

J. CZOCHRALSKI i E. PRZYJEMSKI

Wykres rekrytalizacji antymonu

Diagramme de la récrystallisation de l'antimoine

TREŚĆ: Odlane próbki antymonu o średnicy 13 mm, wysokości 15 mm, wkładano do szczelnie dopasowanych pierścieni miedzianych (grubość ścianek 3 mm) i poddawano zgmiotowi na zimno, zmniejszając ich wysokość o 1 do 70%. Po wyżarzeniu w ciągu ½ godziny w rozmaitych temperaturach (300 do 610°) próbki polerowano, trawiono i mierzono wielkość ziaren, otrzymując w ten sposób dane dla ustalenia wykresu rekrytalizacji (rys. 1). Mimo półmetalicznego charakteru antymonu otrzymany wykres posiada kształt typowy, zbliżony do wykresów rekrytalizacji metali takich jak cyna, żelazo, aluminium lub t. p.

Zbadanie wykresu rekrytalizacji antymonu wydawało się szczególnie pożądane ze względu na to, że pierwiastek ten posiada własności pośrednie między metalami i metaloidami. Rzeczome istnienie przemiany alotropowej oraz niezmiernie mała plastyczność antymonu pozwalały również oczekiwać anormalnego jego zachowania się przy zgmiocie i regeneracji ziaren.

Ze względu na kruchość antymonu zastosowano nieco odmienny sposób odkształcania aniżeli w dotychczasowych badaniach¹⁾, wzorowano się natomiast w pewnej mierze na metodyce, użytej przez Kármán'a²⁾ przy zgmiataniu marmuru i piaskowca.

Do prac służył antymon techniczny „Regulus” wyrobu firmy Schering-Kahlbaum. Analiza, wykonana przez Chemiczny Instytut Badawczy, wy-

kazała następujące zanieczyszczenia: 0,15% S, 0,12% As i ślady Fe. Materiał ten, po przetopieniu i odlaniu do form żeliwnych, wykazywał budowę igielkową przy brzegach i nieuporządkowaną, grubokrystaliczną w środku odlewu; przy odkształcaniu na zimno pękał już po przekroczeniu 0,5% zgmiotu. Celem uzyskania nieuporządkowanej, drobnokrystalicznej budowy w całym przekroju próbek, przetapiano antymon w ilości 60 g, przegrzewając go nieznacznie ponad temperaturę topnienia, i odlewano do formy żeliwnej o średnicy wewnętrznej 13 mm, wysokości 200 mm, grubości ścianek 8 mm. W ten sposób otrzymywano próbki o niewielkich wymiarach ziaren (średnio 0,07 mm) i nie wykazujące budowy transkrystalicznej; dawały się one odkształcać na zimno do 2% zgmiotu. Celem osiągnięcia większych odkształceń zastosowano metodę ściskania w płaszczu miedzianym. Próbki odlanego antymonu o średnicy 13 mm, wysokości 15 mm obtaczano i spiłowywano tak, aby ciasno wchodziły do pierścieni miedzianych o średnicy wewnętrznej 12 mm, zewnętrznej 18 mm, wysokości 15 mm. Płaskie powierzchnie starannie polerowano celem osiągnięcia równoległości, poczem ścisniano je na 50-tonnowej prasie hydraulicznej. Dzięki dużej ciągliwości miedzi zdołano w ten sposób osiągnąć odkształcenia aż do 70%. Jak widać na fotografii 1 (Pl. XVII) próbki przybie- rały przy zgmiocie kształt beczkowaty. Po wyjęciu z pierścieni nie rozpadały się, dawały się przecinać, polerować i t. d. bez pękania.

Zgmiocione próbki rekrytalizowano w ciągu ½ godziny w temperaturach 300, 400, 450, 500 i

¹⁾ J. Czochralski, Z. Metallographie, 8, 1 (1916); I. Feldman, Wiad. Inst. Met., 1, 21 (1934); J. Czochralski i T. Miazga, Wiad. Inst. Met., 2, 3 (1935) i inni.

²⁾ Th. Kármán, Z. Ver. d. Ing., 35, 1749 (1914).

610°, następnie przecinano je wzdłuż osi walca i starannie polerowano. Jako odczynnik trawiący służył kwas solny rozcieńczony wodą w stosunku 1:3, zawierający siarczan sodowy w ilości potrzebnej do nasycenia oraz drobną ilość bezwodnika kwasu chromowego. Odczynnik ten działa głównie na granice ziaren nie atakując pól. Linje poślizgów, które powstają na powierzchni próbek antymonu już pod minimalnym naciskiem, usuwano przez jednoczesne polerowanie i trawienie stężonym roztworem kwasu solnego z dodatkiem CrO_3 .

Wyniki pomiarów wielkości ziaren w próbkach odkształconych o 1, 5, 10, 25, 50 i 70% i rekrytalizowanych w rozmaitych temperaturach podane są na wykresie (rys. 1).

Fot. 2 do 5 (Pl. XVII) przedstawiają mikrografje kilku próbek, zaś tabl. I. zawiera wyniki pomiarów twardości (aparat Vickers'a, stożek diamentowy, obciążenie 5 kg).

