

## I. WIADOMOŚCI OGÓLNE

**Przedmiot badań:** Metalografia. — Budowa stopów. — Liczba faz. — **Metody badań:** Metody bezpośrednie. — Metody pośrednie. — Zmiana budowy i punkty przełomowe. — Kolejność metod. — Wyniki. — **Literatura:** Bibliografia. — Czasopisma. — Podręczniki. .

### PRZEDMIOT BADAŃ

**Metalografia.** Nazywamy metalografią całokształt metod, używanych do badania stopów.

Główne metody, którymi się posługuje metalografia, mianowicie analiza termiczna, metoda chemiczna i mikrografia, są już dość dawno znane, a jednak jeszcze przed laty trzydziestu były w obiegu teorie mętne lub mylne, odnośnie do stopów; czasem porównywano je do ciał niekryształicznych, jak szkło, to znów przypisywano im, bez dostatecznych podstaw, znaczną ilość związków chemicznych. Badania, wykonywane na podstawie poszczególnych metod, pozostawały odosobnione, nie mając wspólnych podstaw i pozbawione teorii, któraby potrafiła wyjaśnić pozorną zawziętość zjawisk.

Dowód krystalicznej i komórkowej budowy metali i stopów, przeprowadzony przez Osmonda i Wertha (1885), badania porównawcze stopów kilku metodami, uzupełnianiami się wzajemnie, podjęte przez H. Le Chateliera (1895), zastosowanie reguły faz przez Roosebooma (1899) uważać można za kolejne etapy teraźniejszego rozwoju metalografii, która stała się jednym z najbardziej opracowanych działów chemii fizycznej.



FLORIS OSMOND  
(1849—1912)

**Budowa.** Wszystkie stopy, jak i wszystkie metale, mają budowę krystaliczną, poza którą zauważyć się daje niekiedy budowa komórkowa. Mianowicie, gdy krystalizacja rozpoczyna się w znacznej ilości niezależnych ośrodków, kryształy, pochodzące z tego samego ośrodka tworzą komórkę, różniącą się najczęściej kierunkiem kryształów, od komórek sąsiednich (rys. 1).



Rys. 1 — Budowa stali, zawierającej 0.5% węgla, fotografowana przez Osmonda i Wertha w 1885 r. Wewnątrz komórek zauważyć można kryształy. Jest to jedna z pierwszych mikrofotografij. Pow. 12X.

To wyjaśnienie budowy komórkowej, pochodzące od Osmonda i Wertha (1885), jest ogólnie przyjęte, jednak nie wystarcza do wytłumaczenia niektórych faktów. Albowiem:

1) budowę komórkową można wykazać niekiedy u ciał bezpostaciowych (rys. 2);

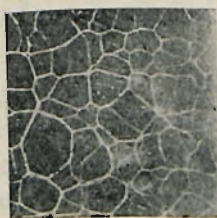
2) kryształy nie mieszczą się zawsze w granicach komórki i widzi się niekiedy kryształ, należący do dwu komórek (rys. 3).

Nasuwa się zatem pytanie, czy budowa komórkowa nie jest śladem pierwotnego ustroju, istniejącego już w stanie ciekłym?

Krystaliczna budowa metali i stopów może być bardzo znacznie nadwerężona przez mechaniczną obróbkę (zgniot), odradza się ona jednak przy wyżarzeniu.

Pod względem budowy można podzielić stopy na niewielką ilość kategorii. Tak więc, gdy dwa metale, stopione ze sobą, rozpuszczają się w stanie ciekłym w każdym stosunku, utworzone mogą w stanie stałym związki chemiczne, roztwory stałe i mieszaniny.

**Związki chemiczne.**  
Tworzy się tu nowy me-



Rys. 2 i 3 — *Na lewo*: szkło, wytrawione kwasem fluorowodorowym, fotografowane w świetle przepuszczonym. — *Na prawo*: ołów, wylany na pochyłe szkło; komórki są oddzielone ciemnymi liniami, zaś kryształy — jasnymi. Pow. 300X. (Osmond i Cartaud, 1907).



tal, a własności jego fizyczne i chemiczne mogą być zupełnie odmienne od własności metali, z których się składa.

Związek chemiczny jest „składnikiem“, jak metal, tak, że stopy, zawarte pod względem składu między dwoma związkami chemicznymi, mogą być uważane za stopy podwójne, w których związki chemiczne grają rolę metali. Podobnie jak metale, związki chemiczne mogą tworzyć pomiędzy sobą i z metalami roztwory stałe i mieszaniny.

Związki chemiczne mogą posiadać wytrzymałość mechaniczną większą od metali, z których się składają ( $AlCu_3$ ), ale w przeważnej ilości wypadków są one bardzo kruche tak, że od ich obecności pochodzi kruchość niektórych stopów.

*Roztwory stałe.* Roztwór ciekły metalu lub związku chemicznego w innym metalu lub związku chemicznym może zestalić się w kryształach mieszanych, których skład jest identyczny ze składem cieczy. Zjawisko to różni się od izomorfizmu soli tem, że metale, tworzące roztwory stałe, mogą nie należeć do tego samego układu krystalograficznego.

Pod względem mechanicznym roztwory stałe charakteryzuje zwiększenie twardości roztwornika; dają się też one przeważnie kuć na gorąco. Z powodu tych własności niektóre roztwory stałe są w powszechnem użyciu (mosiądz, bronz, złoto techniczne).

*Mieszaniny.* W tym wypadku krzepnięcie stopu podobne jest do krzepnięcia roztworu soli. Jeden ze składników roztworu osadza się najpierw. Skład części ciekłej zmienia się wobec tego i temperatura krzepnięcia obniża się coraz bardziej aż do pewnej temperatury minimalnej (eutektycznej), przy której oba składniki osadzają się równocześnie, ale w oddzielnych kryształach.

Własności mechaniczne mieszanin zajmują przeważnie miejsce pośrednie pomiędzy własnościami składników.

