

J. CZOCHRAŁSKI i J. RUDNY

## Badania nad rekrytalizacją bizmutu

*Sur la récrystallisation du bismuth*

**T R E Ś Ć:** Badano rekrytalizację bizmutu. Próbkę zgniecione o 5, 10, 15, 20, 25, 50 i 70%, wyżarzone w różnych temperaturach (od 68 do 250°) i po przecięciu badano metalograficznie. Trawiono stężonym roztworem  $\text{HNO}_3$ , szlifowano i ponownie trawiono rozcieńczonym  $\text{HNO}_3$ . Na podstawie pomiarów wielkości ziarna skonstruowano wykres przestrzenny rekrytalizacji bizmutu.

### W s t ę p.

Brak systematycznych badań nad rekrytalizacją oraz brak wykresu rekrytalizacji bizmutu uzasadniał celowość zbadania rekrytalizacji tego metalu. Wnioski co do przebiegu rekrytalizacji bizmutu były dotychczas wyciągane nie na podstawie ścisłych badań rekrytalizacji, lecz na podstawie wyników badań, prowadzonych w kierunku stwierdzenia istnienia odmian allotropowych bizmutu, lub w kierunku praktycznym — wyznaczenia najodpowiedniejszych warunków przetłaczalności bizmutu. I tak np. stwierdzono<sup>1)</sup>, że obróbkę plastyczną można prowadzić w temp. od 30° do 260°, przy czym w temp. 230° — 260° bizmut posiada plastyczność wosku i da się wyciągać na druty o średnicy 0,02 mm.

W innym rodzaju badań *Drucker*<sup>2)</sup> i *Schulze*<sup>3)</sup> stwierdzili, że anomalie w przebiegu krzywej, wyrażającej zależność współczynnika oporu elektrycznego od temperatury, związane są z temperaturą prasowania drutu bizmutowego. Anomalie te można częściowo usunąć przez wyżarzanie drutu powyżej temperatury prasowania, co tłumaczą autorzy rekrytalizacją lub zdrowieniem, a nie istnieniem odmiany allotropowej, jak to udowodniali *Cohen* i *Moesveld*<sup>4)</sup> swoimi badaniami pikno- i dilatometrycznymi.

W metalach posiadających różne odmiany allotropowe, związane ze zmianą ziarnistości, płaszczyzna przedstawiająca graficzny obraz funkcji  $\varphi = (Z. T.)$  (zależność wielkości ziarna od zgniotu i temperatury wyżarzania) powinna wykazywać załamania. Gdy odmiany allotropowe nie występują, płaszczyzna jest ciągła.

### Część doświadczalna.

Do badań użyto bizmutu o zawartości zanieczyszczeń poniżej 0,014%, w tym w/g analizy: Fe — 0,004%, S niżej 0,005%, As niżej 0,005%. Próbkę do badań przygotowano w następujący sposób: metal odlano do grubościenniej kokili żelaznej o wymiarach 61 × 20,5 × 140 mm, otrzymany blok poddano zgniotowi 50% na prasie hydraulicznej, zmieniając grubość jego z 20,5 mm na 10,5 mm, następnie wyżarzano w temperaturze 220° w ciągu 6 godz. W ten sposób otrzymano bizmut drobnokrystaliczny, który użyto jako materiał wyjściowy do badań.

Inne sposoby otrzymywania drobnoziarnistej budowy nie dały pożądaných wyników. Stosowano odlewanie i wyżarzanie pod wysokim ciśnieniem (fot. 5, Pl. XII). Następnie odlewano do kokilki mosiężnej i mieszano ciec w czasie krzepnięcia, co miało na celu przeszkodzenie powstającym kryształom w ich naturalnym wzroście. Postępowanie to nie dało pożądaných wyników, bowiem budowa zakrzepłego metalu składała się ze sfery drobnych kryształków i części transkrytalicznej (fot. 6, Pl. XII). Sposób szybkiego chłodzenia krzepnącego odlewu również zawodził, ponieważ budowę drobnoziarnistą miała wówczas tylko cienka warstwa powierzchniowa. Po mocniejszym trawieniu odsłaniała się budowa gruboziarnista (fot. 4 i 7, Pl. XI i XII).

W celu zbadania zdolności bizmutu do rekrytalizowania, wycięto próbki z materiału

<sup>1)</sup> G. F. Taylor, Phys. Rev. **23**, 655/60 (1924).

<sup>2)</sup> N. Drucker, Z. phys. Chem. **162**, 305 (1932).

