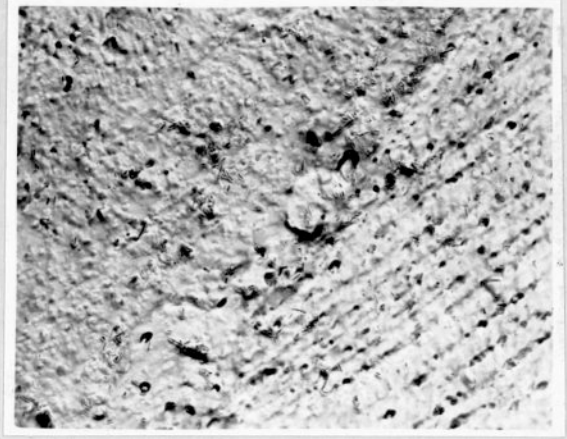
x16000

Nr fot.	Oznaczn. próbki	Rodzaj obróbki ciepln.	Sposób odwzor. strukt.	Opis mikrostruktury
25	2RB	Starzenie w 400°C 20 min	r-c	Pomiędzy pasmami poślizgów w fazie α widoczne są zarodki rekrytalizacji oraz drobne wydzielenia fazy [Ti].
26	2RC	Starzenie w 400°C 40 min	r-c	Duża ilość wydzieleni fazy [Ti] na granicach pasm poślizgów w fazie α . Widoczny jest również obszar zrekrystalizowanej fazy α .
27	2RD	Starzenie w 400°C 80 min	c.f.	Obszary zrekrystalizowanej fazy α i wydzielenia fazy [Ti].
28	2RE	Starzenie w 400°C 160 min	r-c	Struktura jak na fot.27 obserwowana na replice węglowo-platynowej.
29	2RE	Starzenie w 400°C 160 min	r-c	Niewielki obszar zrekrystalizowanej fazy α z wydzieleniami fazy [Ti].
30	2RE	Starzenie w 400°C 160 min	c.f.	Dyfraktogram elektronowy z obszaru przedstawionego na fot. 29.



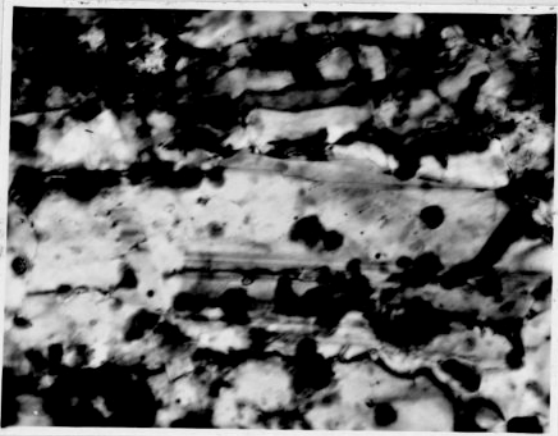
Fot. 25

x8000



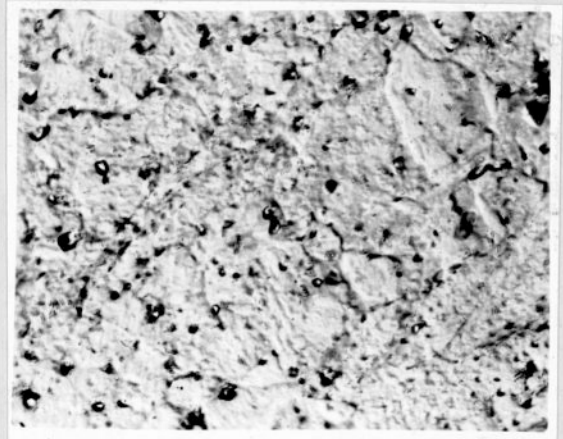
Fot. 26

x16000



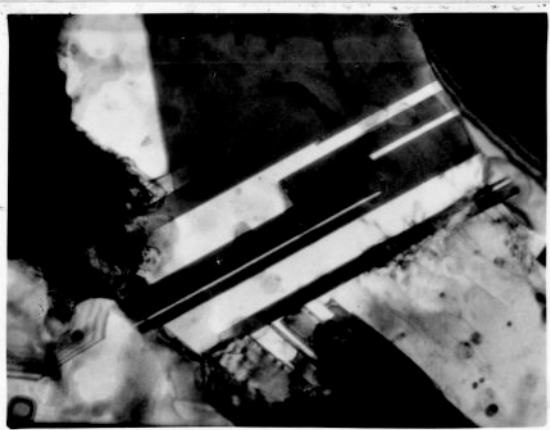
Fot. 27

x39000



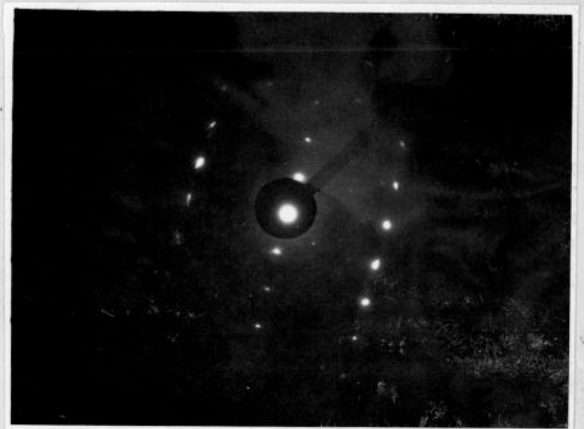
Fot. 28

x12000



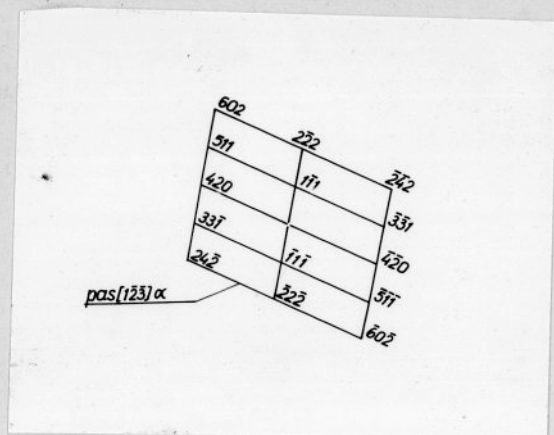
Fot. 29

x59000

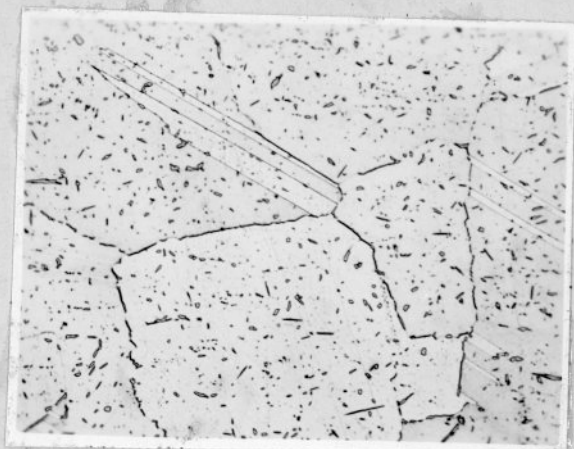


Fot. 30

Nr fot.	Oznaczn. próbki	Rodzaj obróbki ciepln.	Sposób odwzor. strukt.	Opis mikrostruktury
31	2RE	Starzenie w 400°C 160 min	c.f.	Rozwiązanie dyfraktogramu pokazanego na fot.30.
32	3W	Wyżarz.	m.o.-b	W obszarach i na granicach ziarn fazy α z bliźniakami widoczne są wydzielenia fazy [Ti].
33	3	Przesyc. od 900°C w H ₂ O	m.o.-b	W ziarnach fazy α z bliźniakami, widoczna jest niewielka ilość drobnych wtrąceń niemetalicznych.
34	3Z	Przesyc. od 900°C w H ₂ O	m.o.-b	Liczne linie i pasma poślizgów w fazie α .
35	3Z	Przesyc. od 900°C w H ₂ O	r-c	Bardzo drobne, nierozpuszczone wydzielenia fazy [Ti] w obszarach odkształconej fazy α .
36	3PB	Starzenie w 300°C 20 min	r-c	Na tle fazy α widoczna jest niewielka ilość drobnych wydzieleni fazy [Ti].

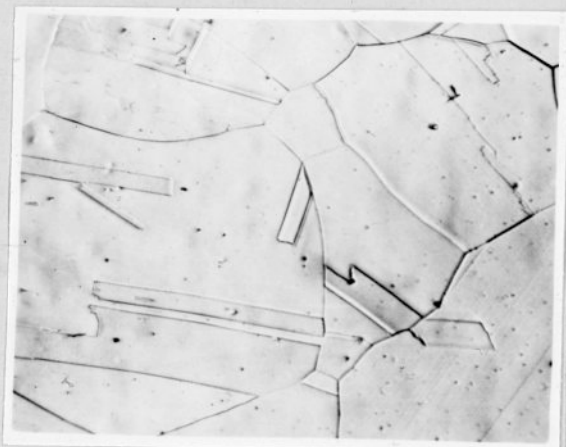


Fot. 31



Fot. 32

x300



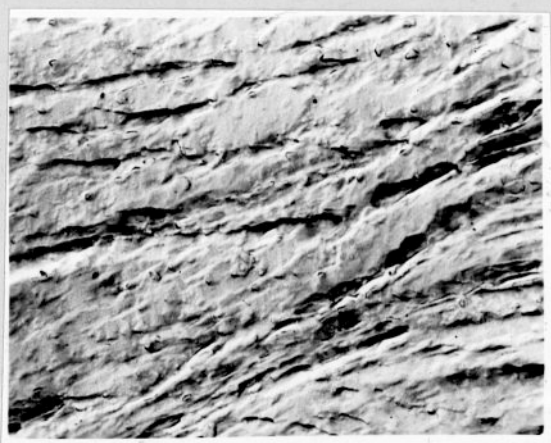
Fot. 33

x300



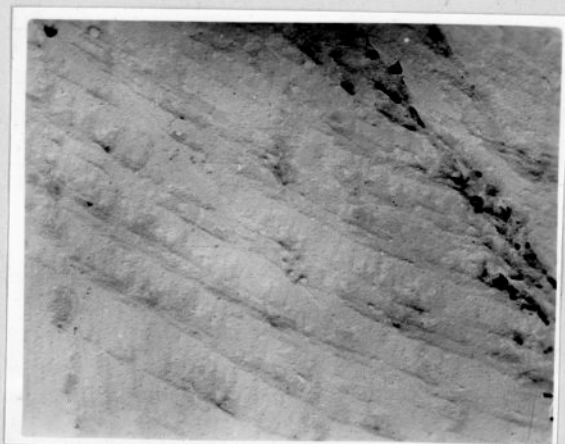
Fot. 34

x300



Fot. 35

x12000



Fot. 36

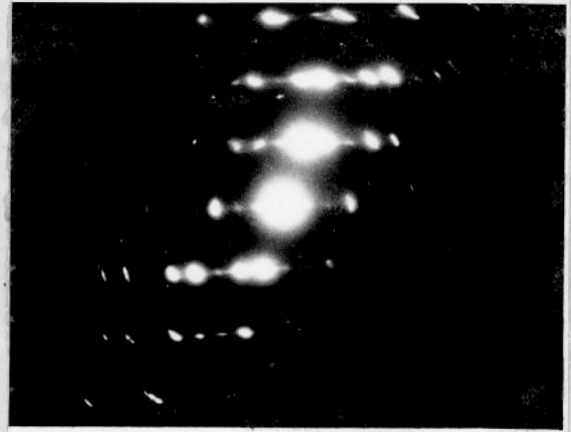
x12000

Nr fot.	Oznaczn. próbki	Rodzaj obróbki ciepln.	Sposób odwzor. strukt.	Opis mikrostruktury
37	3PE	Starzenie w 300°C 160 min	c.f.	Początek zdrowienia w obszarach pomiędzy mikrobliźniakami odkształcenia fazy α .
38	3PE	Starzenie w 300°C 160 min	c.f.	Dyfraktogram elektronowy z obszaru przedstawionego na fot.37.
39	3PE	Starzenie w 300°C 160 min	c.f.	Rozwiązanie dyfraktogramu pokazanego na fot.38.
40	3MD	Starzenie w 350°C 80 min	r-c	Liczne, drobne wydzielienia fazy [Ti] na tle fazy α .
41	3ME	Starzenie w 350°C 160 min	c.f.	Obszary zrekrystalizowanej fazy α , z drobnymi wydzieleniami fazy [Ti].
42	3ME	Starzenie w 350°C 160 min	c.f.	Dyfraktogram elektronowy z obszaru przedstawionego na fot.41.