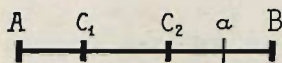
Bardzo często stopy, zawarte pod względem składu między dwoma składnikami (metalami lub związkami chemicznymi), są utworzone aż do pewnej zawartości procentowej z roztworów stałych jednego ze składników w drugim. Pomiedzy granicami tych roztworów stałych osadza się mieszanina roztworów granicznych, czyli nasyconych, tak, jakby osadzała się mieszanina czystych składników.

*Rozpuszczalność ograniczona.* Gdy dwa metale, stopione ze sobą, nie rozpuszczają się w każdym stosunku, tworzą się dla składu, przekraczającego granice rozpuszczalności, dwie warstwy ciekłe, jedna nad drugą. Każda z tych warstw może dać przy krzepnięciu te

same rodzaje stopów, co metale rozpuszczalne w stanie ciekłym w każdym stosunku.

**Liczba faz.** Niektóre metale, łącząc się ze sobą, tworzą większą ilość związków chemicznych. Możemy więc zadać sobie pytanie, ile rozmaitych metali i związków chemicznych może współistnieć w jednej próbce stopu. Odpowiedź na to daje nam reguła faz, a mianowicie: stop, złożony z dwu metali i znajdujący się w stanie równowagi wewnętrznej, może być albo jednorodny, albo utworzony przez mieszaninę dwu jednorodnych i odgraniczonych od siebie mas (faz).

Przedstawmy na wykresie (rys. 4) skład stopów, utworzonych z metali A i B, przez odpowiednie odcinki na linii AB. Oznaczmy



Rys. 4 — Schemat budowy stopów; A i B — składniki, C<sub>1</sub> i C<sub>2</sub> — połączenia, które się tworzą; a przedstawia skład uważanego stopu.

przez C<sub>1</sub> i C<sub>2</sub> związki chemiczne, które metale te mogą utworzyć. Stop, którego skład odpowiada punktowi a, znajdującemu się pomiędzy C<sub>2</sub> a B, może być, o ile jest jednorodny, utworzony przez roztwór stały B w C<sub>2</sub> albo C<sub>2</sub> w B. Jeśli stop ten nie jest jednorodny, może być mieszaniną C<sub>2</sub> i B, albo ich wzajemnych

roztworów stałych, lecz nie może zawierać ani A, ani C<sub>1</sub>, ani ich roztworów stałych.

Wogóle stop może składać się co najwyżej z tylu faz, ile metali w sobie zawiera.

Jeżeli w stopie zauważymy większą liczbę faz, niż z reguły faz wynika, jak to się zdarza często u stali, możemy stąd wywnioskować, że stop ten nie jest w stanie równowagi stałej i że pewna ilość składników nie zdążyła zaniknąć przy zbyt szybkim oziębianiu (hartowaniu).

## METODY BADAŃ

Metody, używane do badania stopów, dzielą się na metody bezpośrednie, któremi się przeprowadza badania na jednej tylko próbce i na metody pośrednie, oparte na zmienności pewnej własności fizycznej, zależnie od składu stopu i na ustaleniu związku pomiędzy formą otrzymanego w ten sposób wykresu a budową stopu.

**Metody bezpośrednie.** Do metod bezpośrednich należą tylko mikrografia i metoda chemiczna.

**Mikrografia.** Mikrografia pozwala na badanie pod mikroskopem budowy stopu, wypolerowanego i wytrawionego odczynnikami, działającym niejednakowo na rozmaite jego części składowe. Niezbędna,



jako metoda pomocnicza do badania stopów — mikrografia nie wystarcza do oznaczenia z dokładnością ich budowy, gdyż najczęściej nie pozwala na odróżnienie związku chemicznego od otaczających go roztworów stałych.

Dość ważną gałąź mikrografji stanowi jej zastosowanie do filjacji. Zasada filjacji polega na superpozycji w stanie ciekłym, w ciągu paru minut, dwu metali, umieszczonych w porządku ich gęstości. Skutkiem dyfuzji jednego metalu w drugi, otrzymuje się w jednej próbce cały szereg stopów, które oba metale są zdolne ze sobą utworzyć. Rysunek 5 przedstawia filjację glinu z miedzią.

Na górze filjacji widzimy kryształy glinu w charakterystycznych rozgałęzieniach, które dochodzą aż do mieszaniny eutektycznej, oddzielającej je od dużych kryształów związku  $Al_2Cu$ . Do tego związku docierają rozgałęzienia, wytworzone przez kryształy połączenia  $AlCu$ . Następnie widzimy ciemnawy pas, prawdopodobnie mieszaninę, która oddziela połączenie  $AlCu$  od związku  $Al_2Cu_3$ . Wkońcu ostatni związek  $AlCu_3$  występuje na tle swych roztworów stałych, mniej odpornych na działanie odczynnika, niż czysty związek. Widzimy, iż te roztwory stałe tworzą mieszaniny z połączeniem  $Al_2Cu_3$  z jednej strony, zaś z miedzią z drugiej.

**Metoda chemiczna.** Metoda chemiczna polega na zasadzie, że związki chemiczne w stopie mogą mieć odmienne własności chemiczne, skutkiem czego możnaby je wyodrębnić przez odczynniki, działające na jeden tylko składnik. Jest to najstarsza z metod, używanych do badania stopów; stosowana często bez dostatecznej ostrożności, doprowadziła do wielu błędnych wyników, spowodowanych głównie przez następujące dwie przyczyny.

Pierwszą z nich jest działanie odczynnika na wyodrębniony związek chemiczny. Istotnie rzadko się zdarza, zwłaszcza w stopach czysto metalicznych, by odczynnik działał tylko na jeden ze składników, a drugi pozostawiał zupełnie nietknięty. Zazwyczaj działanie jest równoczesne na oba składniki i tylko stopień tego działania jest różny.

Niemożliwość wydzielenia metodą chemiczną połączeń, otoczonych roztworami stałymi, stanowi drugą przyczynę błędów. Grani-



Rys. 5 — Filjacja glinu z miedzią (Broniewski, 1911). Pow. 15X.

czny roztwór stały, wydzielony zamiast związku chemicznego, składa się z jednej tylko fazy i nie daje się bardziej zróżniczkować.

