

J. CZOCHRALSKI i J. ROHOZIŃSKA

## Wykres rekrytalizacji srebra

*Diagramme de la récrystallisation de l'argent*

T R E Ś Ć: Zbadano rekrytalizację Ag. Materiał wyjściowy, walcowaną płytę srebrną, wyżarzono w 800°, następnie wycięto z niej sześciennie próbki o krawędzi 10 mm. Próbki poddano odkształceniom na zimno, zgniatając je od 2 do 88%, a następnie rekrytalizowano w różnych temperaturach (od 100 do 900°). Po wytrawieniu przekrojów roztworem zawierającym około 10% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> i 20% NH<sub>3</sub>, oznaczono wielkość ziarna. Otrzymany z tych danych wykres rekrytalizacji srebra przedstawiony jest rys. 1.

Zbadanie rekrytalizacji srebra wydawało się celowym ze względu na to, że nie istnieje dotychczas całkowity wykres rekrytalizacji tego metalu, oraz że dane różnych autorów co do temperatury początku rekrytalizacji i wpływu obcych domieszek na wielkość rekrytalizowanego ziarna wykazują duże rozbieżności.

Częściowy wykres rekrytalizacji srebra do 25% zgniotu podał *Feussner*<sup>1)</sup>. Wyniki te zostały następnie przeliczone przez *Gebharta i Wiester*<sup>2)</sup>. Wykres *Feussnera*, poza tym, że jest niekompletny i odmiennie ujęty (wielkość ziarna na osi rzędnych jako ilość ziaren na przekroju 0,85 mm<sup>2</sup>), został ustalony na materiale o nieznanym stopniu czystości. Wpływ obcych domieszek na temperaturę początku rekrytalizacji srebra badali *Glocker, Kaump i Widmann*<sup>3)</sup>. Autorzy ci stwierdzili na podstawie badań metalograficznych, wytrzymałościowych i roentgenograficznych, że bardzo małe domieszki metali takich jak Cu, Al, Ni, Au, Pb, Fe, przesuwają znacznie granice początku rekrytalizacji. Według *Widmanna*, chemicznie czyste srebro rekrytalizuje w temperaturze 150°, nie

wielkie dodatki Cu lub Al podnoszą tę temperaturę powyżej 200°, zaś Fe w ilości 0,055% obniża ją do 20°. Odmienne wyniki otrzymał *Oswald*<sup>4)</sup>, który stwierdził na drodze badań roentgenograficznych, że chemicznie czyste srebro rekrytalizuje w temperaturze pokojowej, natomiast dodatki Cu i Au podnoszą temperaturę początku rekrytalizacji.

### Część doświadczalna.

Do badań użyto srebra walcowanego w postaci płyt o grubości 10 mm. Analiza spektroskopowa wykazała ślady Al, Cd, Cu, Fe i Pb, zaś analiza chemiczna, wykonana przez Dział analityczny Chemicznego Instytutu Badawczego, stwierdziła jedynie obecność żelaza w ilości 0,075%.

Płyty srebrne wyżarzono w ciągu 2 godzin w temperaturze 800°. Następnie wycięto próbki sześciennie o krawędzi 10 mm, które po dokładnym oszlifowaniu poddano zgniataniu do 2, 10, 25, 50, 75 i powyżej 80% zmniejszenia wysokości. Próbki zgniatano na uniwersalnej, 3-tonnowej maszynie Amslera, względnie na 50 tonnowej maszynie Mohra i Federhaffa.

Odkształcone próbki rekrytalizowano w przeciągu 1/2 godziny w temperaturach 100, 200, 300, 400, 500, 600, 700 i 900°. Po wyżarzeniu próbki przecinano wzdłuż płaszczyzny równoległej do kierunku siły zgniatającej, starannie polerowano, a następnie wytrawiono mieszaniną perhydrolu z amoniakiem, zawierającą około 10% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> i 20% NH<sub>3</sub>. Gruboziarniste próbki trawiono najpierw stężonym kwasem azotowym, a następnie roztworem perhydrolu i amoniaku. Słabsze roztwory dwutlenku wodoru atakują głównie pola kryształów, bardziej stężone (do 15% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) wytrawiają granice ziaren.

<sup>1)</sup> O. Feussner, Z. Metallkunde, 19, 342 (1927).