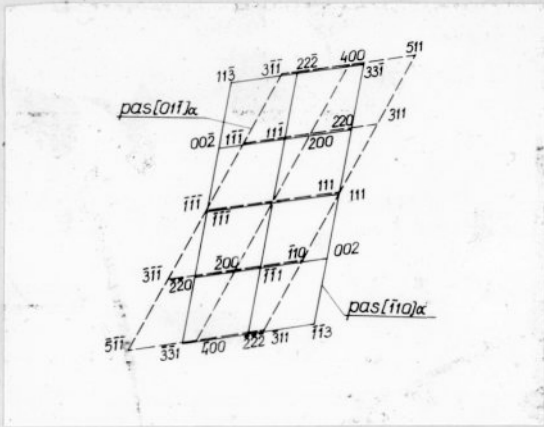


Fot. 37

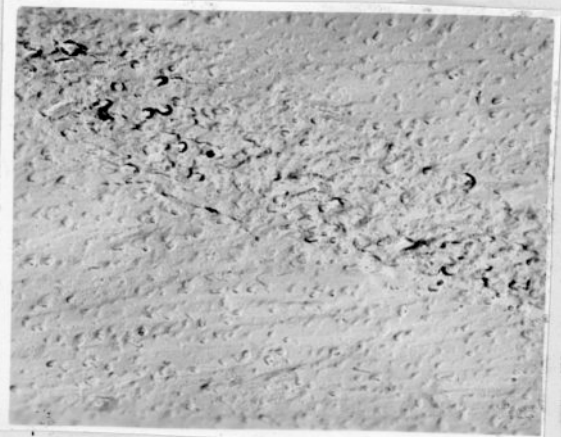
x39000



Fot. 38

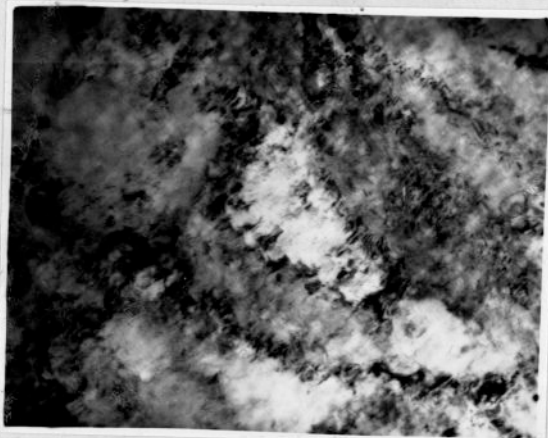


Fot. 39



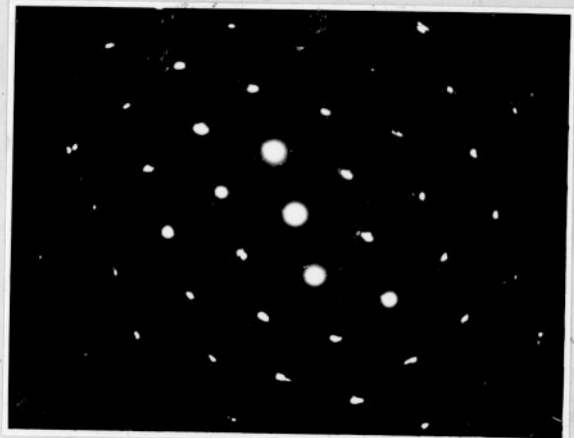
Fot. 40

x12000



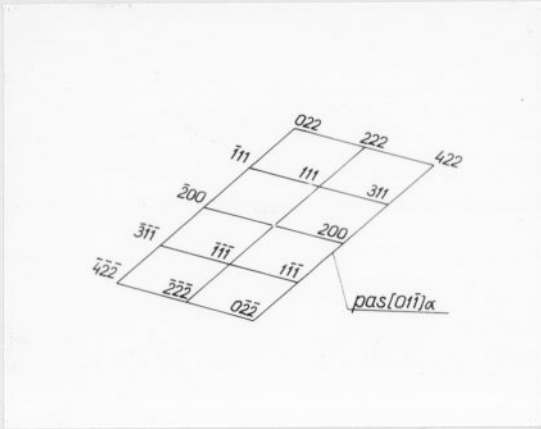
Fot. 41

x53000



Fot. 42

Nr fot.	Oznaczn. próbki	Rodzaj obróbki ciepln.	Sposób odwzor. strukt.	Opis mikrostruktury
43	3ME	Starzenie w 350°C 160 min	c.f.	Rozwiązanie dyfraktogramu pokazanego na fot.42.
44	3RB	Starzenie w 400°C 20 min	r-c	W pasmach poślizgu widoczne są zarodki rekrytalizującej fazy α i drobne wydzielenia fazy [Ti].
45	3RD	Starzenie w 400°C 80 min	r-c	Wydzielenia fazy [Ti] w pasmach poślizgów i na granicach rekrytalizującej fazy α .
46	3RE	Starzenie w 400°C 160 min	c.f.	Ziarna zrekrystalizowanej fazy α z wydzieleniami fazy [Ti].
47	3RE	Starzenia w 400°C 160 min	r-c	Częściowo skoagulowane wydzielenia fazy [Ti] w obszarach zrekrystalizowanej fazy α .
48	3RE	Starzenie w 400°C 160 min	c.f.	Struktura jak na fot.47 obserwowana na cienkiej folii.

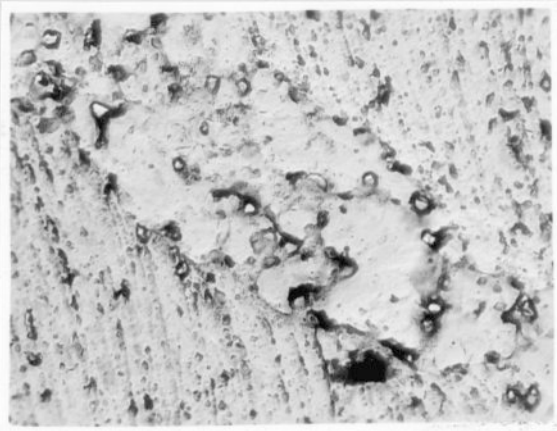


Fot. 43



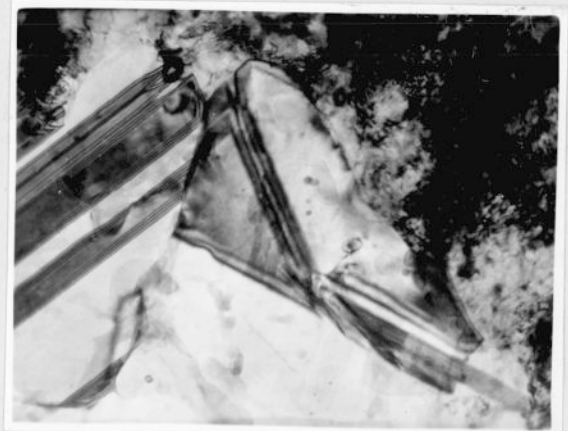
Fot. 44

x12000



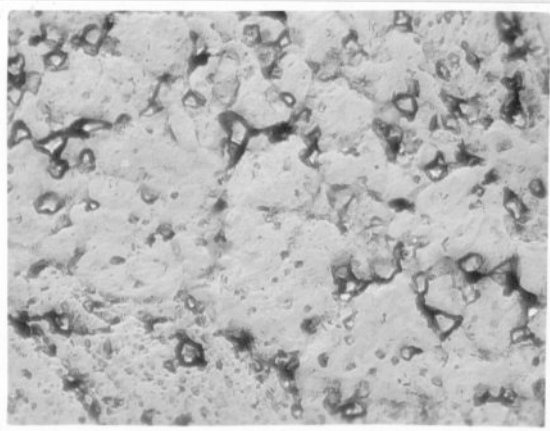
Fot. 45

x16000



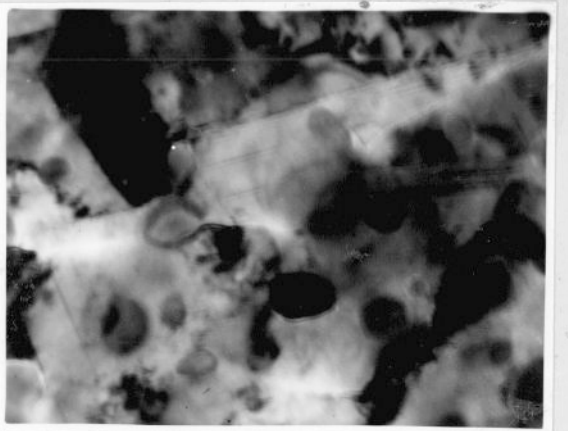
Fot. 46

x59000



Fot. 47

x16000



Fot. 48

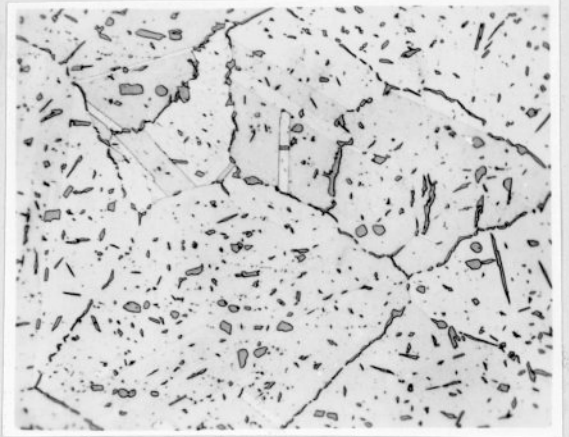
x80000

Nr fot.	Oznaczenie próbki	Rodzaj obróbki cieplnej	Sposób odwzorowania struktury	Opis mikrostruktury
49	3RE	Starzenie w 400°C 160 min	m.o.-b	W obszarach fazy α widoczny jest niejednakowy stopień zaawansowania procesów rekryształizacji.
50	4W	Wyżarz.	m.o.-b	W obszarach ziarn fazy α widoczne są wydzielenia fazy [Ti], w postaci sferoidów i wydłużonych pasemek.
51	4	Przesyc. od 900°C w H ₂ O	m.o.-b	Ziarna fazy α z licznymi bliźniakami i niewielką ilością drobnych wtrąceń niemetalicznych.
52	4Z	Przesyc. od 900°C w H ₂ O gniot 60%	m.o.-b	Pasma i linie poślizgów w fazie α .
53	4Z	Przesyc. od 900°C w H ₂ O gniot 60%	r-c	W obszarach odkształconych ziarn widoczne są drobne wydzielenia nierozpuszczonej fazy [Ti].
54	4PB	Starzenie w 300°C 20 min		Dyspersyjne wydzielenia fazy [Ti] w obszarach ziarn fazy α .



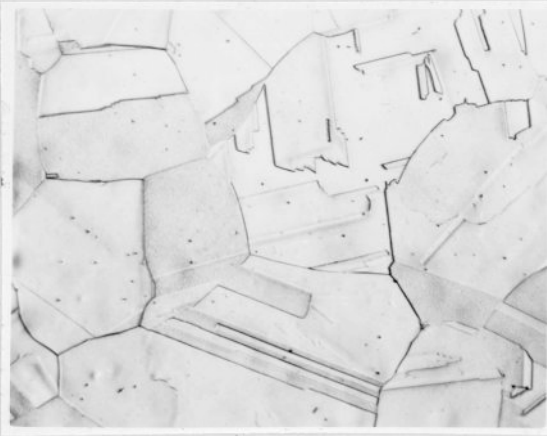
Fot. 49

x850



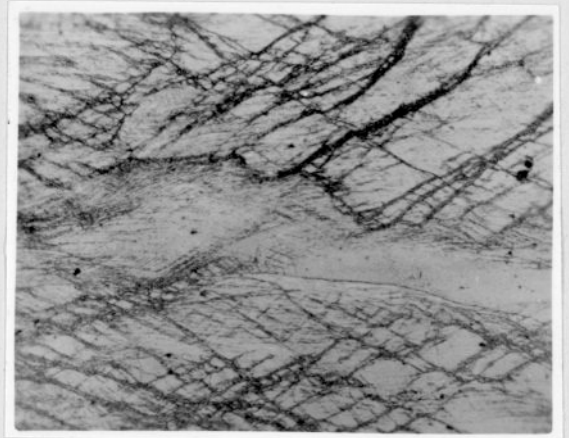
Fot. 50

x300



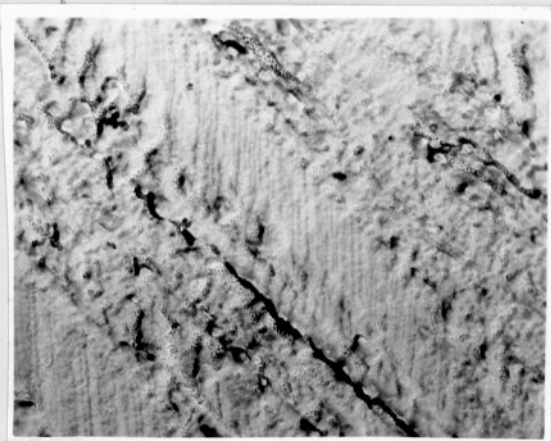
Fot. 51

x300



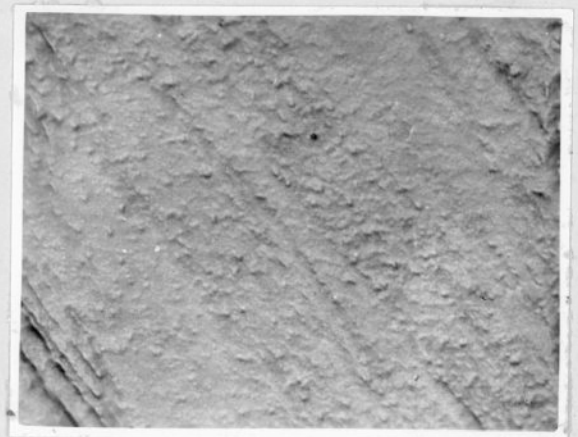
Fot. 52

x300



Fot. 53

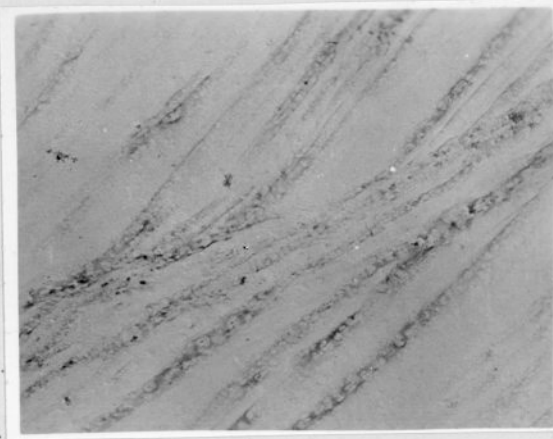
x12000



Fot. 54

x16000

Nr fot.	Oznaczenie próbki	Rodzaj obróbki ciepln.	Sposób odwzor. strukt.	Opis mikrostruktury
55	4PE	Starzenie w 300°C 160 min	r-c	Drobne ziarenka zrekrytalizowanej fazy α na granicach pasm i linii poślizgów.
56	4PE	Starzenie w 300°C 160 min	c.f.	Obszary zrekrytalizowanej fazy α , występująca pomiędzy mikrobliźniakami odkształcenia.
57	4PE	Starzenie w 300°C 160 min	c.f.	Dyspersyjne wydzielienia fazy [Ti] na granicy zrekrytalizowanych ziarn fazy α .
58	4MB	Starzenie w 350°C 20 min	r-c	Widoczne są niewielkie obszary zrekrytalizowanej fazy α , oraz drobne wydzielienia fazy [Ti].
59	4MC	Starzenie w 350°C 40 min	r-c	Częściowo skoagulowane wydzielania fazy [Ti] na tle fazy α .
60	4ME	Starzenie w 350°C 160 min	c.f.	Obszar zrekrytalizowanej fazy α powstały w miejscu w większej gęstości dyslokacji.