Z powodu tych braków stosowano metodę chemiczną w ostatnich czasach głównie do stopów nawpół metalicznych, składających się z metalu i z metaloidu (bor, krzem, fosfor), u których związki chemiczne mają bardziej wyraźny charakter, niż w stopach czysto metalicznych i rzadziej bywają otoczone roztworami stałymi.

**Metody pośrednie.** Metody pośrednie są bardzo liczne, gdyż każdą własność fizyczną stopów można przyjąć za podstawę metody, służącej do badania ich budowy. Do najważniejszych należą metoda topliwości (analiza termiczna) i metody elektryczne.

Ażeby pokazać w ogólnych zarysach zastosowanie metod pośrednich, rozważymy najprostszą formę wykresów: 1) w wypadku, gdy związek chemiczny tworzy jedynie mieszaniny z obu metalami, które w jego skład wchodzi; 2) w wypadku, gdy związek chemiczny tworzy ciągłe roztwory stałe z obu metalami.

**Topliwość.** Z pośród metod pośrednich badanie topliwości najbardziej się przyczyniło do ustalenia budowy stopów. Mieszaninom odpowiadają tutaj minima krzywej topliwości i przystanki eutektyczne, roztworom stałym, zbliżenie krzywych początku i końca topnienia. Dla związków chemicznych, oddzielonych od siebie mieszaninami, są charakterystyczne maxima krzywej oraz krzepnięcie przy stałej temperaturze (rys. 6, A, I). Związki chemiczne, otoczone roztworami stałymi, ujawniają się tylko przez krzepnięcie przy stałej temperaturze tak, że z trudnością dają się odróżnić od roztworów stałych, których krzepnięcie często odbywa się w bardzo szczupłym zakresie temperatur (rys. 6, B, I).

Ta trudność dokładnego oznaczenia związków chemicznych, otoczonych roztworami stałymi, jest jedną z ujemnych stron metody topliwości. Drugą ujemną stroną jest fakt, że na podstawie metody topliwości poznajemy budowę stopów w temperaturze topnienia, a nie w temperaturze zwyczajnej, o co nam głównie idzie.

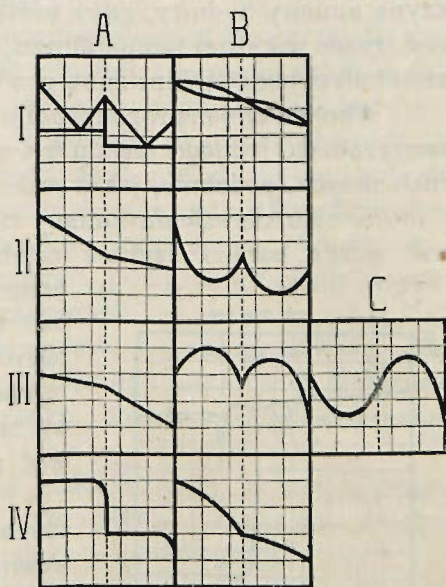
**Metody elektryczne.** Widzieliśmy, że w mikrografii, metodzie chemicznej i analizie termicznej występuje ta sama trudność co do oznaczenia związków chemicznych, otoczonych roztworami stałymi. Ażeby określić dokładnie położenie tych związków należy się zwrócić do własności elektrycznych, zwłaszcza do przewodnictwa i zdolności termoelektrycznej.

Kreśląc krzywe elektrycznych własności stopów, jako funkcji składu procentowego, widzimy, że dla przewodnictwa i współczyn-



nika zmiany oporu z temperaturą spadek krzywej, gwałtowniejszy dla małych zawartości procentowych, niż dla większych, odpowiada rozтворom stałym, zaś linja prawie dokładnie prosta mieszaninom. Związkom chemicznym, otoczonym roztworami stałymi, odpowiadają tutaj maxima krzywej (rys. 6, B, II). Połączenia, tworzące ze sobą mieszaniny, ujawniają się tylko punktami załamania, niekiedy mało wybitnymi (rys. 6, A, II).

Na wykresach zdolności termoelektrycznej i zmiany zdolności termoelektrycznej z temperaturą charakteryzuje roztwory stałe spadek lub wznoszenie się krzywej, gwałtowniejsze dla małych zawartości procentowych, niż dla większych; linja, prawie dokładnie prosta, odpowiada mieszaninom. Związkom chemicznym, otoczonym roztworami stałymi, odpowiadają tutaj maxima (rys. 6, B, II), albo minima (rys. 6, B, III), albo też punkty przegięcia (rys. 6, C, III). Związki chemiczne, tworzące ze sobą mieszaniny, ujawniają się i tutaj tylko punktami załamania (rys. 6, A, III).



Rys. 6 — Typowe wykresy, gdzie krzywe są funkcjami składu procentowego stopów (os odciętych); I — topliwość, II — przewodnictwo elektryczne, III — zdolność termoelektryczna, IV — napięcie elektrolityczne. Kolumna A odpowiada mieszaninom, B i C roztworom stałym.

Na wykresach napięcia elektrolitycznego występują szczególnie wyraźnie połączenia, tworzące ze sobą mieszaniny (rys. 6, A, IV); wskazuje je nagła zmiana wartości napięcia. Związki chemiczne, otoczone roztworami stałymi, występują o wiele mniej wybitnie (rys. 6, B, IV).

Słabą stroną metod elektrycznych stanowi trudność w przygotowywaniu próbek z bardzo kruchych stopów, a także wpływ wyżarzenia i zanieczyszczeń na opór elektryczny i na zjawiska termo-elektryczne.

**Zmiana budowy. — Punkty przełomowe.** — Niektóre metale i stopy doznają zmiany budowy w określonych temperaturach, które nazywamy temperaturami krytycznymi albo przełomowymi.

Ta zmiana budowy może być spowodowana przede wszystkim przemianą alotropową; metale, które jej ulegają, nie zmieniają wów-

czas wyglądu, jak się to dzieje u większości metaloidów (węgiel, grafit, diament; fosfor biały i czerwony), lecz zmiana ich własności fizycznych jest niemniej głęboka.

Tworzenie się lub rozkład połączeń jest również częstą przyczyną zmiany budowy, gdyż wielka ilość związków chemicznych nie jest trwała w każdej temperaturze; niektóre z nich tworzą się w stopie zestalonym poniżej, inne znów powyżej pewnej określonej temperatury.