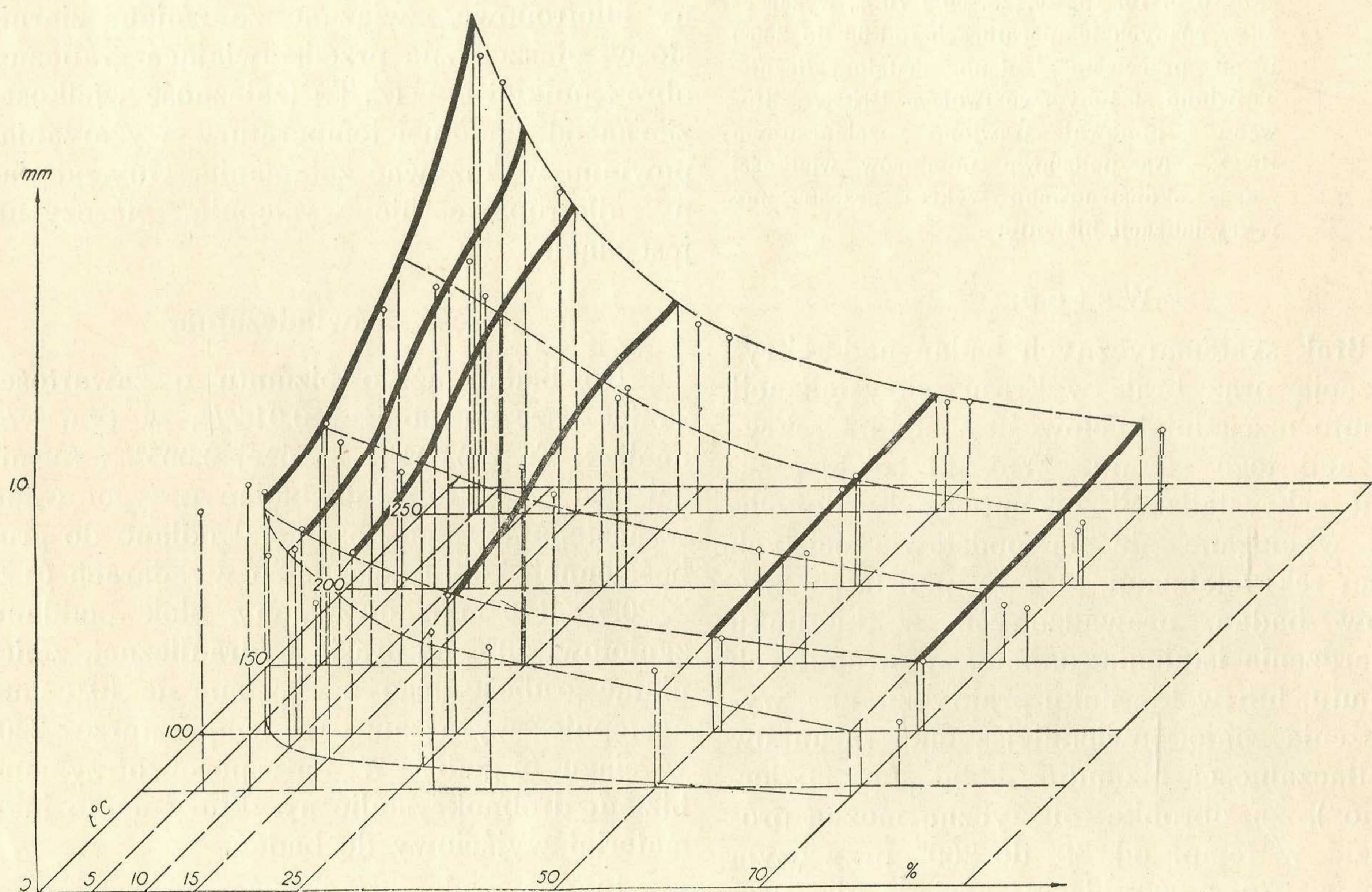
<sup>3)</sup> Z. Schulze, Z. phys. Chem. **165**, 188 (1933).

<sup>4)</sup> E. Cohen, Moesveld, Z. phys. Chem. **85**, 419 (1913).



gruboziarnistego, równoległe do płaszczyzn łupliwości. Na otrzymanych powierzchniach wykonano odciski kulką średnicy 3 mm, przy obciążeniu 24 kg i czasie 30 sek. (fot. 8 Pl. XII). Próbki z odciskami wyżarzono w temperaturze  $245^{\circ}$  w ciągu  $\frac{1}{2}$  godziny. Dokoła wgłębianej czaszy powstała sfera nowych kryształków. Następnie przygotowano odlew bardzo wolno studzony. W wyniku otrzymano blok o bardzo dużych kryształach, na których wykonano odciski (fot. 1 Pl. XI) i wyżarzono w ciągu  $\frac{1}{2}$  godziny w temperaturze

kształconej przez szlifowanie, ponownie szlifowano i lekko trawiono rozcieńczonym  $\text{HNO}_3$  (c. wł. 1,20). Wyniki pomiarów wielkości ziaren w próbkach odkształconych o 5, 10, 15, 25, 50 i 70% i rekrytalizowanych w różnych temperaturach podane są na wykresie (rys. 1). fot. 9 (Pl. XII) przedstawia budowę serii próbek rekrytalizowanych w różnych temperaturach. Wiedząc, że początek rekrytalizacji cechuje załamanie krzywej twardości, oznaczono twardość zgniecionych próbek i wyżarzonych w różnych temperaturach. Opierając



Rys. 1. Wykres rekrytalizacji bizmutu. Na osiach odmierzano wielkość ziarna w mm, zgniot w % i temperaturę w  $^{\circ}\text{C}$ .