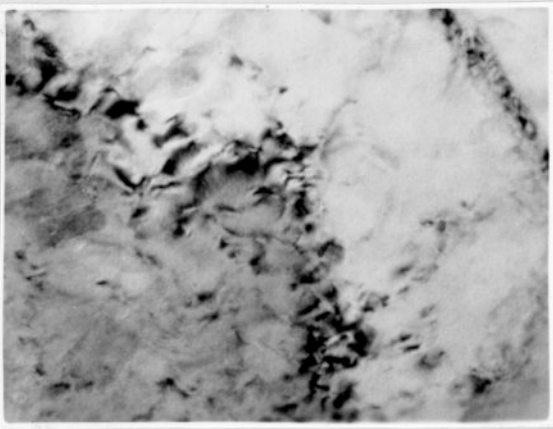
Fot. 55

x12000



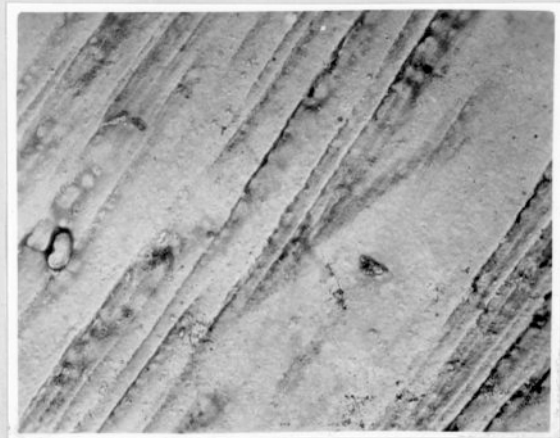
Fot. 56

x43000



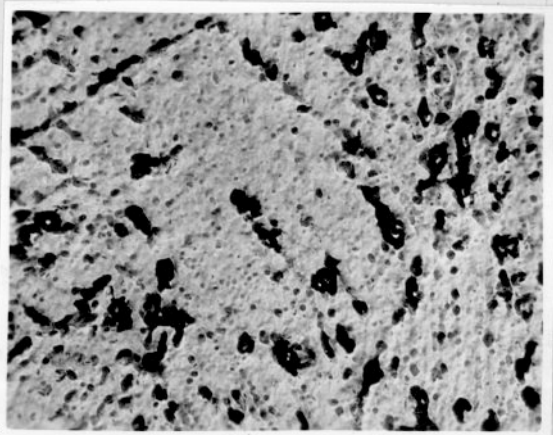
Fot. 57

x130000



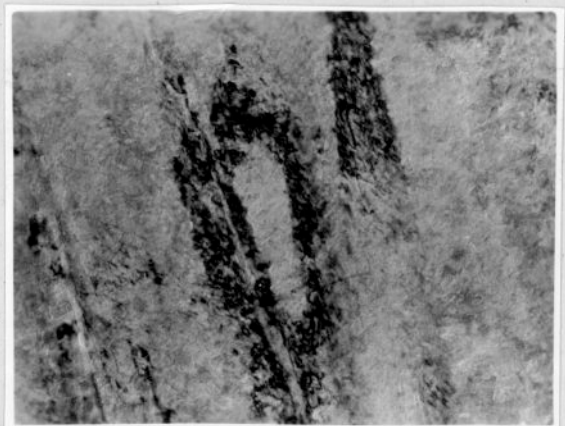
Fot. 58

x12000



Fot. 59

x16000



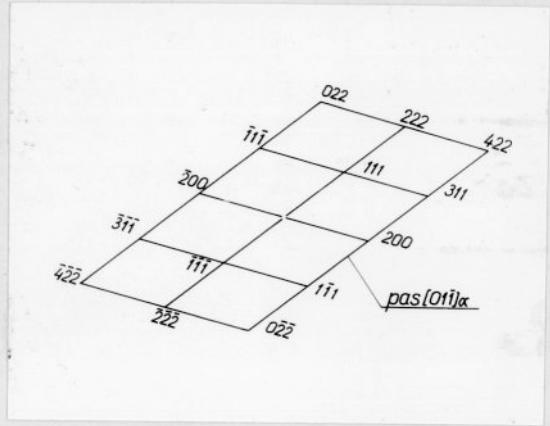
Fot. 60

x59000

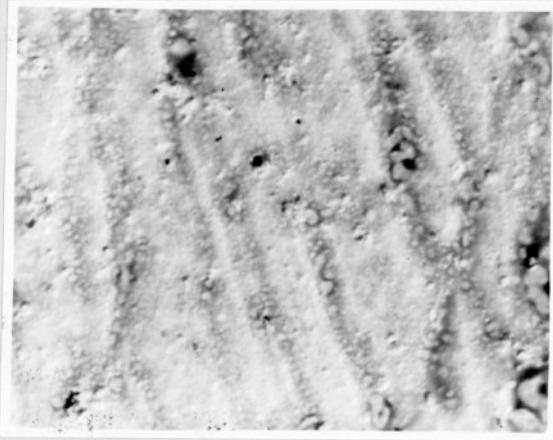
Nr fot.	Oznaczn. próbki	Rodzaj obróbki ciepln.	Sposób odwzor. strukt.	Opis mikrostruktury
61	4ME	Starzenie w 350°C 160 min	c.f.	Dyfraktogram elektronowy z obszaru przedstawionego na fot. 60.
62	4ME	Starzenie w 350°C 160 min	c.f.	Rozwiązanie dyfraktogramu pokazanego na fot. 61.
63	4ME	Starzenia w 350°C 160 min	r-c	Zrekrytalizowane ziarna fazy α z wydzieleniami dyspersyjnej fazy [Ti].
64	4RB	Starzenie w 400°C 20 min	c.f.	Zrekrytalizowane ziarna fazy α z wydzieleniami dyspersyjnej fazy [Ti].
65	4RE	Starzenie w 400°C 160 min	m.o.-b	Zrekrytalizowane ziarna fazy α .
66	4RE	Starzenie w 400°C 160 min	r-c	Wydzielenia fazy [Ti] na tle zrekrystalizowanej fazy α .



Fot. 61

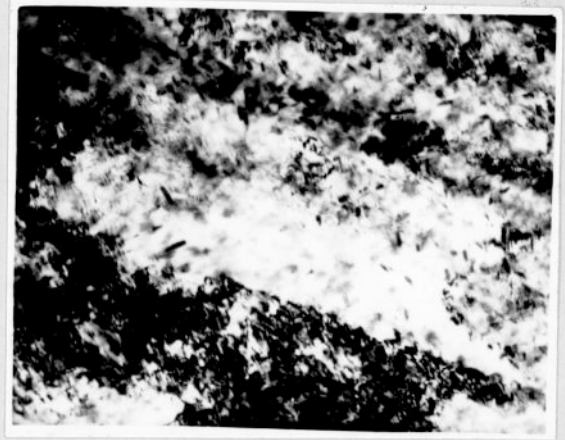


Fot. 62



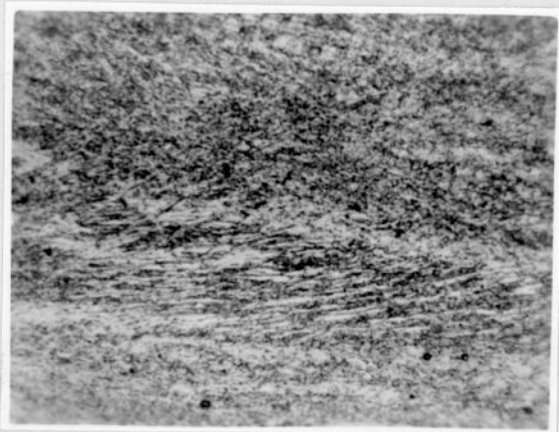
Fot. 63

x16000



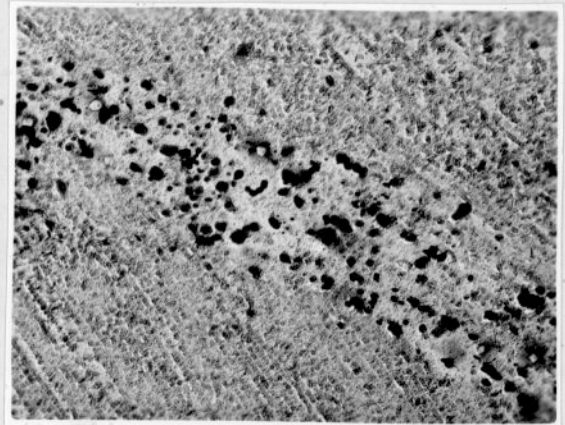
Fot. 64

x39000



Fot. 65

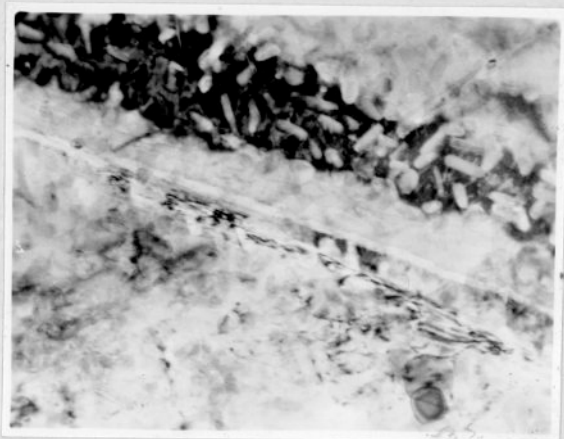
x850



Fot. 66

x12000

Nr fot.	Oznacznik próbki	Rodzaj obróbki ciepln.	Sposób odwzor. strukt.	Opis mikrostruktury
67	4RE	Starzenie w 400°C 160 min	c.f.	Wydzielenia fazy [Ti] w postaci krótkich igieł, na tle fazy α .
68	4RE	Starzenie w 400°C 160 min	c.f.	Dyfraktogram elektronowy z obszaru przedstawionego na fot. 68.
69	4RE	Starzenie w 400°C 160 min	c.f.	Rozwiązanie dyfraktogramu pokazanego na fot. 68.
70	5W	Wyrzaż.	m.o.-a	Na tle jasnej fazy α eutektoid $\alpha + \gamma_2$
71	5H	Hart. od 925°C w 10% NaCl	m.o.-b	Gruboiglasty martenzyt β' .
72	5H	Hart. od 925°C w 10% NaCl	r-b	Struktura jak na fot. 71 obserwowana na replice węglowo-platynowej.

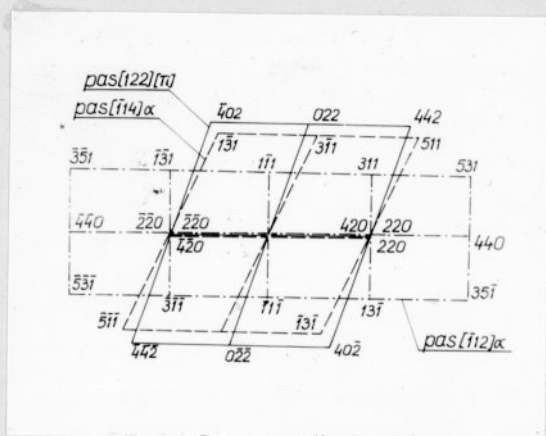


Fot. 67

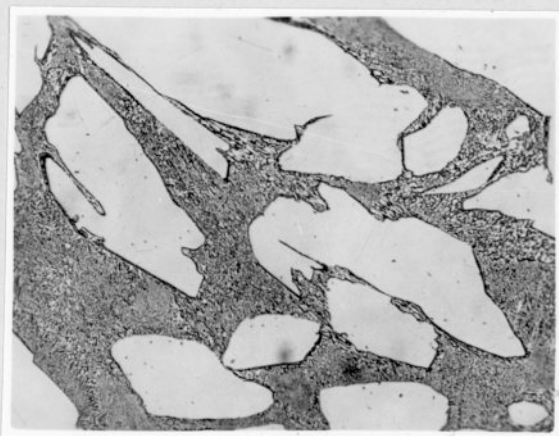
x75000



Fot. 68



Fot. 69



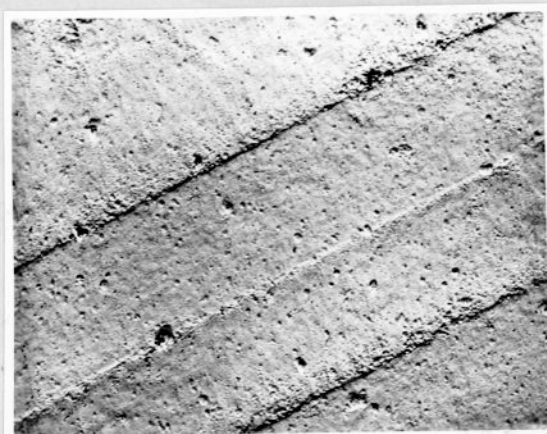
Fot. 70

x135



Fot. 71

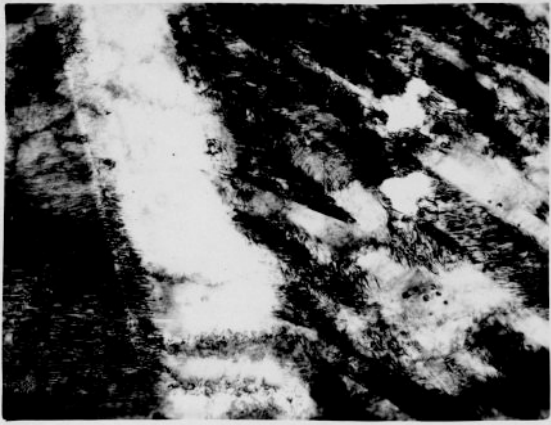
x370



Fot. 72

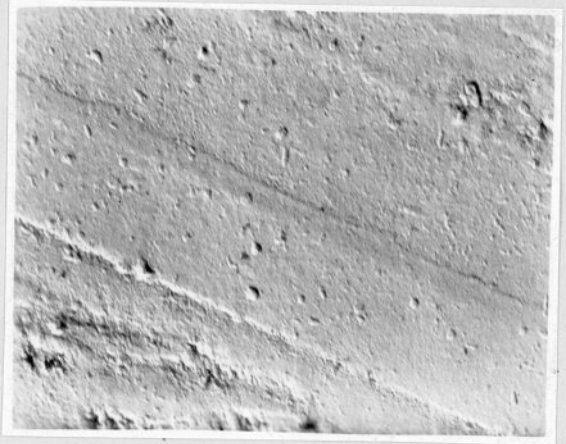
x12000

Hr fot.	Oznaczn. próbki	Rodzaj obróbki ciepln.	Sposób odwzor. strukt.	Opis mikrostruktury
73	5H	Hart. od 925°C w 10% NaCl	c.f.	Struktura jak na fot. 71 obserwowana na cienkiej folii.
74	5PC	Odpuszcz. w 300°C 40 min	r-b	Gruboiglasty martenzyt β' .
75	5PE	Odpuszcz. w 300°C 160 min	c.f.	Spasmowanie w igłach mar- tenzytu β' .
76	5PE	Odpuszcz. w 300°C 160 min	m.o.-a	Igły martenzytu β' z wido- cznymi płaszczyznami po- działu (habitus).
77	5RA	Odpuszcz. w 400°C 10 min	r-a	Widoczne spasmowanie w igle martenzytu β' .
78	5RA	Odpuszcz. w 400°C	m.o.-a	Gruboiglasty martenzyt β' .