Wkońcu zmiana rozpuszczalności może wpłynąć na budowę; rozpuszczalność jednego metalu w drugim zmienia się bowiem w roztworach stałych, podobnie, jak w roztworach ciekłych wraz z temperaturą.

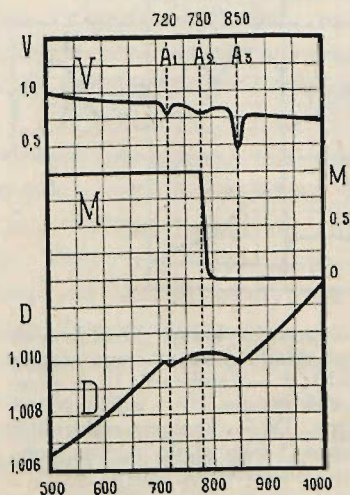
W celu określenia zmiany budowy możemy spróbować zachować przez bardzo szybkie oziębienie budowę, trwałą w wysokiej temperaturze (hartowanie), ażeby ją zbadać w temperaturze zwyczajnej. Sposób ten niezawsze jest skuteczny, gdyż przemiana dokonuje się czasem zbyt szybko, by można było przez hartowanie zachować pierwotną budowę.

Temperaturę przełomową oznaczamy w ten sposób, iż badamy zmienność pewnej własności fizycznej metalu lub stopu z temperaturą. Temperaturę przełomową wskazuje jakiś punkt szczególny (maximum, minimum, punkt przegięcia, punkt załamania, punkt nieciągłości) krzywej, w ten sposób otrzymanej; nazywamy go punktem krytycznym albo przełomowym. Absorpcja ciepła, opór elektryczny, termoelektryczność, magnetyzm i rozszerzalność były stosowane do oznaczenia tych punktów.

Punkty przełomowe świadczą o tem, że zachodzi jakaś zmiana budowy w stopie,

lecz nie dają nam żadnych wskazówek co do natury tej zmiany, stąd stają się one czasem powodem interpretacji zupełnie dowolnej.

Rysunek 7 przedstawia zmienność niektórych własności fizycznych stali, zawierającej 0,2% węgla, między 500° a 1000°. Na krzywej szybkości ogrzewania widzimy trzy punkty przełomowe  $A_1$ ,  $A_2$  i  $A_3$ , które odpowiadają pochłanianiu ciepła; zanikanie ferromagnetyzmu, widoczne na krzywej indukcji magnetycznej  $M$ , dokonuje



Rys. 7 — Punkty przełomowe stali, zawierającej 0,2% węgla. V i D — szybkość ogrzewania i rozszerzalność (Charpy i Grenet, 1903); M — indukcja magnetyczna (Dejean, 1914).



się w punkcie  $A_2$  około  $780^\circ$ ; na krzywej rozszerzalności  $D$  widzimy minima w punktach  $A_1$  i  $A_3$  około  $720^\circ$  i  $850^\circ$ . Punkt  $A_1$  odpowiada tworzeniu się roztworu stałego węgla w żelazie, punkt  $A_3$  przemianie alotropowej żelaza, zaś znaczenie punktu przełomowego  $A_2$  nie jest dotąd w zupełności ustalone.

**Kolejność metod.** Żadna z metod, służących do ustalenia budowy stopów, nie może sama dać zupełnie pewnych wskázówek; wszystkie one dopełniają się i kontrolują wzajemnie i jedynie zgodność tych wyników może dać nam pewność co do ich trafności.

Porządek, w jakim należy używać tych metod, nie jest jednak obojętny. Stosowanie metod elektrycznych wymaga znajomości krzywej topliwości dla wykonania należytego wyżarzenia. Metodę chemiczną należy raczej stosować dla kontroli, po zbadaniu chemicznych własności połączeń, poprzednio oznaczonych.

Następująca kolejność metod wydaje się najwłaściwszą. Na początku należy zastosować analizę termiczną i mikrografię dla oznaczenia położenia związków chemicznych, otoczonych mieszaninami oraz granic roztworów stałych.

Następnie, na podstawie metod elektrycznych, należy określić położenie związków chemicznych, otoczonych roztworami stałymi i skontrolować wnioski analizy termicznej i mikrografii.

Na podstawie metody chemicznej można następnie wydzielić połączenia, nie tworzące roztworów stałych.

Wkońcu, przez badania nad punktami przełomowymi poznamy zmiany, zachodzące w budowie stopów.

**Wyniki.** Metalografia doszła już do wcale poważnych wyników.

Dla chemii otworzyła ona swymi metodami obszerną dziedzinę związków pomiędzy metalami, prawie niedostępną dla metod, zwanych czysto chemicznymi.

Dla metalurgii dała ona podstawy teoretyczne, wyjaśniające operacje, oparte przedtem wyłącznie na doświadczeniu.

## LITERATURA

### I. Bibliografia

Sack. — *Zs. anorg. Chemie*, 35 — 249 — 1903. Bibliografia ogólna prac nad stopami do 1902 r.

Bornemann. — *Metallurgie*, 6 — 236, 296, 326, 490 i 644 — 1909; 7 — 89, 103, 572 i 603 — 1910; 8 — 270, 289, 358 i 676 — 1911; 9 — 345 i 384 — 1912.