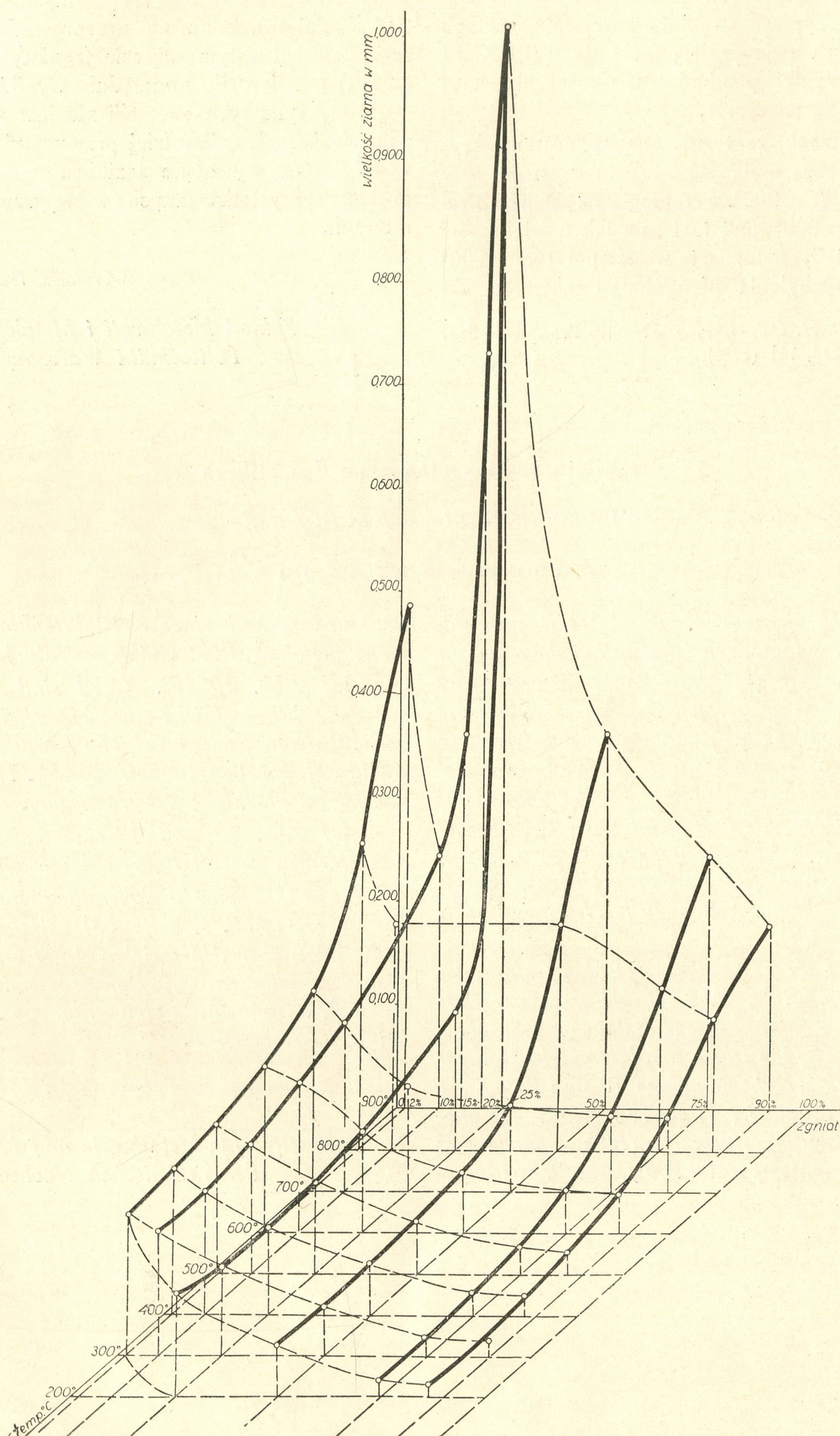
<sup>2)</sup> E. Gebhart, H. Wiester, Z. Metallkunde, 21, 428 (1929).

<sup>3)</sup> R. Glocker, E. Kaump, Z. Metallkunde, 16, 337 (1924); R. Glocker, E. Kaump, H. Widmann, Z. Metallkunde, 17, 353 (1925); H. Widmann, Z. Physik, 45, 200 (1927); R. Glocker, H. Widmann, Z. Metallkunde, 19, 41 (1927).

<sup>4)</sup> E. Oswald, Z. Metallkunde, 27, 101 (1935).