Fot. 73

x39000



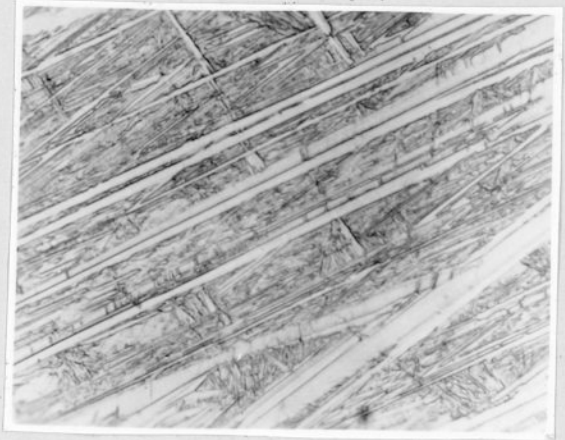
Fot. 74

x10000



Fot. 75

x39000



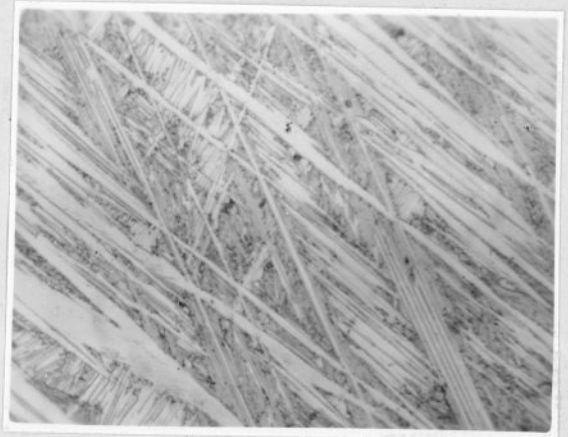
Fot. 76

x560



Fot. 77

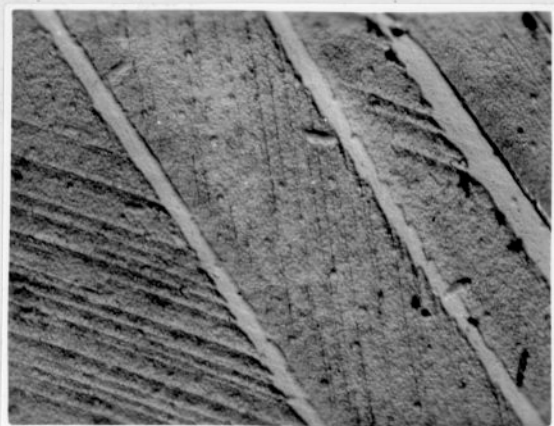
x16000



Fot. 78

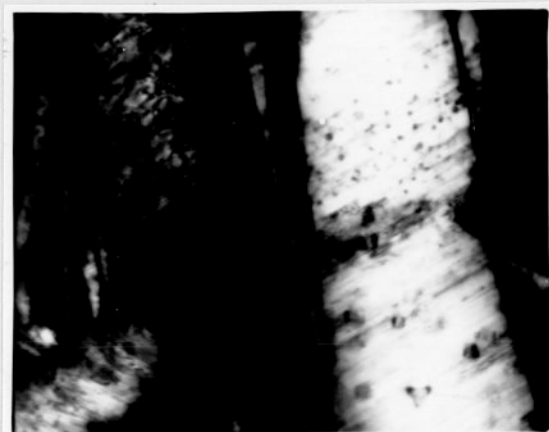
x850

Nr fot.	Oznacz. próbki	Rodzaj obróbki ciepln.	Sposób odwzor. strukt.	Opis mikrostruktury
79	5RB	Odpuszcz. w 400°C	r-a	Cienkie płytki fazy γ_2 widoczne na granicach igieł martenzytu β' , oraz na ich płaszczyznach podziału.
80	5RB	Odpuszcz. w 400°C 20 min	c.f.	Struktura jak na fot. 79 obserwowana na cienkiej fo- lii.
81	5RB	Odpuszcz. w 400°C 20 min	r-a	Ułożone na przemian płytki faz. α i γ_2 .
82	5RC	Odpuszcz. w 400°C 40 min	r-a	Płytkowe wydzielienia fazy γ_2 ułożone na granicach i płaszczyznach podziału byłego martenzytu β' .
83	5RE	Odpuszcz. w 400°C 160 min	r-a	Struktura jak na fot. 82
84	5RE	Odpuszcz. w 400°C	m.o.-a	Wydzielienia fazy γ_2 na granicach ziarn byłej fazy β .



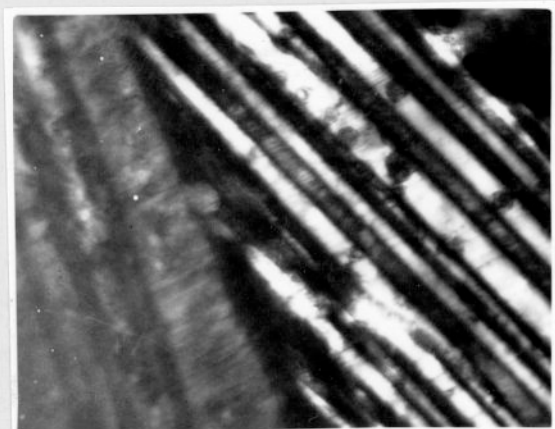
Fot. 79

x12000



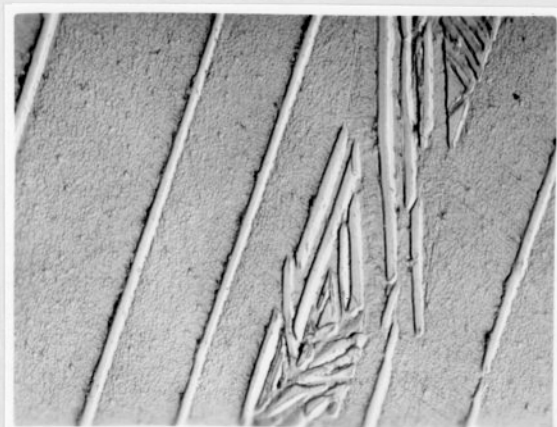
Fot. 80

x53000



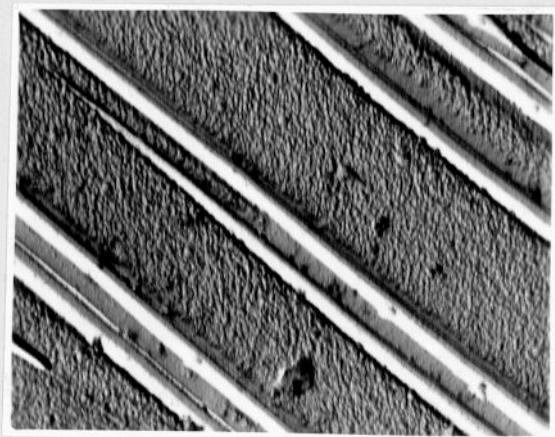
Fot. 81

x53000



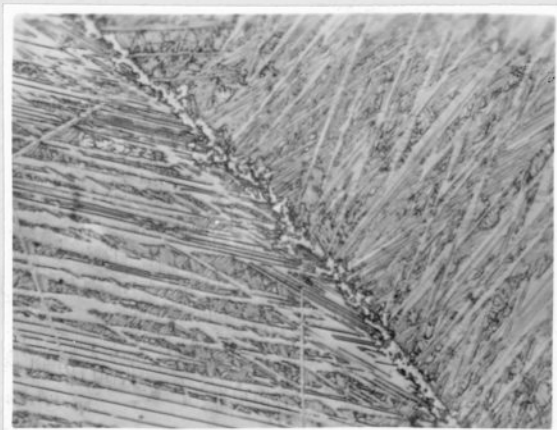
Fot. 82

x10000



Fot. 83

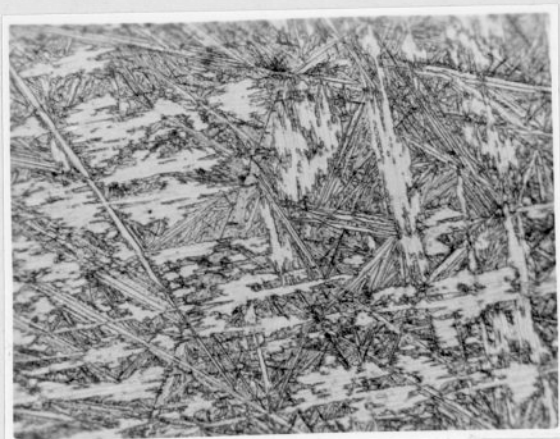
x12000



Fot. 84

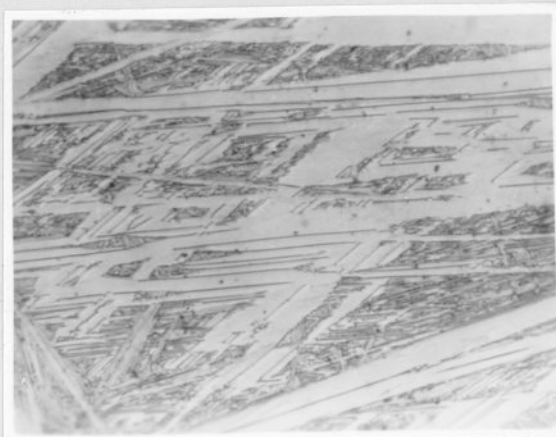
x560

Nr fot.	Oznaczn. próbki	Rodzaj obróbki ciepln.	Sposób oznacz. strukt.	Opis mikrostruktury
85	5RE	Odpuszcz. w 400°C 160 min	m.o.-a	Niewielkie kolonie eutektoidu $\alpha + \gamma_2$ widoczne pomiędzy igłami byłego martenzytu β' .
86	5RE	Odpuszcz. w 400°C 160 min	m.o.-a	Struktura jak na fot. 85 obserwowana przy większym powiększeniu
87	5SA	Odpuszcz. w 450°C 10 min	r-a	Spasmowanie w igle martenzytu β' , przebiegające równoległe z procesem wydzielania się płytek fazy γ_2 i dyspersyjnych wydzieleni fazy [Ti].
88	5SA	Odpuszcz. w 450°C 10 min	m.o.-a	Kolonie eutektoidu $\alpha + \gamma_2$, wśród igieł byłego martenzytu β' .
89	5SB	Odpuszcz. w 450°C 20 min	r-a	Płytkowe wydzielania fazy γ_2 w osnowie fazy α .
90	5SB	Odpuszcz. w 450°C 20 min	r-a	Kuliste wydzielania fazy [Ti] oraz płytki fazy γ_2 w osnowie fazy α .