- Streszczenie i bibliografia prac nad analizą termiczną stopów podwójnych. Główna część pracy ukazała się w formie książki: „Die binären Metallegierungen“, Halle, T. I w 1909 r. T. II w 1912 r.
- Broniewski. — *Journ. de Chimie physique*, 5 — 70 — 1907. *Revue de Métallurgie*, 7 — 360 — 1910; 8 — 328 — 1911. *Recherches sur les propriétés électriques des alliages d'aluminium*, Paris, 1911, str. 123—139. Bibliografia własności elektrycznych.
- Martens. — *Traité des essais des Matériaux*, traduit de l'allemand par Breuil, Paris, 1904. Bibliografia własności mechanicznych.
- Le Grix i Broniewski. — *Revue de Métallurgie*, 10 — 1064 — 1913. Twardość.
- Communications de l'Association internationale pour l'essai des matériaux*, T. 2, nr. 3, 1911; T. 2, nr. 6, 1912. Bibliografia prób mechanicznych w 1908—1910 r.
- Guillet. — *Bulletin Soc. Ing. Civiles*, 1914 (II), str. 208. Bibliografia zmienności własności mechanicznych z temperaturą.
- Moissan. — *Traité de Chimie générale*, Paris, 1904—1906. W trzech ostatnich tomach, poświęconych metalom, są uwzględnione badania nad stopami metodą chemiczną.
- Recueil de constantes physiques*, publié par MM. Abraham et Sacerdote (Soc. Fr. de Phys.) Paris, 1912. Podaje, odnośnie do stopów, wykresy krzepnięcia (§ 125), przewodnictwa elektrycznego (§ 247), współczynnika zmiany oporu elektrycznego z temperaturą (§ 248), zdolności termoelektrycznej (§ 272), gęstości (§ 122) i rozszerzalności (§ 123 i 51c); dane, odnoszące się do budowy (§ 121) i składu (§ 126).
- Landolt-Börnstein. — *Physikalisch-chemische Tabellen*, Berlin, 1912. Podają, odnośnie do stopów, wykresy krzepnięcia (§ 150, 151 i 152) i wartości oporu elektrycznego i współczynnika zmiany oporu z temperaturą (§ 233 i 237), gęstości (§ 153), rozszerzalności (§ 91), przewodnictwa cieplnego (§ 158), ciepła właściwego (§ 170) i własności magnetycznych (§ 262—269).
- Tables annuelles des constantes et données numériques de chimie, de physique et de technologie*. Publiées sous le patronage de l'Association intern. des Académies, Paris. (Leipzig, Londres, Chicago). T. I za 1910 r., wydany w 1912 r.; T. II za 1911 r., wydany w 1913 r.; T. III za 1912 r., wydany w 1914 r. Zawierają, odnośnie do stopów, dane liczebne dla krzepnięcia, oporu elektrycznego i współczynnika zmiany oporu z temperaturą, zdolności termoelektrycznej, napięcia elektrolitycznego, gęstości, własności magnetycznych i własności mechanicznych. Część, odnosząca się do własności mechanicznych sprzedaje się osobno p. t.: „*Art de l'ingénieur et métallurgie*“.

## II. Czasopisma

- Revue de Métallurgie*. (Paris). Założona w 1904 r. przez H. Le Chateliera. Skupia obecnie we Francji prace z zakresu metalografii i metalurgii; składa się z dwu części, z których pierwsza zawiera oryginalne rozprawy, zaś druga podaje wyciągi z prac w obcych językach.
- Bulletin de la Société d'Encouragement pour l'industrie nationale*. (Paris). Ukazywały się tu, począwszy od 1894 r. i aż do założenia *Revue de Métallurgie*, ważne rozprawy z zakresu metalografii, z których część została po raz wtóry wydana łącznie (1901) p. t.: „*Contribution a l'étude des alliages*“.



*Comptes rendus de l'Académie des Sciences.* (Paris). Ukazują się od 1835 r. i ogłaszają zwięzłe komunikaty z zakresu wszystkich nauk ścisłych, pomiędzy innymi także z metalografii.

*Association internationale pour l'essai de matériaux de construction.* Referaty, przedstawione na Kongresach, które się odbywają co trzy lata, są ogłaszane po francusku, po angielsku i po niemiecku. Zawierają cenne dane, odnoszące się do badania stopów, a w szczególności sprawozdania z postępu metalografii, redagowane najpierw przez Osmonda, następnie przez Heyna. Ostatnie Kongresy odbywały się: w Paryżu (1900), w Budapeszcie (1901), w Brukseli (1906), w Kopenhadze (1909) i w Nowym Jorku (1912).

*Journal of the Iron and Steel Institute.* (London). Wychodzi od 1873 r., jako organ wielkiego angielskiego Towarzystwa popierania badań siderurgicznych. Jako dodatek, ukazują się od 1909 r. rozprawy stypendystów fundacji naukowej Carnegiego (Scholarship Memoirs).

*Journal of the Institute, of Metals.* (London). Wychodzi od 1909 r. i skupia w Anglii badania nad stopami, nie zawierającymi żelaza.

*Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers.* (London). Wychodzi od 1847 r.; od 1891 r. ogłasza ważne sprawozdania Komisji stopów. („Alloys research Committee“, sprawozdania w 1891, 1893, 1895, 1897, 1899, 1904, 1905, 1910 i 1912 r.).

*Philosophical Transactions of the Royal Society of London.* Ukazywały się tu sporadycznie, od 1895 r., rozprawy o stopach.

W Stanach Zjednoczonych czasopismo, poświęcone metalografii, ulegało częstym zmianom. *The Metallographist* (Boston), założone w 1898 r. przez A. Sauveura, wychodziło do 1903 r., po nim zaś *The Iron and Steel magazine* (1904—1906), wcielone w 1906 r. do *Electrochemical and metallurgical Industry* (1903—1909), które w 1910 r. przyjęło tytuł *Metallurgical and Chemical Engineering* (Nowy Jork). Oryginalne prace z zakresu metalografii są względnie rzadkie w tym ostatnim czasopiśmie.

*Bulletin of the American Institute of Mining Engineers.* (New-York). Wychodzi od 1905 r., jako miesięcznik od 1909 r. Ogłasza prace z zakresu metalografii obok specjalnych rozpraw z górnictwa.

*Zeitschrift für Anorganische Chemie.* (Hamburg und Leipzig). Od 1904 r., kiedy redaktorem czasopisma został Tammann, ogłasza liczne rozprawy z zakresu metalografii, a zwłaszcza z analizy termicznej stopów.

*Metallurgie.* (Halle). Założone w 1904 r., poświęcone metalurgii i metalografii. Od 1913 r. podzielone zostało na dwie odrębne publikacje: *Ferrum*, poświęcone siderurgii i *Metall und Erz*, poświęcony metalom, prócz żelaza. Zawieszono od 1916 r.

*Stahl und Eisen.* Wychodzi od 1891 r. i traktuje przedewszystkiem o siderurgii czysto przemysłowej i handlowej. Oryginalne prace z zakresu metalografii są tu dosyć rzadkie.