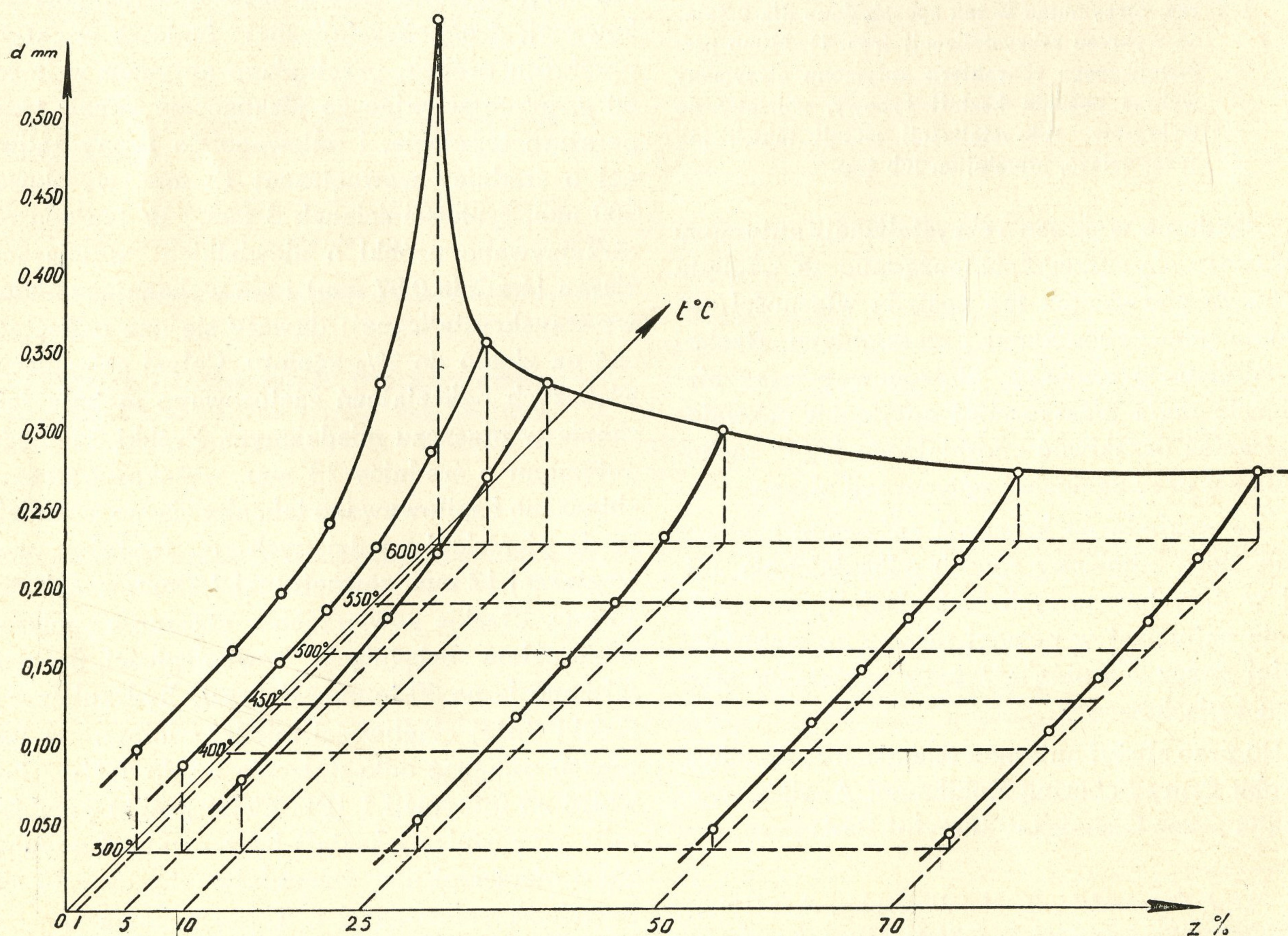
T A B L I C A I.

Twardość zgniecionych i rekrytalizowanych próbek antymonu.

Stopień zgniotu	Twardość w stopniach Vickers'a	
	Zgniecione	Wyżarzane ½ godziny w temperaturze 400°
8,4	75,1	42,4
12,1	82,1	43,0
19,0	83,1	45,8
30,9	95,6	59,1
70,0	99,0	67,6

Warszawa, 1936,

Zakład Metalurgji i Metaloznawstwa
Politechniki Warszawskiej.



Rys. 1. Wykres rekrytalizacji antymonu. z — stopień zgniotu; t — temperatura; d — średnie liniowe wymiary ziaren.

Das Rekristallisationsdiagramm des Antimons

von J. CZOCHRALSKI und E. PRZYJEMSKI

Z u s a m m e n f a s s u n g

Aus technischem Antimon („Regulus“ der Firma Schering-Kahlbaum) wurden Proben von 13 mm Durchmesser und 15 mm Höhe gegossen, in Kupferringe gut eingepasst und bei Zimmertemperatur gestaucht. Die Höhenabnahme der Proben beim Stauchen betrug etwa 1, 5, 10, 25, 50 und 70%. (Proben nach der Stauchung sind auf Fot. 1. (Pl. XXVII) abgebildet). Das Ausglühen erfolgte bei verschiedenen Temperaturen (300 bis 610°); die Glühdauer betrug 30 Minuten. Die Proben wurden aus den Ringen herausgenommen, sorgfältig poliert und mit Salzsäure (1:3, mit Natriumsulfat gesättigt und mit geringem Chromsäurezusatz)

geätzt. Die Ergebnisse der Korngrössenmessungen (d in mm) sind auf der Textabbildung 1 (Seite 114) als Funktion der Temperatur (t) und der Höhenabnahme der Proben (Z) dargestellt. Das erhaltene Rekristallisationsdiagramm zeigt gegenüber den bisher bekannten keine grundsätzlichen Unterschiede auf. In Tabelle I (Seite 114) sind die Härtegrade (Vickers-Härteprüfer, Diamantkegel, 5 kg Belastung) der kaltgestauchten und bei 400° rekristallisierten Proben angegeben.

Warszawa, 1936.

Institut für Metallurgie und Metallkunde
der Technischen Hochschule.