



P. 4518

J. CZOCHRAŁSKI i E. WRZESIŃSKA

Wykres rekrytalizacji złota

Diagramme de la récrystallisation de l'or

T R E Ś Ć: Zbadano rekrytalizację złota. Materiał wyjściowy, przewalcowany na zimno i wyżarzony następnie w temp. 900°, poddano zgmiotowi, zmniejszając wysokość próbek o 2 do 90%. Po wyżarzeniu w ciągu 1/2 godziny w różnych temperaturach (200 do 1000°) oznaczono wielkość ziaren na wypolerowanych przekrojach trawionych HCl + CrO₃. Otrzymany z tych danych wykres rekrytalizacji złota (rys. 1) jest charakterem swoim zbliżony do wykresów większości innych, dotychczas zbadanych metali.

O rekrytalizacji złota istnieje w literaturze niewielka ilość danych. *Kalischer*¹⁾ w r. 1882 stwierdził dla złota zdolność rekrytalizowania, w czterdzieści zaś lat później *Fraenkel*²⁾ zauważył, że złoto odlane, nie poddane żadnym odkształceniom, nie zmienia swojej struktury podczas wyżarzania. *Jeffries* i *Archer*³⁾ zaobserwowali występowanie nowego ziarna Au w temperaturze 200° i tę temperaturę przyjęli za początek rekrytalizacji złota.

Na tym wyczerpują się wszystkie dane o rekrytalizacji złota; wydawało się więc celowym przeprowadzenie systematycznych badań, zmierzających do ustalenia wykresu rekrytalizacji Au.

Do prób użyto złota wypożyczonego z Menicy Państwowej. Metal zawierał 0,03% zanieczyszczeń, w tym—jak wykazała analiza spektrograficzna—głównie Ag i ślady As, Bi, Fe, Pb i Sn. Z powodu małej ilości materiału, analizy chemicznej nie robiono. Próbki do badań przygotowano w następujący sposób: metal przetopiono i odlano w temp. 1200° do wlewnicy stalowej, otrzymując pręt o przekroju kwadratowym 13x13 mm, który następnie przewalcowano na zimno do wymiarów 6x6 mm i wyżarzono w ciągu

2 godzin w temp. 880 do 900°. Celem sprawdzenia równomierności ziarna w badanym materiale, próbki z końca i środka pręta poddano wstępnej obserwacji mikroskopowej.

Ze względu na małą ilość metalu, musiano odstąpić od na ogół przyjętej zasady, aby ilość ziaren w badanym przekroju wynosiła conajmniej 1000. W niżej opisanych doświadczeniach ilość ziaren na badanych przekrojach wahała się około 200.

Z pręta wycięto próbki o wysokości 6 do 7 mm. Powierzchnie podstaw starannie wypolerowano, celem osiągnięcia równoległości, po czym poddano próbki zgmiotowi na 3-tonnowej uniwersalnej maszynie Amslera (do 50% zmniejszenia wysokości), względnie na 50-tonnowej maszynie Mohra i Federhaffa. Wykonano w ten sposób serie zgmiotów: 2, 5, 25, 50, 70 i 90% zmniejszenia wysokości z dokładnością do 1%. Zgniecione próbki rekrytalizowano w ciągu 1/2 godziny w temperaturach 200, 400, 600, 800, 900 i 1000°.

Z powodu małej ilości materiału, wyżarzaniu w każdej temperaturze poddawano tylko jedną serię zgnieczonych próbek.

Po wyżarzeniu próbki przecinano prostopadłe do podstawy i starannie polerowano, a następnie wytrawiano kwasem solnym z drobną ilością bezwodnika kwasu chromowego. Ten odczynnik, zastosowany do trawienia złota po raz pierwszy, dał znacznie lepsze wyniki niż powszechnie używana woda królewska. Odczynnik należy przygotowywać bezpośrednio przed użyciem. Do silnego trawienia stosuje się stężony HCl, do słabszego—rozcieńczony (3 cz. HCl na 1 cz. H₂O). Bezwodnik kwasu chromowego powinien być dodawany w niewielkiej ilości (do lekkiego brunatnego zabarwienia).