*Internationale Zeitschrift für Metallographie.* (Berlin). Założone w 1911 r. przez Guertlera, ogłaszało oryginalne rozprawy po niemiecku, po angielsku i po francusku. Bibliografja prac, odnoszących się do metalografii, jest tu starannie podawana od 1910 r. W 1919 roku stało się pismem czysto niemieckiem i zmieniła tytuł na *Zeitschrift für Metallkunde*.

### III. Podręczniki

#### A) Po francusku.

- Broniewski. — *Introduction à l'étude des alliages*, Cours libre fait à la Sorbonne. Préface de H. Le Chatelier. Paris, Delagrave ed., 1918, 230 str. in 8°.
- Buchetti. — *Les alliages métalliques actuels et leur métallographie*. Paris, 1905, str. 185 in 8°. Opis stopów przemysłowych miedzi z kilku rycinami mikrograficznymi. Przeznaczony dla odlewaczy.
- Cavalier. — *Leçons sur les alliages métalliques*. Paris, 1909, str. 466. Część pierwsza traktuje o metodach badania stopów i bardziej szczegółowo o analizie termicznej. Część druga jest poświęcona stopom przemysłowym, przyczem brzozy, mosiądze i stale są szczególnie starannie opracowane. Bardzo zrozumiały i dobrze ułożony; przeznaczony dla studentów.
- Gages. — *Les alliages métalliques* (Encyclopédie scientifique des aide-memoires). Paris, 1903, str. 162 in 16°. Część pierwsza zawiera opis niektórych stopów przemysłowych, druga jest poświęcona elementarnemu wykładowi metod badania.
- Goerens. — *Introduction à la Métallographie microscopique*, traduit de l'allemand par Corvisy, augmenté par Robin, Paris, 1911. Autor opisuje szczegółowo stronę praktyczną mikrografji i podaje elementy analizy termicznej. Teorja jest zastosowana następnie do stopów podwójnych, a zwłaszcza do stali.
- Guillet. — *Étude theorique des alliages métalliques*. Paris, 1904. Uwzględnia prawie wszystkie metody badań; przestarzałe.
- Guillet. — *Étude industrielle des alliages métalliques*. Paris, 1904. Przechodzi stopy użyteczne z trojkiego punktu widzenia: fabrykacji, własności i użyteczności. Dołączony atlas z około 400 mikrografjami. Przeznaczony dla przemysłowców.
- Guillet i Portewin. — *Précis de métallographie microscopique et de macrographie*. Paris, 1918, 304 str. in 8°. Praktyczne przepisy mikrografji i makrografji oraz elementarne zasady innych metod. Budowa dość licznych stopów przemysłowych.
- Hemardinquer. — *Les alliages métalliques*, Paris, 1907, str. 47, in 8°. Opis niektórych stopów przemysłowych; wskazówki co do lutowania i aluminotermji. Na poziomie robotników metalurgicznych.
- Hiorns. — *Métallographie*, traduit de l'anglais par Bazin, Paris, 1903, str. 202 in 8°. Przrządy do mikrografji i jej zastosowanie do stopów przemysłowych.
- Howe. — *Notes pour un laboratoire de métallurgie*, traduit de l'anglais par Dorlodot, Paris et Liège, 1905. Zawiera 91 ćwiczeń praktycznych dla słuchaczy z zakresu własności stopów, materiałów ogniotrwałych i przeróbki rud.
- Ledebur. — *Les alliages métalliques et leur emploi dans l'industrie*, traduit de l'allemand par Seligmann, Paris, 1894. Podręcznik bardzo przestarzały.
- Rengade. — *Analyse thermique et métallographie microscopique*, Paris, 1909, str. 176, in 8°. Analiza termiczna roztworów, stopionych soli i stopów metalicznych. Elementy mikrografji i metody chemicznej.
- Rengade, Jolibois i Broniewski. — *Conférences sur les alliages*, Paris, 1912, str. 36, in 8°. Przedmiotem wykładów jest badanie stopów metodą analizy termicznej, metodą chemiczną i metodami elektrycznymi.
- Revillon. — *La métallographie microscopique* (Encyclopédie des aide-mémoire), Paris, 1911. Popularny wykład metod mikrografji i jej zastosowanie do stopów zwłaszcza do stali.



- Robin. — *Traité de métallographie*, Paris, 1912. Mikrografja i jej zastosowanie do stopów przemysłowych. Dzieło obszerne, mało ścisłe.
- Savoya. — *La métallographie appliquée aux produits sidérurgiques*, traduit de l'italien (*Actualités scientifiques*), Paris, 1911. Zawiera kilka mikrografij stali i podaje sposób ich wykonania.
- Schenck. — *Chimie physique des métaux, exposé des principes scientifiques de la métallurgie*, traduit de l'allemand par Lallement, Paris, 1911. W 6 wykładach traktuje o własnościach fizycznych metali i stopów, ich budowie, ustalonej na podstawie mikrografji i analizy termicznej, wkońcu o procesach metalurgicznych (wysokie piece). Przeznaczone dla inżynierów metalurgów.
- Tassily. — *Étude des propriétés physiques des alliages métalliques*. Paris, 1904, str. 200, in 8°. Elementy analizy termicznej, mikrografji i opis kilku metod drugorzędnych.
- Turpin. — *Étude sur les métaux industriels*. Paris, 1919, 106 str. Warunki użycia i obróbki stopów przemysłowych, poprzedzona elementarnym i nie zawsze poprawnym zarysem teoretycznym.