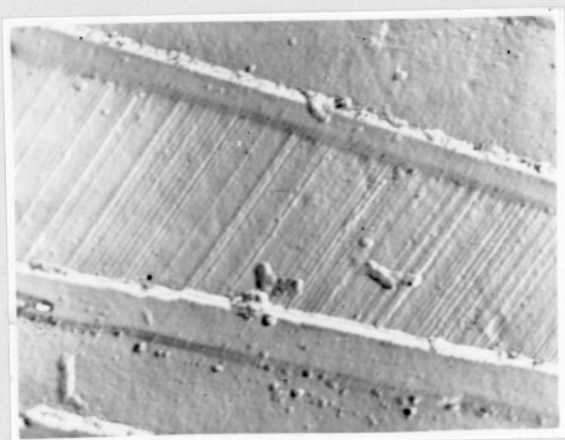
Fot. 85

x370



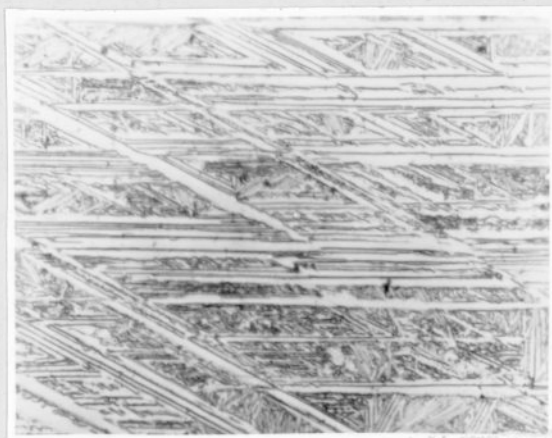
Fot. 86

x560



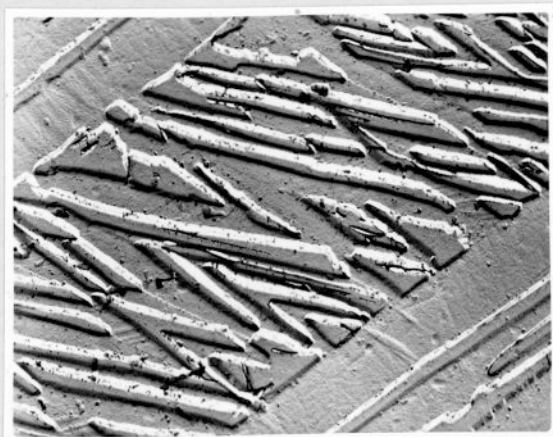
Fot. 87

x12000



Fot. 88

x560



Fot. 89

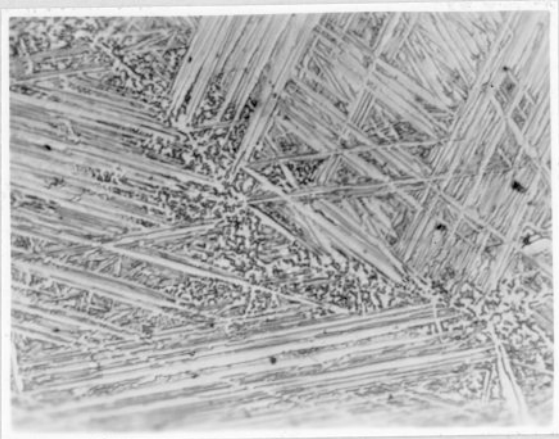
x8000



Fot. 90

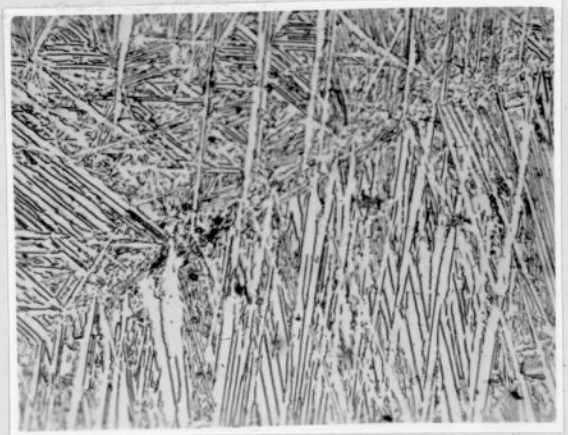
x10000

Nr fot.	Oznaczn. próbki	Rodzaj obróbki ciepln.	Sposób oznacz. strukt.	Opis mikrostruktury
91	5SB	Odpuszcz. w 450°C 20 min	m.o.-a	Kolonie eutektoidu $\alpha + \gamma_2$ wśród igieł byłego martenzytu β' .
92	5TB	Odpuszcz. w 500°C 20 min	m.o.-a	Struktura jak na fot. 92.
93	5TD	Odpuszcz. w 500°C 80 min	r-a	Płytkowe wydzielenia fazy γ_2 i kulista faza [Ti] w osnowie fazy α .
94	5TE	Odpuszcz. w 500°C 160 min	m.o.-a	Struktura jak na fot. 93 obserwowana pod mikroskopem optycznym.
95	6W	Wyżarz.	m.o.-a	Na tle fazy α i eutektoidu $\alpha + \gamma_2$ widoczne rozetki fazy [Ti].
96	6H	Hart. od 925°C w 10% NaCl	m.o.-b.	W obszarach byłej fazy β widoczne igły martenzytu β' .



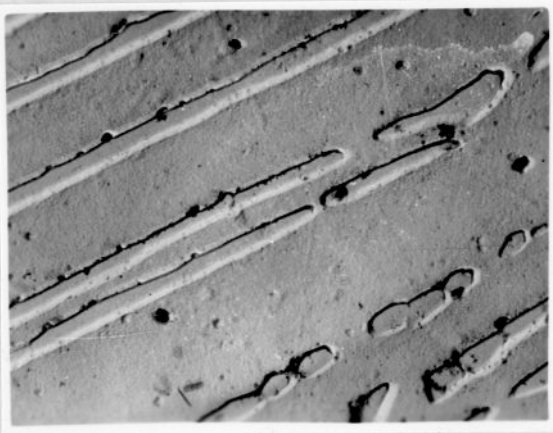
Fot. 91

x560



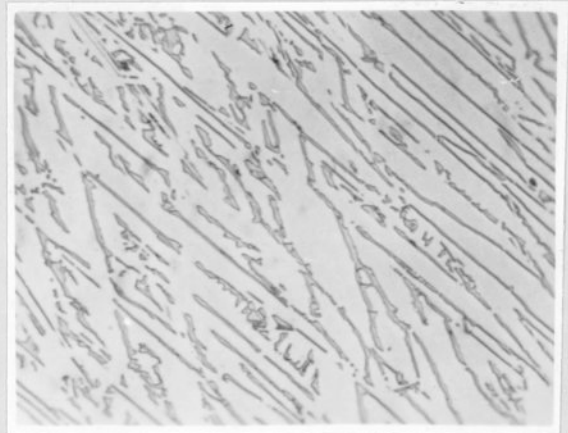
Fot. 92

x370



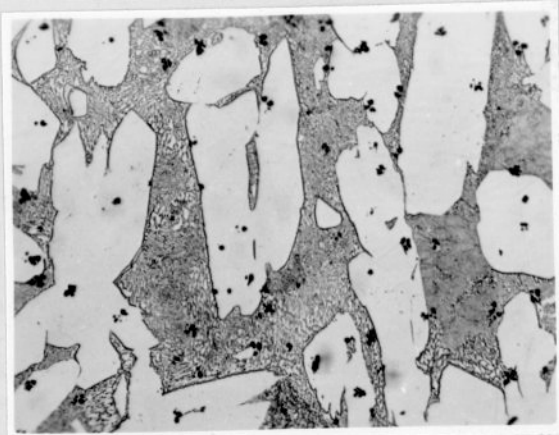
Fot. 93

x10000



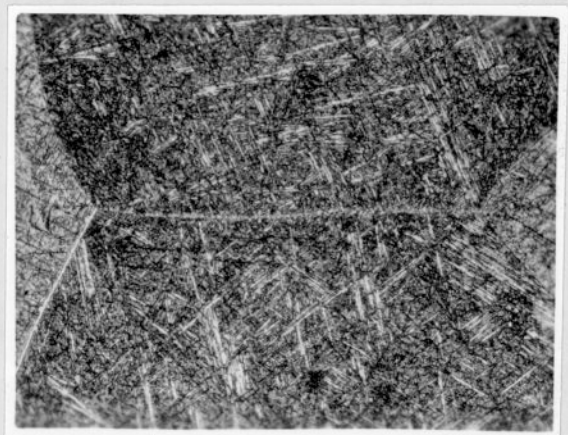
Fot. 94

x850



Fot. 95

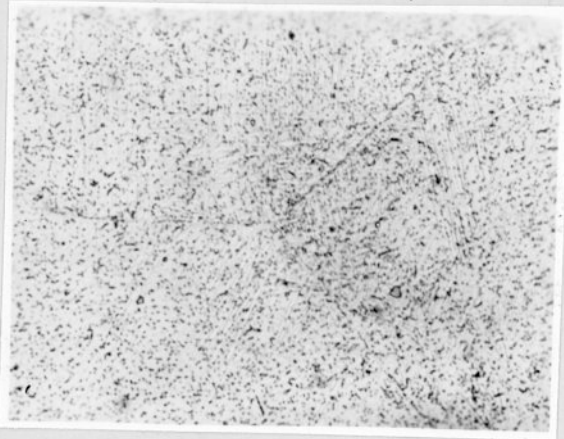
x135



Fot. 96

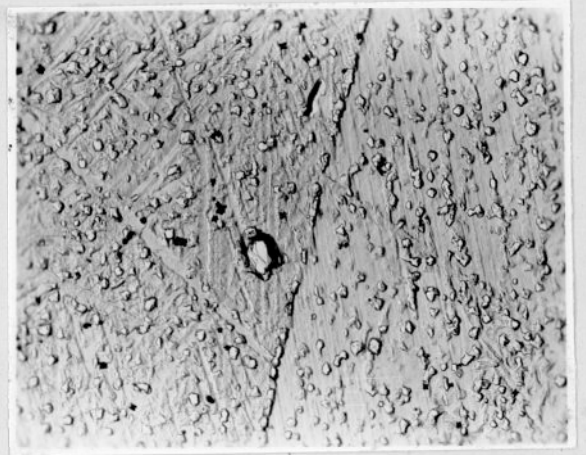
x370

Nr fot.	Oznaczn. próbki	Rodzaj obróbki ciepln.	Sposób odwzor. strukt.	Opis mikrostruktury
97	6H	Hart. od 925°C w 10% NaCl	m.o.-a	Struktura podobna jak na fot. 96 po wytrawieniu elektrolitycznym. Widoczne są również drobne wydzielania fazy [Ti].
98	6H	Hart. od 925°C w 10% NaCl	r-a	Struktura jak na fot. 96 i 97 obserwowana na replice węglowo-platynowej.
99	6H	Hart. od 925°C w 10% NaCl	r-a	Zgrupowane sfereoidy fazy [Ti] na tle martenzytu β' .
100	6H	Hart. od 925°C w 10% NaCl	c.f.	Struktura martenzytu β' i fazy [Ti] obserwowana na cienkiej folii.
101	6PB	Odpuszcz. w 300°C 20 min	r-a	Na tle igieł martenzytu β' widoczne są dyspersyjne wydzielania fazy [Ti] i wydzielone podczas chłodzenia rozetki tej samej fazy.
102	6PD	Odpuszcz. w 300°C 80 min	c.f.	Spasmowanie w igłach martenzytu β' .



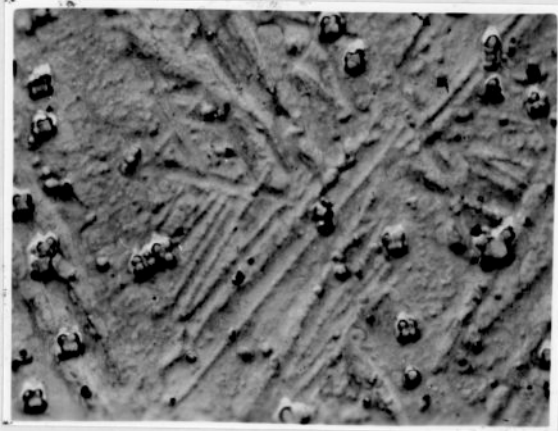
Fot. 97

x560



Fot. 98

x4000



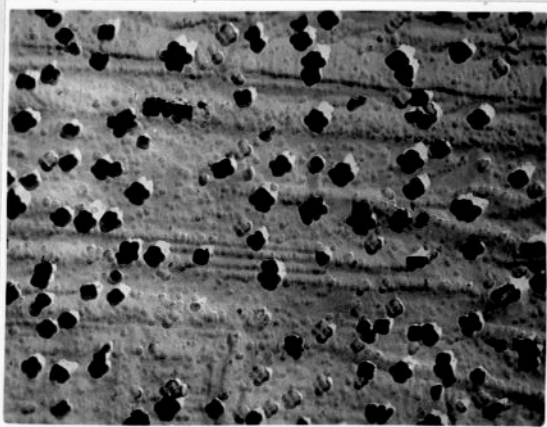
Fot. 99

x10000



Fot. 100

x26000



Fot. 101

x16000



Fot. 102

x53000

Nr fot.	Oznaczenie próbki	Rodzaj obróbki cieplnej	Sposób odwzorowania struktury	Opis mikrostruktury
103	6PE	Odpuszcz. w 300°C 160 min	c.f.	Struktura jak na fot. 102
104	6RA	Odpuszcz. w 400°C 10 min	c.f.	Początkowe stadium powstawania płytek fazy γ_2 na granicach igieł martenzytu β' i ich płaszczyznach podziału.
105	6RA	Odpuszcz. w 400°C 10 min	c.f.	Dyfraktogram elektronowy z obszaru przedstawionego na fot. 104.
106	6RA	Odpuszcz. w 400°C 10 min	c.f.	Rozwiązanie dyfraktogramu pokazanego na fot. 105.
107	6RB	Odpuszcz. w 400°C 20 min	r-a	Wzdłuż igieł byłego martenzytu β' widoczne są płytki fazy γ_2 oraz sferoidalne i rozetkowe wydzielienia fazy [Ti].
108	6RC	Odpuszcz. w 400°C 40 min	m.o.-a	Struktura jak na fot. 107 obserwowana pod mikroskopem optycznym.