Odczynnik ten atakuje pola kryształów, przy głębszym trawieniu zaś uwidacznia figury wytra-

¹⁾ S. Kalischer, Ber., 15, 702 (1882).

²⁾ W. Fraenkel, Z. anorg. allgem. Chem., 122, 295 (1922).

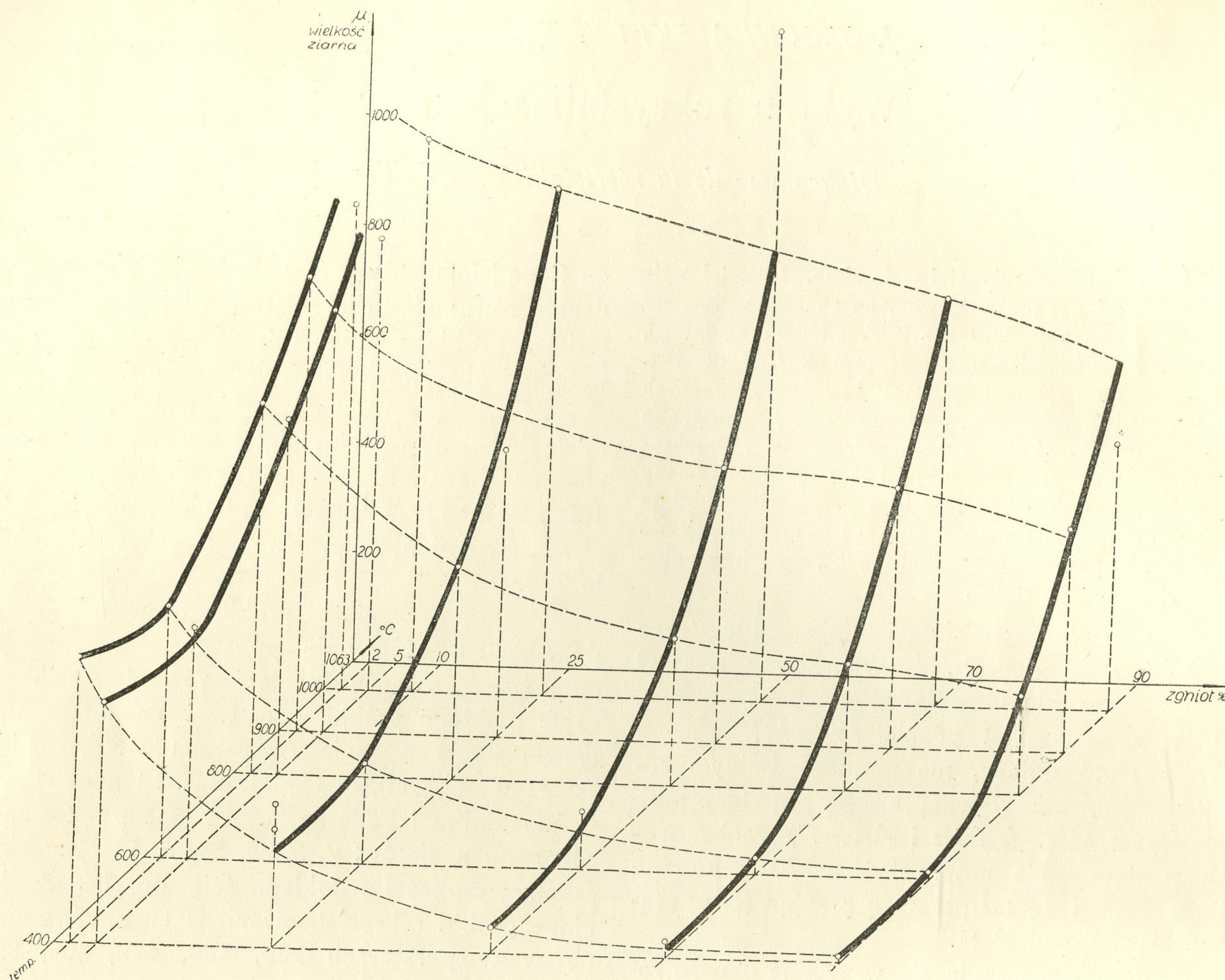
³⁾ wg. A. Boczwara, Z. anorg. allgem. Chem. 157, 319 (1926).

wione o kształcie odpowiadającym orientacji krystalograficznej danej powierzchni (fot. 7 do 13, Pl. XXI i XXII).