### B) Po angielsku.

- Boylston i Sauveur, patrz Sauveur i Boylston.
- Broniewski. — *Introduction to the Study of Alloys*. Griffin ed. London, 1920. Tłumaczenie z francuskiego.
- Desch. — *Metallography*, Second ed. London, 1913. Analiza termiczna i mikrografja przedstawione są dosyć obszernie, inne metody w sposób zwięzły. Krótki zarys stopów przemysłowych.
- Desch. — *Intermetallic compounds*. London, 1914, 108 str. Analiza termiczna, mikrografja, wydzielenie i własności związków.
- Gulliver. — *Metallic alloys: their structure and constitution*, Second ed. London, 1913. Powierzchnowy wykład mikrografji i analizy termicznej.
- Hiorns. — *Mixed metals or metallic alloys*, Third ed. (1913).
- Howe. — *Iron, steel and other alloys*, Boston, U. S. A. 1903. Elementy analizy termicznej, budowa i postępowanie termiczne względem stali. Przestarzały, mimo zalety pedagogiczne.
- Howe. — *The Metallography of steel and cast iron*. New-York, 1916, str. 641, in 4°. Krótki wstęp o metalurgji żelaza; składniki stali i wyjaśnienie wykresu żelazo-węgiel. Przeważną część książki jest poświęcona krystalicznej budowie metali i skutkom rozmaitych odkształceń mechanicznych. Wykład popularny, bardzo subiektywny.
- Howe. — *Metallurgical Laboratory Notes*. Boston, U. S. A. 1902. Patrz przekład francuski.
- Mellor. — *The cristallisation of iron and steel. An introduction to the study of metallography*, New-York a. Bombay. 1905. Elementy analizy termicznej i mikrografji; budowa stali; postępowanie termiczne i mechaniczne względem niej.
- Osmond. — *Microscopic analysis of metals*, edited by Stead, London, 1904. (Nowe wydanie w 1911 r.). Zawiera w angielskim przekładzie dwie rozprawy Osmonda: „La métallographie considérée comme méthode d'essais” (1897) i „L'analyse micrographique des aciers” (1901).
- Primrose. — *The practical metallography of iron and steel*, Manchester, 1913.
- Rosenhain. — *An introduction of the Study of physical metallurgy*, London, 1914. Mikrografja, analiza termiczna oraz wpływ postępowania mechanicznego i termicznego na własności stopów.

Sauveur. — *The metallography of iron and steel*, Cambridge, U. S. A. 1912. Popularny wykład budowy stali, jej przemiany, wpływ postępowania termicznego i mechanicznego, cementowanie. Przeznaczone dla studentów.

Sauveur i Boylston. — *Laboratory experiments in metallurgy*, Cambridge, U. S. A. 1908. Wskazówki do ćwiczeń praktycznych z zakresu metalurgii i metalografii. Obszernie opracowana część o stali.

### C) Po niemiecku.

Bauer i Heyn, patrz Heyn i Bauer.

Behrens. — *Das mikroskopische Gefüge der Metalle und Legierungen*, Hamburg und Leipzig, 1894. Jeden z najstarszych podręczników metalografii. Posiada jedynie znaczenie historyczne.

Desch. — *Metallographie*, Deutsch von Gaspari, Leipzig, 1914. Przekład z angielskiego.

Dessau. — *Die physikalisch-chemischen Eigenschaften der Legierungen*, Braunschweig, 1910. Analiza termiczna i zastosowanie jej do stopów miedzi i do stali.

Goerens. Patrz przekład francuski.

Guertler. — *Metallographie. Ein ausführliches Lehr- und Handbuch der Konstitution und der physikalischen, chemischen und technischen Eigenschaften der Metalle und metallischen Legierungen*. Berlin. Wychodzi od 1909 r. Dzieło ogromne, sumienne i chaotyczne. Pierwszy tom (1700 stron in 4<sup>o</sup>) zawiera budowę wielkiej ilości stopów na podstawie ich wykresu krzepnięcia; część poświęcona badaniu stali węglistej jest szczególnie obszerna. Drugi tom jest poświęcony własnościom metali i stopów.

Hanemann. — *Einführung in die Metallographie und Wärmebehandlung*, Berlin, 1915. Streszczenie kursów wakacyjnych z metalografii, przeznaczonych dla inżynierów-praktyków.

Heyn. — *Die Metallographie im Dienste der Hüttenkunde*. Freiberg, 1903. Elementarny wykład analizy termicznej na przykładach stopów przemysłowych. Przetarzałe.

Heyn i Bauer. — *Metallographie*. I. Allgemeiner Teil, II. Spezieller Teil, Leipzig, 1909. Dwa małe tomiki zawierają elementy analizy termicznej; i mikrografję stosowaną do stopów przemysłowych. Tendencja praktyczna. Przeznaczone dla majstrów metalurgicznych.

Janecke. — *Kurze Uebersicht über sämtliche Legierungen*, Hannover, 1910. Teoria analizy termicznej, przedstawiona popularnie, lecz ściśle. Z powodu braku mikrografji traci nieco na przejrzystości.

Ledebur. Patrz przekład francuski.

Ruer. — *Metallographie in elementarer Darstellung*, Hamburg und Leipzig, 1907. Część pierwsza zawiera teorię analizy termicznej na podstawie licznych wykresów krzepnięcia. Część druga jest poświęcona przyrządom do analizy termicznej i mikrografji.

Schenck. Patrz przekład francuski.

Tammann. — *Lehrbuch der Metallographie*, Chemie und Physik der Metalle und ihrer Legierungen, Leipzig und Hamburg, 1914, str. 390 in 8<sup>o</sup>. Pierwsza część zawiera głównie teorię zgniotu, pochodzącą od autora. Część druga i trzecia przedstawia popularnie teorię analizy termicznej stopów podwójnych i potrójnych.



## II. MIKROGRAFJA I MAKROGRAFJA

(METALOGRAFJA MIKROSKOPOWA I MAKROSKOPOWA)

Zarys historyczny. — **Mikroskop.** Mikroskop metalograficzny. Oświetlenie płytką szklaną. Użycie mikroskopu zwykłego. — **Próbki.** Przygotowywanie próbek. Przygotowywanie filjacyj. Inkluzja i polerowanie. Wytrawianie. — **Obserwacja.** Wyniki wytrawiania. Obserwacja próbek. Obserwacja przy wysokich temperaturach. Fotografja. Zastosowanie przemysłowe. — **Makrografja.** Przygotowywanie próbek. Odczynniki i wytrawianie. Fotografja. Zastosowanie. Wykaz prac, cytowanych w rozdziałach I i II.