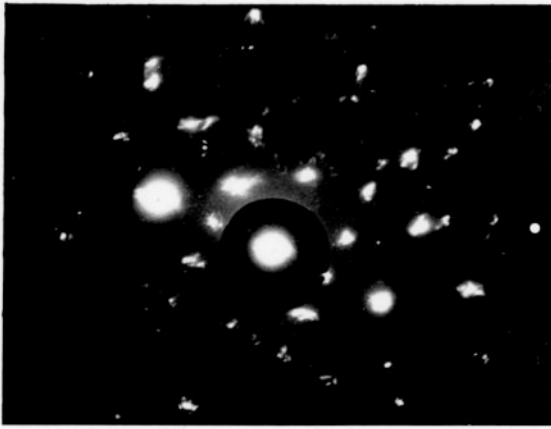
Fot. 103

x53000

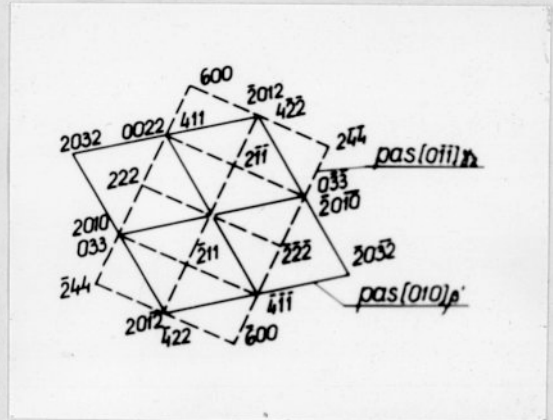


Fot. 104

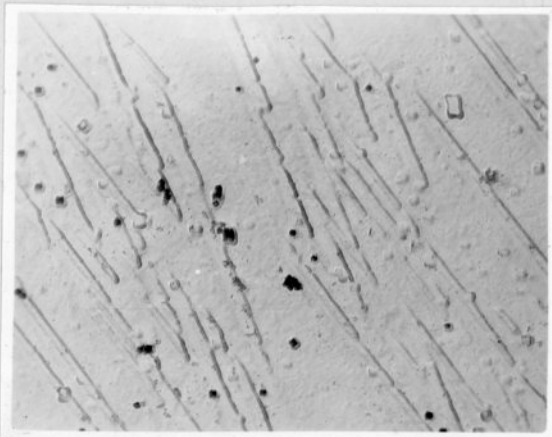
x53000



Fot. 105

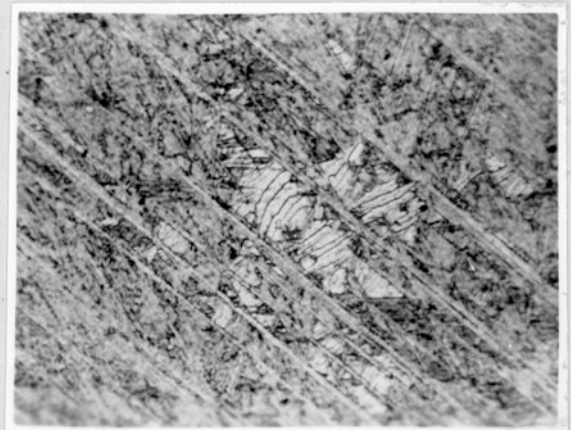


Fot. 106



Fot. 107

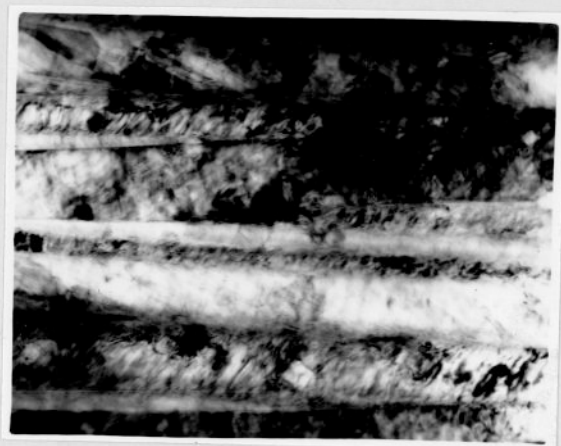
x16000



Fot. 108

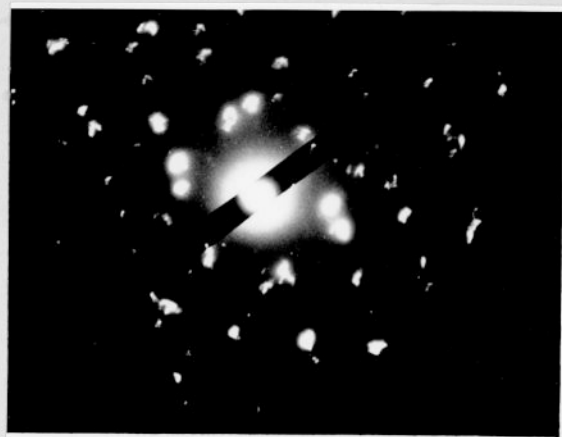
x560

Nr fot.	Oznaczn. próbki	Rodzaj obróbki ciepln.	Sposób odwzor. strukt.	Opis mikrostruktury
109	6RC	Odpuszcz. w 400°C 40 min	c.f.	Wzdłuż igieł byłego martenzytu β' przemieniających się w fazę α , widoczne są płytki fazy γ_2 .
110	6RC	Odpuszcz. w 400°C 40 min	c.f.	Dyfraktogram elektronowy z obszaru przedstawionego na fot. 109.
111	6RC	Odpuszcz. w 400°C 40 min	c.f.	Rozwiązanie dyfraktogramu pokazanego na fot. 110.
112	6RD	Odpuszcz. w 400°C 80 min	r-a	W osnowie fazy α wykazującej orientację pomartenzytyczną widoczne są płytki fazy γ_2 i sferoidalne wydzielienia fazy [Ti].
113	6RD	Odpuszcz. w 400°C 80 min	r-a	Struktura jak na fot. 112. W igłastej fazie (widoczne jest spasmowanie pozostałe po martenzycie β').
114	6SB	Odpuszcz. w 450°C 20 min	r-a	Kolonia eutektoidu $\alpha + \gamma_2$ z rozetkowatymi wydzieleniami fazy [Ti].

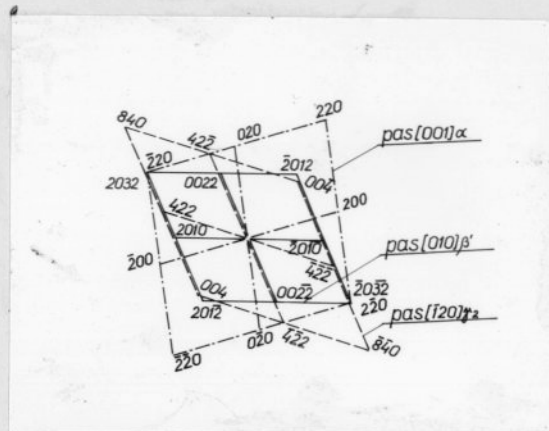


Fot. 109

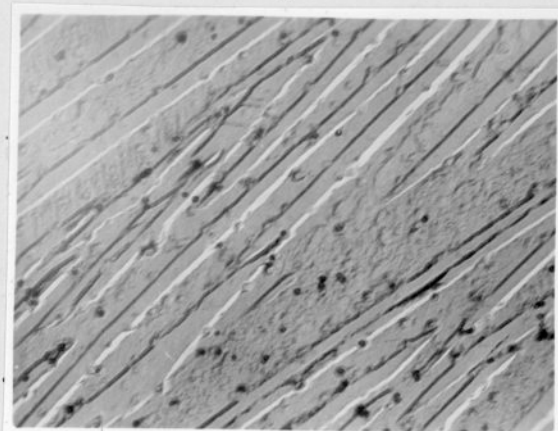
x53000



Fot. 110

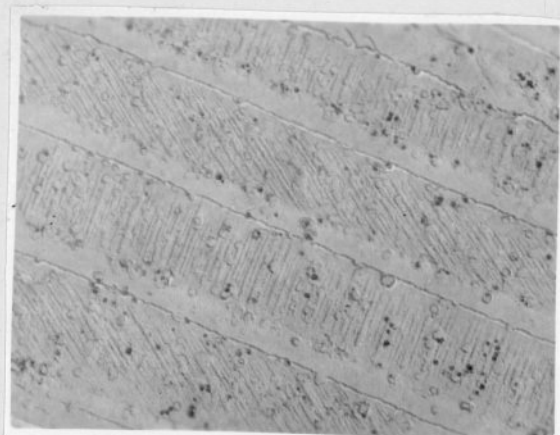


Fot. 111



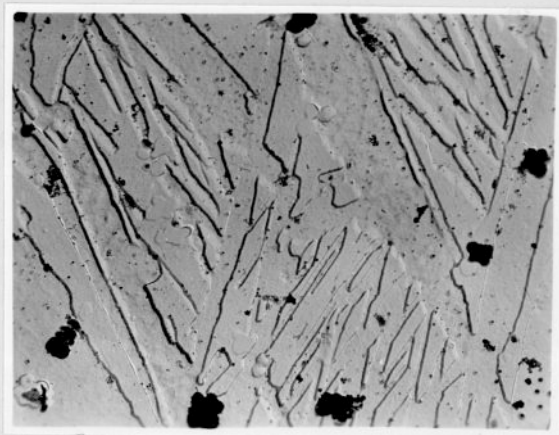
Fot. 112

x16000



Fot. 113

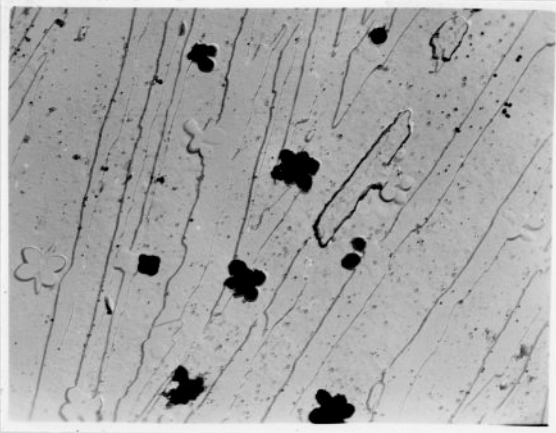
x16000



Fot. 114

x12000

Nr fot.	Oznaczn. próbki	Rodzaj obróbki ciepln.	Sposób odwzor. strukt.	Opis mikrostruktury
115	6SC	Odpuszcz. w 450°C 40 min	r-a	Na tle płytek faz α i γ_2 widoczne są rozetki fazy [Ti].
116	6TA	Odpuszcz. w 500°C 10 min	m.o.-a	Płytkowe wydzielenia fazy γ_2 wzdłuż igieł byłego martenzytu β' .
117	6TA	Odpuszcz. w 500°C 10 min	r-a	Na tle fazy α widoczne są płytki fazy γ_2 i sferoidy fazy [Ti].
118	6TB	Odpuszcz. w 500°C 20 min	m.o.-a	Kolonie eutektoidu $\alpha + \gamma_2$ na granicy ziarn byłej fazy β .
119	7W	Wyżarz.	m.o.-a	Na tle fazy α i eutektoidu $\alpha + \gamma_2$ widoczne są rozetkowane i podłużne wydzielenia fazy [Ti].
120	7H	Hart. od 925°C w 10% NaCl	m.o.-b	Struktura martenzytu β' . Na granicy byłej fazy β widoczne są wydzielenia fazy α .



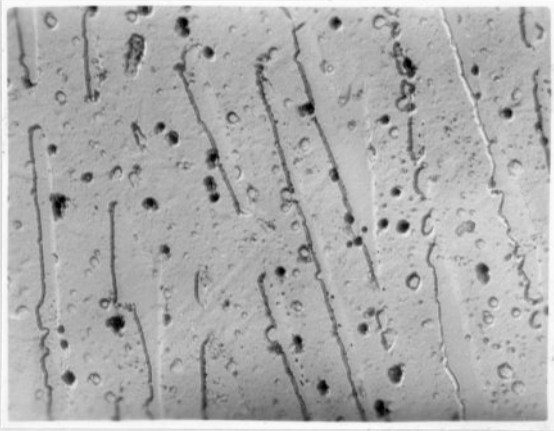
Fot. 115

x12000



Fot. 116

x370



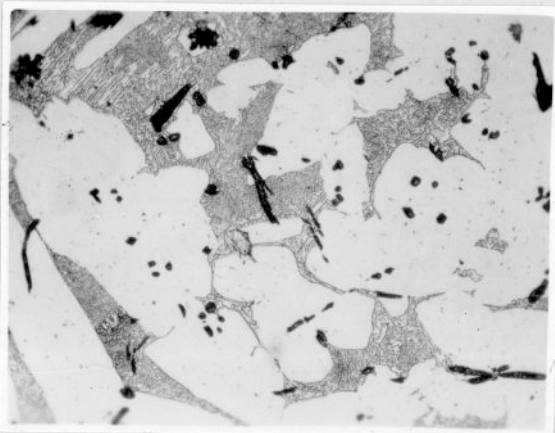
Fot. 117

x16000



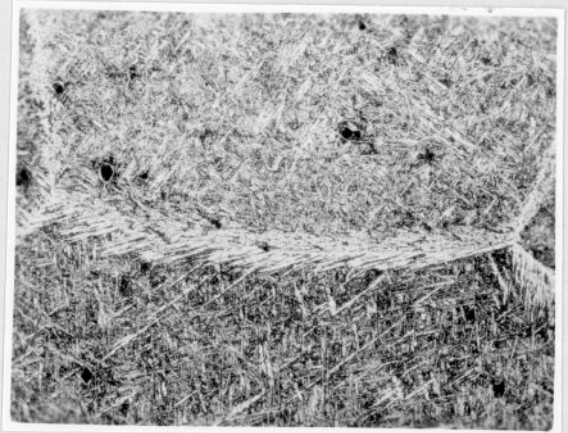
Fot. 118

x850



Fot. 119

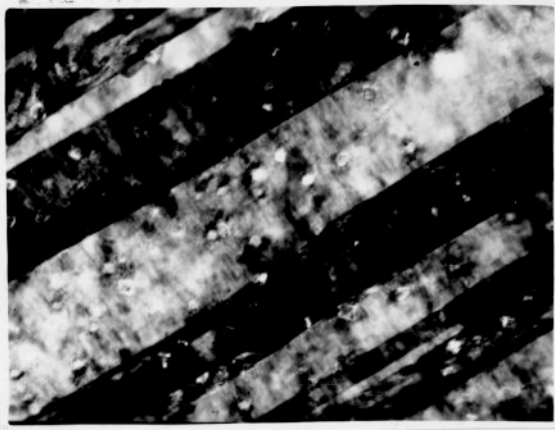
x135



Fot. 120

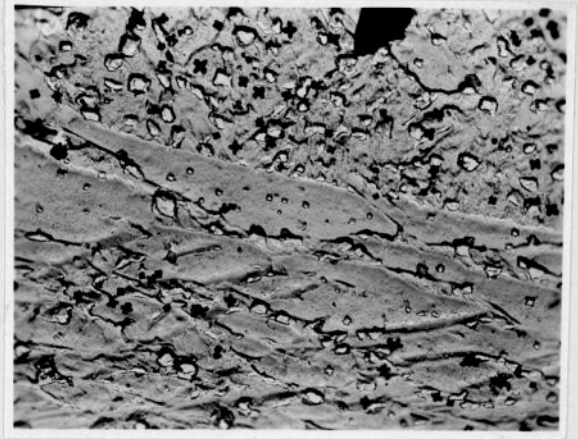
x370

Nr fot.	Oznaczn. próbki	Rodzaj obróbki ciepln.	Sposób odwzor. strukt.	Opis mikrostruktury
121	7H	Hart. od 925°C w 10% NaCl	c.f.	Struktura martenzytu β' z wydzielonymi podczas chłodzenia rozetkami fazy [Ti].
122	7H	Hart. od 925°C w 10% NaCl	r-a	Na tle fazy α i martenzytu β' widoczne są rozetki fazy [Ti].
123	7H	Hart. od 925°C w 10% NaCl	r-a	W pobliżu nierozpuszczonej cząstki fazy [Ti] widoczne są wydzielienia iglastej fazy α , oraz rozetki fazy [Ti] wydzielone podczas chłodzenia.
124	7PA	Odpuszcz. w 300°C 10 min	c.f.	Spasmowanie w igłach martenzytu β' .
125	7PB	Odpuszcz. w 300°C 20 min	m.o.-a	W pobliżu iglastej fazy α występują drobne wydzielienia fazy wzbogscionej w aluminium. Widoczne są również sferoidalne wydzielania nierozpuszczonej fazy [Ti].
126	7PB	Odpuszcz. w 300°C 20 min	r-a	Struktura jak na fot. 125 obserwowane na replice węglowo-platynowej.