Wyniki pomiarów wielkości ziaren w próbkach odkształconych o 2, 5, 25, 50, 75 i 90% i rekrytalizowanych w rozmaitych temperaturach

Fotografie 1 do 6 (Pl. XX i XXI) przedstawiają budowę serii próbek rekrytalizowanych w rozmaitych temperaturach.

Otrzymany wykres rekrytalizacji złota jest zgodny z ogólnym schematem rekrytalizacji metali.



Rys. 1. Wykres rekrytalizacji złota.

podane są na wykresie (rys. 1). W celu uzyskania dodatkowego punktu na wykresie, jedną próbkę poddano odkształceniu na zimno o 10% i rekrytalizacji w temperaturze 1000°.

Stwierdzono, że temperatura początku rekrytalizacji złota o danym stopniu czystości leży powyżej 200°.

W Panu Inż. J. Szumskiemu, Dyrektorowi Mennicy Państwowej, dziękujemy za wypożyczenie złota do badań.

Warszawa, 1937,

Zakład Metalurgii i Metaloznawstwa
Politechniki Warszawskiej.

Rekristallisationsdiagramm des Goldes

von J. CZOCHRALSKI und E. WRZESIŃSKA

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

Als Ausgangsmaterial zur Ausführung der Versuche wurde kaltgewalztes und während zwei Stunden bei 880 bis 900° geglühtes Gold benutzt, deren Reinheitsgrad 99,97% betrug. Aus den Walzstreifen von etwa 6x6 mm Querschnitt wurden Proben von 6 bis 7 mm Höhe ausgeschnitten. Die Höhenabnahme einzelner Proben beim Stauchen betrug: 2, 5, 25, 50, 70 und 90%.

Die Proben wurden während 30 Minuten bei verschiedenen Temperaturen (200, 400, 600, 800, 900 und 1000°) rekristallisiert.

Es wurde festgestellt, dass der Beginn der Rekristallisation des Goldes erst zwischen 200 und 400° liegt. Die Ergebnisse der Korngrössenmessungen in Abhängigkeit von der Temperatur und dem Stauchgrade sind aus Abb. Rys. 1 zu ersehen. Das erhaltene Rekristallisationsdiagramm weicht nicht ab von dem allgemein bekannten Rekristallisationsschema der Metalle.

Einige Gefügebilder des rekristallisierten Goldes sind auf Fot. 1 bis 6 (Pl. XX und XXI) abgebildet: Fot. 1, Höhenabnahme 90%, Temperatur 200°. Fot. 2, Höhenabnahme 50%, Temperatur 800°. Fot. 3, eine Serie von Stauchpro-

ben, 90, 75, 50, 25 und 10% Höhenabnahme, Temperatur 900°. Fot. 4, eine weitere Serie von Stauchproben, 5, 25, 50, 75, 90% Höhenabnahme, Temperatur 400°. Schon ausgebildete Zwillingskristallen zeigen die Fot. 5 (Höhenabnahme 10%, Temperatur 800°) und 6, (Höhenabnahme 25%, Temperatur 800°).

Zum Aetzen wurde Salzsäure mit kleinem Zusatz von Chromsäureanhydrid angewandt. Dieses Reagenzmittel greift die Kristallfelder schon bei kurzer Einwirkungsdauer an, bei tieferem Aetzen erhielt man die in Fot. 7 bis 13 (Pl. XXI und XXII) dargestellten Aetzfiguren. Fot. 7 zeigt die ersten Anzeichen von Aetzfiguren am Zwillingsrande und in der rechten Bildecke (am Schleifrissentlang). Fot. 8 zeigt rechteckige, Fot. 9, 10, 11 dreieckige, 12 und 13 sechseckige Aetzfiguren, im Einklang mit der kristallographischen Symmetrie der Goldkristalle.

Warszawa, 1937,

Institut für Metallurgie und Metallkunde
der Technischen Hochschule.