$242^{\circ}$ . Na fot. 2 i 3 (Pl. XI) widać nowe kryształy, rozrastające się wzdłuż linii poślizgu. Otrzymany przez obróbkę plastyczną i wyżarcie blok bizmutu drobnokrystalicznego pocięto na sześciiany o boku równym 10 mm i poddano zgniotom na maszynie czterotonowej Amsler'a. Wykonano, bez widocznych pęknięć, serie zgniotów: 5, 10, 15, 20, 25, 50 i 70%. Bizmut, pomimo swej kruchości, dawał się zgniatać do 80%. Zgniecione próbki metalu wyżarzono w ciągu  $\frac{1}{2}$  godziny w temperaturach: 68, 105, 150, 200,  $250^{\circ}$ . Wyżarzane próbki przecinano wzdłuż płaszczyzny równoległej do kierunku siły zgniatającej, polerowano, silnie trawiono stężonym  $\text{HNO}_3$  (c. wł. = 1,242) celem zdjęcia warstwy od-

się na przebiegu krzywych twardości i ekstrapolacji wykresu rekrytalizacji, oznaczono temperaturę początku rekrytalizacji na  $47^{\circ}$ . Wykres przestrzenny rekrytalizacji bizmutu, sporządzony na podstawie otrzymanych wyników, nie wykazuje załamań na krzywych, przedstawiających zależność wielkości ziarna od temperatury wyżarzania i stopnia odkształcenia. Wskazuje to na brak odmian alotropowych, występujących w temperaturach rekrytalizacji bizmutu, a więc i w temperaturze  $75^{\circ}$  nie istnieje punkt przemiany.

Warszawa, 1938.

Zakład Metalurgii i Metaloznawstwa  
Politechniki Warszawskiej.



## Rekristallisationsdiagramm des Wismuts

von J. CZOCHRALSKI und J. RUDNY

### Zusammenfassung

Für die Aufstellung des Rekristallisationsdiagrammes wurde Wismut verwendet, dessen Gehalt 0,014% Fremdmetalle enthielt. Das Ausgangsmaterial wurde nach dem Vergiessen gestaucht, wobei die Höhenabnahme 50% betrug. Nach 6-stündigem Ausglühen bei 200° wurde ein feinkörniges Ausgangsmaterial erhalten, das sich für die Durchführung der Versuche als geeignet erwies. Andere Erstellungsverfahren führten nicht zum Ziele, namentlich Vergiessen unter hohem Druck (Fot. 5, Pl. XII), intensives Rühren während der Erstarrung (Fot. 6, Pl. XII), sowie Giessen mit hoher Abkühlungsgeschwindigkeit (Fot. 4, Pl. XI und Fot. 7, Pl. XII). An Hand von Orientierungsversuchen wurde der Rekristallisationsverlauf an Proben verfolgt, auf denen ein Kugeleindruck erzeugt wurde und zwar an natürlichen Spaltflächen (Fot. 8, Pl. XII). Probe an grobkristallineschliffenen Blöckchen vor der Rekristallisation mit Kugeleindrücken und Gleitbändern: (Fot. 1, Pl. XI). Gefüge detail am (Fot. 2, Pl. XI), der bei 245° während 30 Min. ausgeglühten Probe Stärke vergrossert; (Fot. 3, Pl. XI), des gleichen mit Kugeleindruck; (Fot. 8, Pl. XII) gibt die Kugeleindrücke auf den natürlich geschliffenen Spaltflächen wieder.

Das feinkristalline Ausgangsmaterial wurde in Würfeln zerteilt, die dem Handversuch

unterzogen wurden. Die Höhenabnahmen betrugen 5, 10, 15, 25, 50, 70%. Die Proben wurden bei 68, 105, 150, 200 und 250° ausgeglüht. Die Proben wurden parallel zur Druckrichtung geteilt, poliert und in konzentrierter Salpetersäure (sp. gew. 1,4) geätzt. Die Struktur einer rekristallisierten Probe ist in Fot. 9 (Pl. XII) wieder gegeben (Stauchgrad 15, 25, 50%. Rekristallisationstemperatur 250°).

Die Ergebnisse der Korngrössenmessung sind in dem Raumdiagramm (Rys. 1) veranschaulicht. Die untere Rekristallisationstemperatur wurde auf Grund von Härteproben Tabelle sowie durch Extrapolation ermittelt; sie liegt bei 47°. Das Rekristallisationsdiagramm zeigt normalen Verlauf. Von einigen Autoren wird angenommen, dass Wismut einen Umwandlungspunkt bei 75° aufweist. Die Umwandlung müsste sich im Diagramm durch Unstetigkeit der Oberfläche kennzeichnen, vorausgesetzt, dass die Umwandlung durch eine Unterkühlung nicht hintangehalten wurde. Eine Diskontinuität der Fläche, die den Körnigkeitsgrad des rekristallisierten Metalls kennzeichnet, wurde nicht beobachtet.

Warszawa, 1938.

Institut für Metallurgie und Metallkunde  
der Technischen Hochschule.