Fot. 10 do 13 (Pl. XXV) przedstawiają trójkątne figury wytrawione, odpowiadające ścianom ośmiościanu; widoczne są również ślady płaszczyzn bliźniaczych (fot 10 i 11), przecinające się pod



Rys. 1. Wykres rekrystalizacji srebra.



kątem  $60^\circ$ , co potwierdza przypuszczenie *Carpentera i Tamury*<sup>5)</sup>, że płaszczyzny ośmiościanu są jednocześnie płaszczyznami bliźniaczymi kryształów srebra. Typowe struktury rekrytalizowanych próbek srebra uwidaczniają fot 1 do 9 (Pl. XXIII i XXIV). Wyniki pomiarów wielkości ziaren są przedstawione na rys. 1.

Stwierdzono, że temperatura początku rekrytalizacji srebra o danym stopniu czystości leży pomiędzy  $100$  a  $200^\circ$ . Przebieg rekrytalizacji do temperatury  $800^\circ$  jest taki sam jak u większości innych metali, natomiast w temperaturze  $900^\circ$  wykazuje odchylenia od ogólnego schematu. Na

<sup>5)</sup> H. C. H. Carpenter, S. Tamura, Proc. Roy. Soc. London, (A) **113**, 161 (1926).

krzywych zależności średnich liniowych wymiarów ziaren od temperatury pojawiają się mianowicie 2 maksima ( $2$  i  $25\%$  zgniotu) oraz minimum ( $10\%$  zgniotu). Ponowne przeprowadzenie prób rekrytalizacji w tym zakresie (zgnioty  $10$ ,  $15$ ,  $20$  i  $25\%$ ) potwierdziło poprzednie wyniki.

Przyczyna tych anomalii nie jest znana, wydaje się jednak najbardziej prawdopodobnym, że zostały one wywołane zanikiem quasi-izotropii próbek rekrytalizowanych w wyższych temperaturach.

Warszawa, 1937,

Zakład Metalurgii i Metaloznawstwa.  
Politechniki Warszawskiej.

## Rekristallisationsdiagramm des Silbers

J. CZOCHRAŁSKI und J. ROHOZIŃSKA

### Zusammenfassung

Aufgabe der vorliegenden Arbeit war die Aufstellung eines Rekristallisationsdiagrammes für Silber. Würfeln von  $10$  mm Kantenlänge, die aus gewalzter Silberplatte ( $99,9\%$  Ag,  $0,075\%$  Fe) nach Glühen bei  $800^\circ$  ausgeschnitten wurden, wurden zusammengedrückt und während  $30$  Minuten bei verschiedenen Temperaturen ( $100$  bis  $900^\circ$ ) der Rekristallisation unterworfen. Die Höhenabnahme der Proben beim Stauchen betrug  $2$  bis  $88\%$ . Zur Ätzung wurde eine Perhydrol-Ammoniak-Lösung (etwa  $10\%$   $H_2O_2$  und  $20\%$   $NH_3$ ) verwendet.

Abb. 1 (Pl. XXIII) zeigt das Gefüge des Ausgangsmaterials, Abb. 2 bis 4 das Gefüge nach  $10$ ,  $50$  und  $90\%$  Kaltstauchung, Abb. 5 und 6 das Gefüge nach erfolgter Rekristallisation bei  $300^\circ$  (Höhenabnahme  $10$  und  $25\%$ ).

Abb. 7. und 8 (Pl. XXIV) zeigen gut ausgebildete Zwillingsstrukturen (Höhenabnahme  $25$  und  $90\%$ , Glühtemperatur  $900^\circ$ ), Abb. 9, Zwillings-

struktur innerhalb eines Kristallitenkornes ( $20\%$  Höhenabnahme,  $900^\circ$  Glühtemperatur).

Auf Abb. 10 (Pl. XXV) sind Ätzfiguren auf der Oktaederfläche eines Silberkristalls dargestellt, deren Kanten beinahe parallel zu den Zwillingslammellen verlaufen. Abb. 11 zeigt das gleiche bei stärkerer Vergrößerung.

Auf Abb. 12 und 13 sind andere Ausbildungsformen der Ätzfiguren dargestellt.

Das erhaltene Rekristallisationsdiagramm des Silbers (Abb. 1, Seite 83) zeigt eine Anomalie gegenüber den meisten bisher untersuchten Metallen, nämlich ein Korngrösseminimum bei einer Rekristallisationstemperatur von  $900^\circ$  und bei  $10\%$  Stauchgrad.

Warszawa, 1937,

Institut für Metallurgie und Metallkunde  
der Technischen Hochschule.