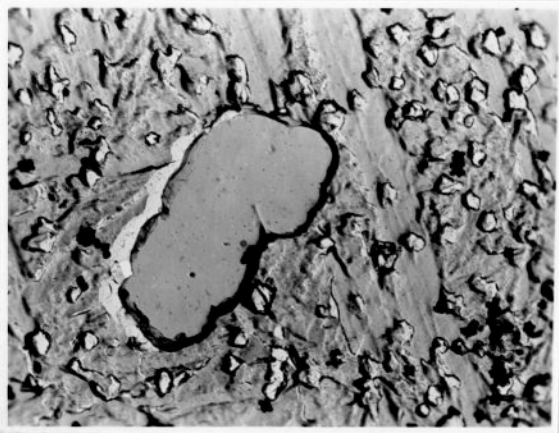
Fot. 121

x26000



Fot. 122

x6500



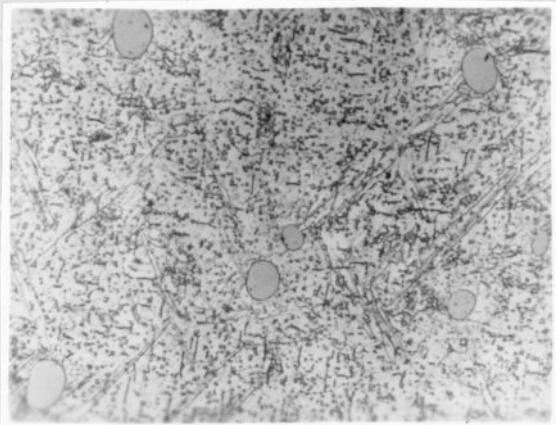
Fot. 123

x8000



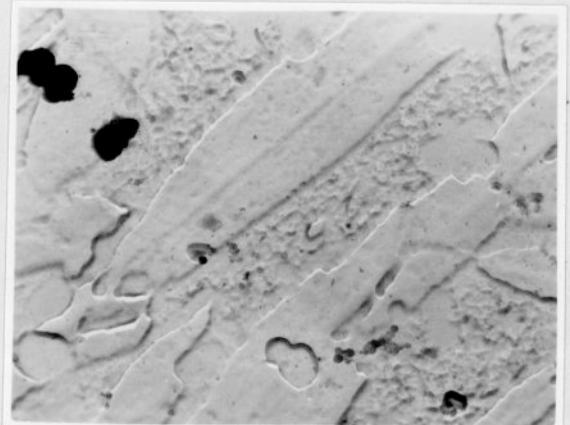
Fot. 124

x53000



Fot. 125

x560



Fot. 126

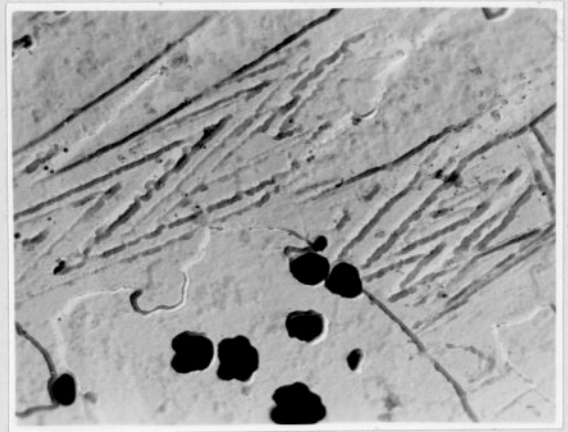
x16000

Nr fot.	Oznacz. próbki	Rodzaj obróbki ciepln.	Sposób odwzor. strukt.	Opis mikrostruktury
127	7PC	Odpuszcz. w 300°C 40 min	r-a	Płytki fazy γ_2 i sferoidy fazy [Ti] w osnowie fazy α .
128	7PC	Odpuszcz. w 300°C 40 min	r-a	Struktura jak na fot. 127.
129	7PE	Odpuszcz. w 300°C 160 min	c.f.	Płytki fazy γ_2 na granicy igieł martenzytu β' . Widoczne są również sferoidalne wydzielenia dyspersyjnej fazy [Ti].
130	7PE	Odpuszcz. w 300°C 160 min	c.f.	Dyfraktogram elektronowy z obszaru przedstawionego na fot. 129.
131	7PE	Odpuszcz. w 300°C 160 min	c.f.	Rozwiązanie dyfraktogramu pokazanego na fot. 130.
132	7PE	Odpuszcz. w 300°C 160 min	c.f.	Płytki fazy γ_2 powstająca na granicy podziału igły martenzytu β' .



Fot. 127

x6500



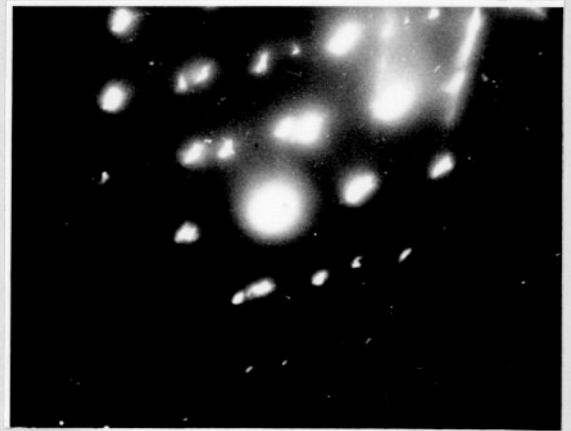
Fot. 128

x16000

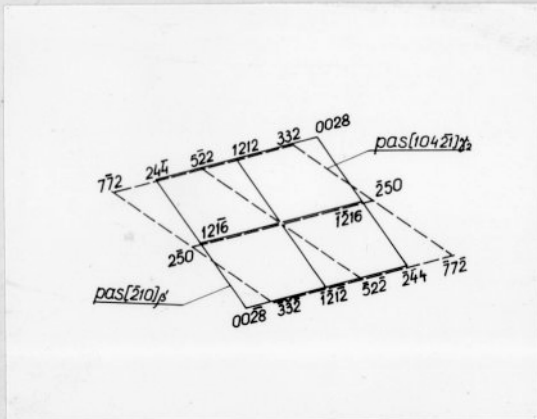


Fot. 129

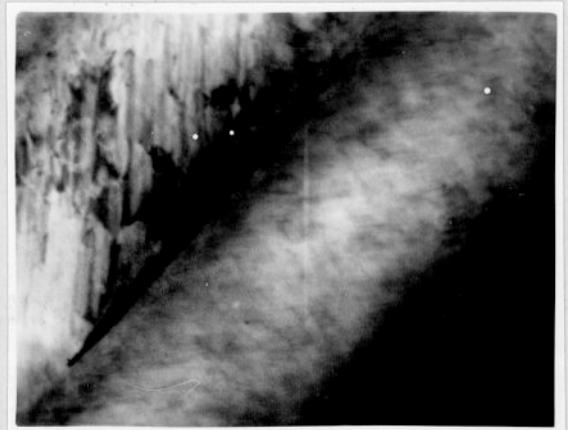
x39000



Fot. 130



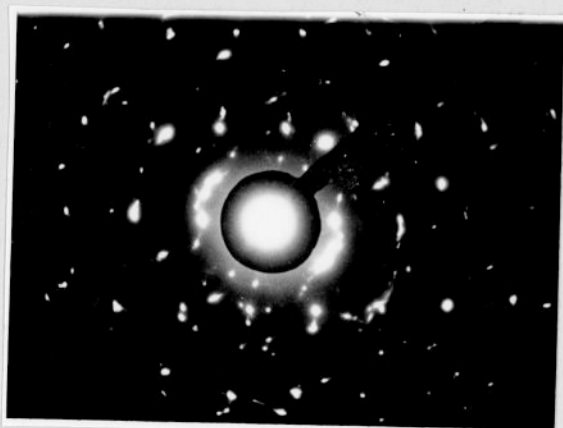
Fot. 131



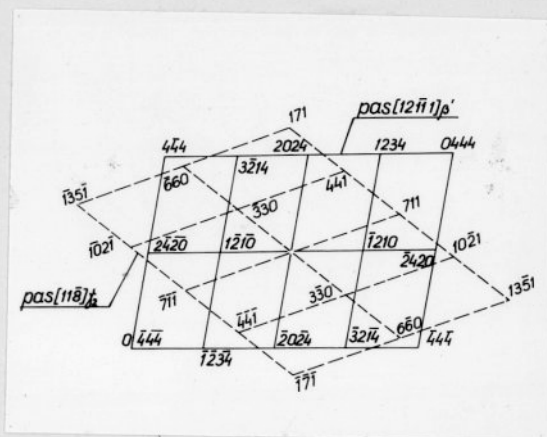
Fot. 132

x80000

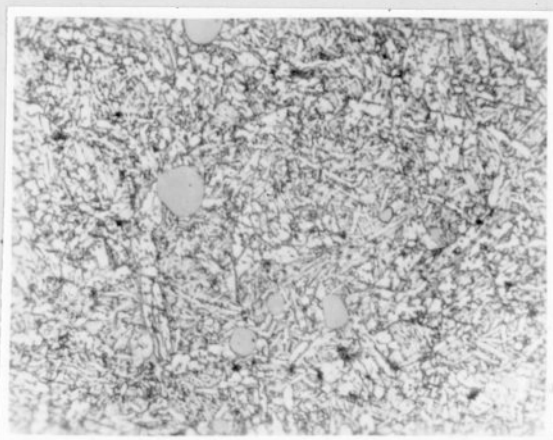
Nr fot.	Oznaczn. próbki	Rodzaj obróbki ciepln.	Sposób odwzor. strukt.	Opis mikrostruktury
133	7PE	Odpuszcz. w 300°C 160 min	c.f.	Dyfraktogram elektronowy z obszaru przedstawionego na fot. 132.
134	7PE	Odpuszcz. w 300°C 160 min	c.f.	Rozwiązanie dyfraktogramu pokazanego na fot. 133.
135	7RB	Odpuszcz. w 400°C	m.o.-a	Na tle fazy α i nierozpuszczonych wydzieleni fazy [Ti] widoczne są obszary wzbogacone w aluminium.
136	7RB	Odpuszcz. w 400°C 20 min	r-a	Struktura jak na fot. 135 obserwowana na replice węglowo-platynowej. Widoczne są również wyekstrahowane cząstki drobnej fazy [Ti].
137	7RB	Odpuszcz. w 400°C 20 min	r-a	Płytkowe wydzielenia fazy γ_2 wzdłuż igieł byłego martenzytu β' . Widoczne są również rozetki fazy [Ti].
138	7RC	Odpuszcz. w 400°C 40 min	r-a	Nieregularne wydzielenia fazy γ_2 i rozetki wyekstrahowanej fazy [Ti], na tle fazy α .



Fot. 133

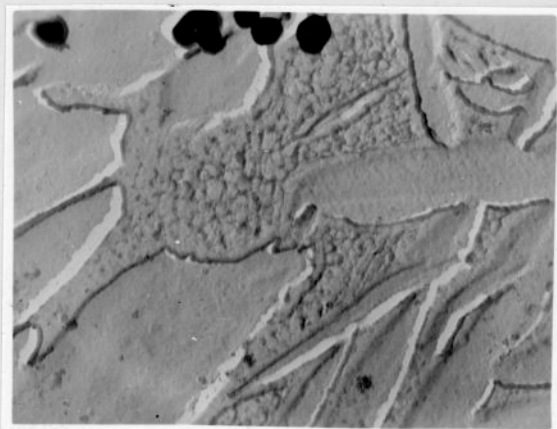


Fot. 134



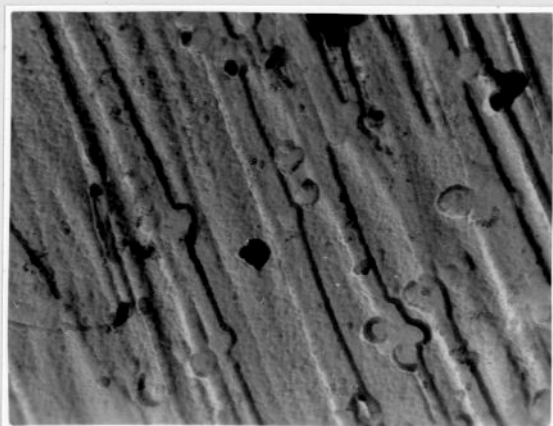
Fot. 135

x560



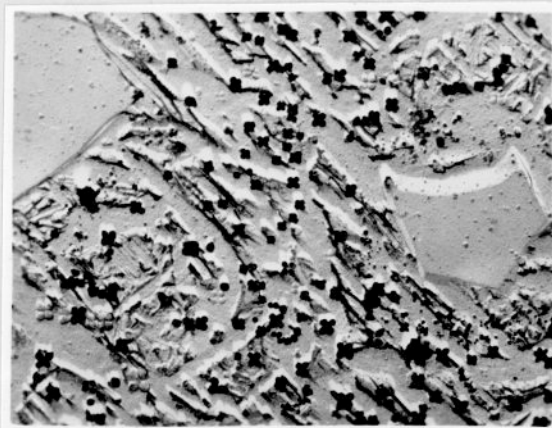
Fot. 136

x16000



Fot. 137

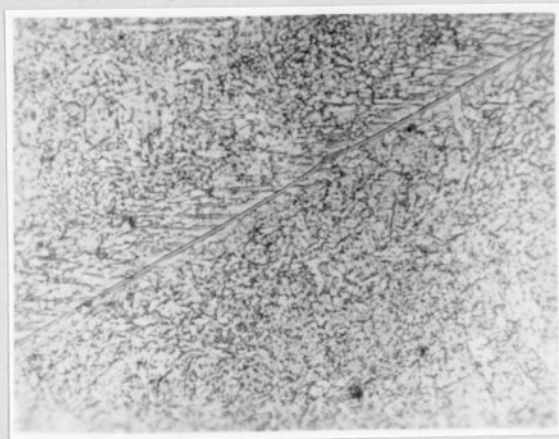
x16000



Fot. 138

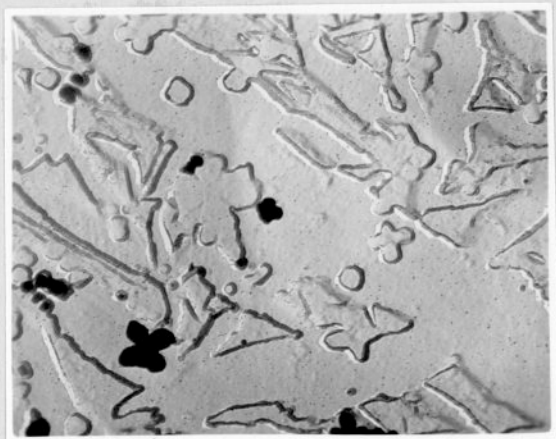
x6500

Nr fot.	Oznaczn. próbki	Rodzaj obróbki ciepln.	Sposób odwzor. strukt.	Opis mikrostruktury
139	7RC	Odpuszcz. w 400°C 80 min	m.o.-a	Wydzielenia fazy γ_2 na granicy ziarn byłej fazy β .
140	7RD	Odpuszcz. w 400°C 80 min	r-a	Nieregularne wydzielenia fazy γ_2 i częściowo skoagulowane sferoidalne wydzielenia fazy [Ti] w osnowie fazy α .
141	7SA	Odpuszcz. w 450°C 10 min	m.o.-a	Wydzielenia faz γ_2 i [Ti] w osnowie fazy α .
142	7SB	Odpuszcz. w 450°C 20 min	m.o.-a	Struktura jak na fot. 141 obserwowana po dłuższym czasie odpuszczania.
143	7SB	Odpuszcz. w 450°C 20 min	r-a	Struktura jak na fot. 142 obserwowana na replice węglowo-platynowej.
144	7TB	Odpuszcz. w 500°C 20 min	r-a	Na tle fazy α widoczne są nieregularne wydzielenia fazy γ_2 oraz sferoidalne i rozetkowane wydzielenia fazy [Ti].



Fot. 139

x560



Fot. 140

x16000



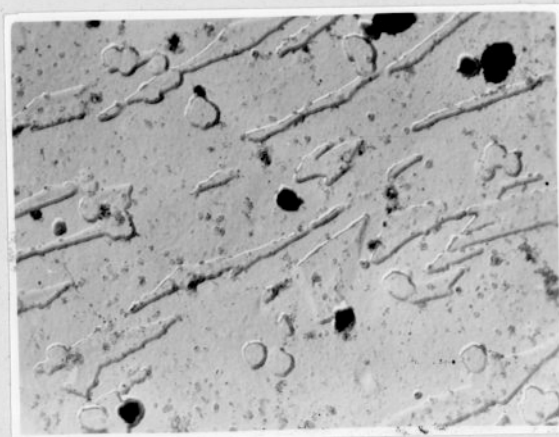
Fot. 141

x370



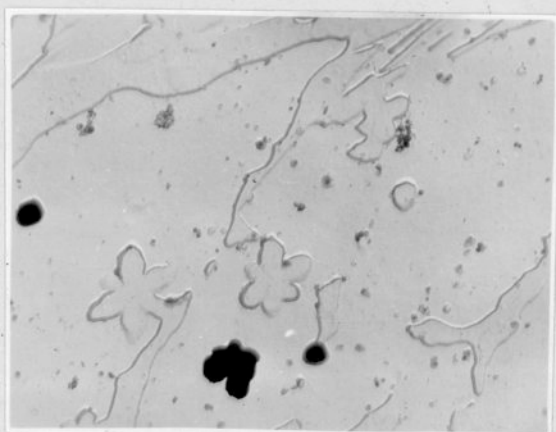
Fot. 142

x560



Fot. 143

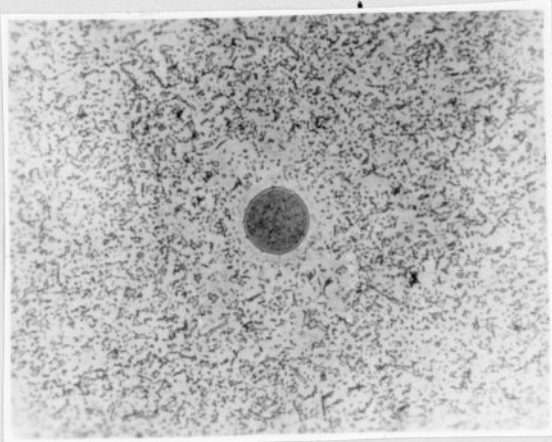
x12000



Fot. 144

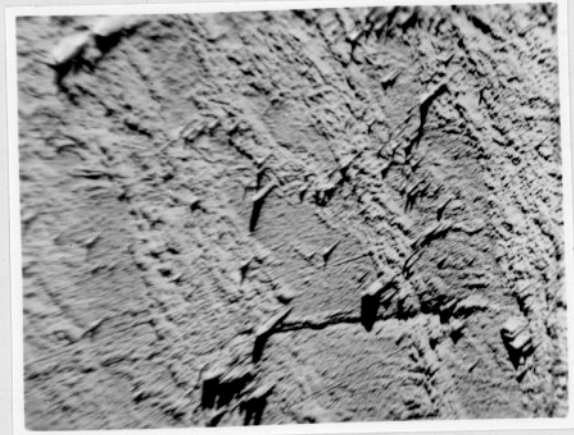
x12000

Nr fot.	Oznaczn. próbki	Rodzaj obróbki ciepln.	Sposób odwzor. strukt.	Opis mikrostruktury
145	7TC	Odpuszcz. w 500°C 40 min	m.o.-a	Cienka otoczka fazy γ_2 wokół pierwotnej fazy [Ti] Widoczne są również równomiernie rozmieszczone wydzielenia faz γ_2 i [Ti] w osnowie fazy α .
146	4Z	Starzenie w 350°C 15 min	emisja elektronów wtórnych	Pasma i linie poślizgów w fazie α .
147	6H	Odpuszcz. w 350°C 15 min	emisja elektronów wtórnych	Martenzyt β' z drobnymi wydzieleniami fazy [Ti].
148	7	Stan wyjściowy	emisja elektronów wtórnych	Sferoidalne wydzielenia fazy [Ti] na tle fazy α i eutektoidu $\alpha + \gamma_2$.
149	7	Wyżarz. w 700°C 5 min	emisja termiczna + elektrony wtórne	W stosunku do struktury pokazanej na fot. 148 widoczna jest zmiana jasności obrazu wydzieleni fazy [Ti]. Częściowy zanik wydzieleni fazy γ_2 .
150	7	Wyżarz. w 850°C 15 min	emisja termiczna + elektrony wtórne	Częściowo rozpuszczone wydzielenia fazy [Ti] na tle faz α i β .



Fot. 145

x560



Fot. 146

x1500



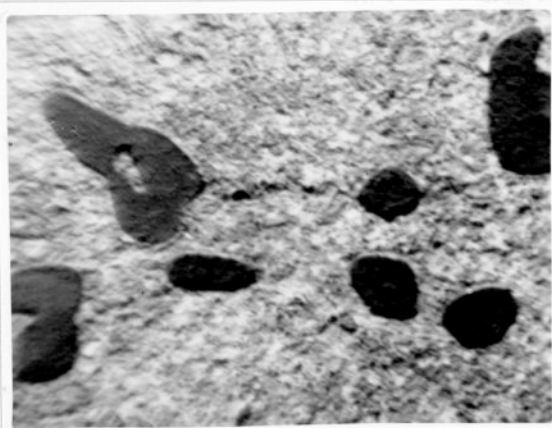
Fot. 147

x1500



Fot. 148

x1500



Fot. 149

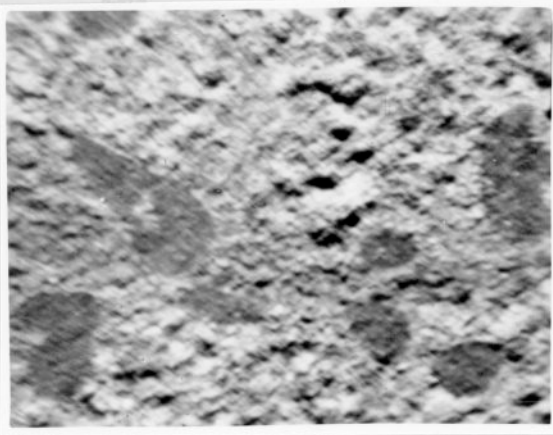
x1500



Fot. 150

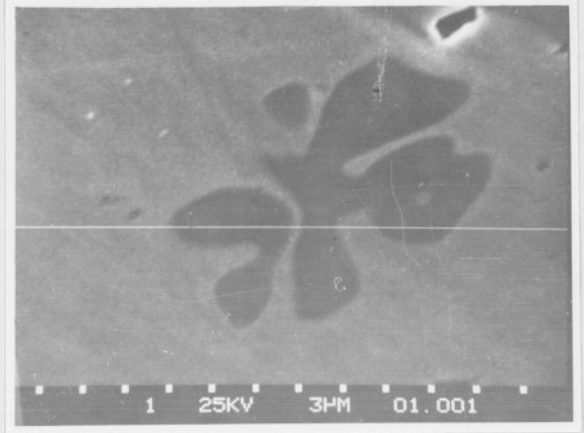
x1500

Nr fot.	Oznacz. próbki	Rodzaj obróbki ciepln.	Sposób odwzor. strukt.	Opis mikrostruktury
151	7	Wyżarz. w 900°C 15 min	emisja termiczna + elektrony wtórne	W osnowie fazy β miejsca po rozpuszczonej fazie [Ti].
152	7	Wyżarz.	Obraz elektrowy absorbcyjny	Na tle fazy α widoczne są wydzielenia fazy [Ti] z zaznaczoną linią wzdłuż której dokonywano analizy jakościowej. 1 działka = 3 μ m.
153	7	Wyżarz.		Rozkład liniowy miedzi wzdłuż linii pokazanej na fot. 152.
154	7	Wyżarz.		Rozkład liniowy aluminium wzdłuż linii pokazanej na fot. 152.
155	7	Wyżarz.		Rozkład liniowy tytanu wzdłuż linii pokazanej na fot. 152.

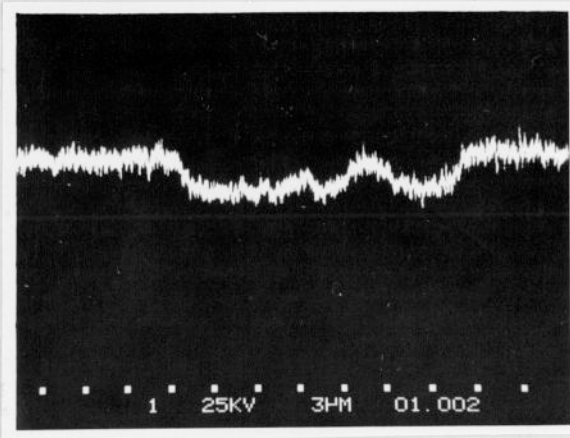


Fot. 151

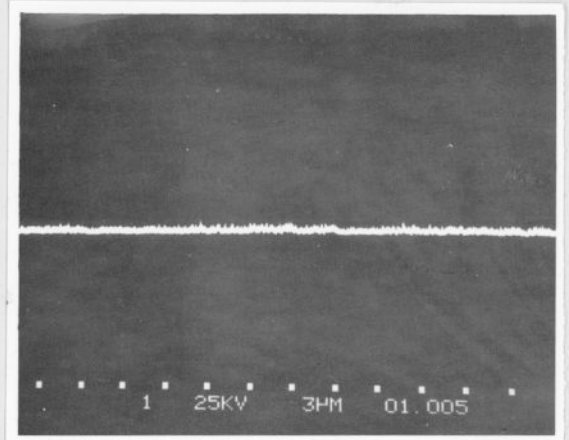
x1500



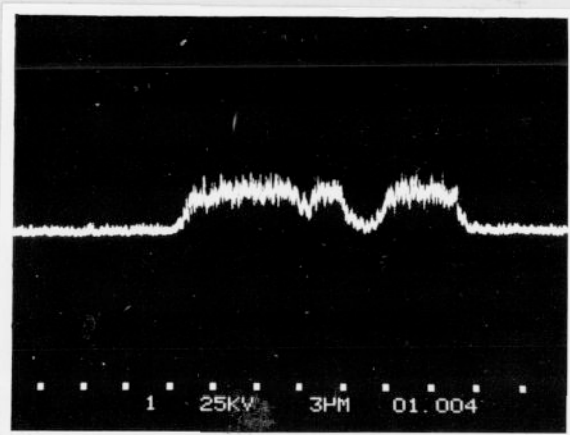
Fot. 152



Fot. 153



Fot. 154



Fot. 155