**Zarys historyczny.** Obserwację pod mikroskopem stopu w stanie surowym oraz badanie gołem okiem powierzchni wytrawionej odczynnikami praktykowano o wiele dawniej, nim wpadnięto na pomysł połączenia obu tych operacyj.

Réaumur (1722) bada pod mikroskopem „w olbrzymiem powiększeniu“, prawdopodobnie mniejszem, niż 150, ziarnko stali i robi schemat (rys. 8), zupełnie odpowiadający dzisiejszym naszym pojęciom o budowie stopów.

Wytrawiania stali odczynnikiem używali w XVIII wieku rusznikarze w celu rozpoznania jej jakości.

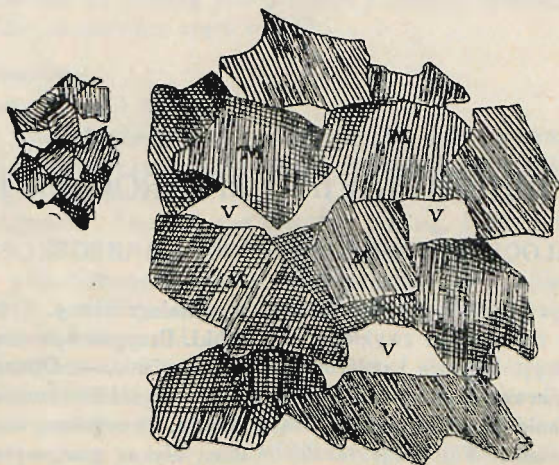
J. J. Perret (1779) poleca w tym celu kwas azotowy lub skórkę cytrynową, których działanie uwydatnia prążkowanie, charakterystyczne dla stali damasceńskiej i odróżnia ją od innych stali, mniej cennych.

Ta metoda obserwacji została wskrzeszona w sto lat później pod nazwą makrografji.



RENÉ-ANTOINE FERCHAULT  
DE RÉAUMUR (1683—1757)

Mikrografji w dzisiejszem znaczeniu, t. j. obserwacji pod mikroskopem powierzchni, wypolerowanej i wytrawionej odczynnikiem, próbował po raz pierwszy Sorby (1864).



Rys. 8 — Budowa komórkowa stali, oglądana pod mikroskopem przez Réaumura w 1722 r. M, M — komórki; p, p — kryształy w komórce. Jest to prawdopodobnie pierwsza obserwacja mikrograficzna.



HENRY CLIFTON SORBY  
(1826—1908)



ADOLF MARTENS  
(ur. w 1850 r.)

Próby te nie uzyskały należytego rozgłosu tak, że mikrografję odnalazł po raz wtóry Martens (1878) w piętnaście lat później.



Tak Sorby, jak i Martens przedstawiali jedynie zapomocą rysunku wyniki swych obserwacyj; mikrofotografji stopów, sposobu o wiele dokładniejszego, użyli dopiero Osmond i Werth (1885).

Strona techniczna pierwszych prób mikrografji była bardzo żmudna i dopiero pracom H. Le Chateliera (1900 i 1905) zawdzięczamy ułatwienia mikrografji nowoczesnej, dostępnej nie tylko laboratorjom, ale i fabrykom.

## MIKROSKOP

**Mikroskop metalograficzny.** Obserwacja metali pod mikroskopem wymaga oświetlenia przez odbicie silnego i jednostajnego. Mikroskop ma być nastawiony tak, by powierzchnia wypolerowana próbki była prostopadła do osi obiektywu i ma pozwolić na wykonanie szybkiego zdjęcia miejsca obserwowanego.

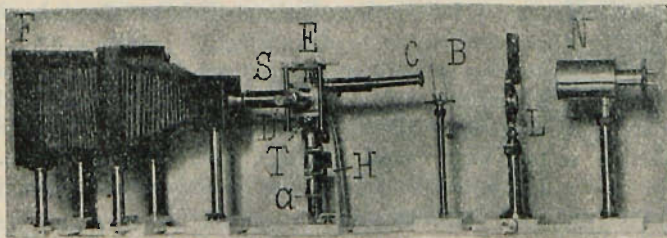
Opiszemy tu mikroskop Le Chateliera, najwięcej używany do obserwacyj mikrograficznych.

Obiektyw mikroskopu jest zwrócony ku górze i nastawiony na próbkę, umieszczoną na stoliku. Oświetlenie odbywa się sposobem Nacheta poprzez obiektyw, jak to przedstawia schematycznie rys. 9. Promień świetlny, oznaczony na rycinie linią kreskowaną, pada na próbkę E, odbiwszy się uprzednio całkowicie od przyzmatu p, który za powrotem omija i za pośrednictwem przyzmatu P zostaje przesłany do kamery aparatu fotograficznego.

Pryzmat P można obrócić o  $90^\circ$  około osi, równoległej do osi obiektywu i wtedy promień świetlny wchodzi do okularu, który jest skierowany prostopadłe do płaszczyzny rysunku.



Rys. 9 — Oświetlenie w mikroskopie Le Chateliera. E — próbka; S — stolik; A — obiektyw; p i P — przyzmaty, odbijające całkowicie; T — oś obrotu przyzmatu P.



Rys. 10 — Mikroskop Le Chateliera. N — lampa; L — soczewka; B — filtr monochromatyczny; C — przysłona; E — próbka; S — stolik; D — okular; F — matówka lub płyta fotograficzna; a — śruby do regulowania; T — oś obrotu przyzmatu odbijającego.  $\frac{1}{20}$  wielkości naturalnej.

Widok ogólny mikroskopu przedstawia nam rys. 10.

Pęk promieni, wychodzący z lampy N, skupiony zapomocą soczewki L na przysłonie C, przechodzi przez mikroskop, odbijając się od powierzchni próbki E i pada na płytę fotograficzną F. Obrót osi T sprowadza promień świetlny do okularu D.

Jako lampa do mikroskopu najlepiej nadaje się 50—100 świecowa żarówka ze skoncentrowaną na małej powierzchni emisją światła, np. lampa Nernsta lub żarówka, używana do latarni samochodowych. Lampa łukowa wygodna jest przy obserwacji, lecz mniej nadaje się do fotografii z powodu znacznych i nieobliczalnych zmian w sile światła.

Naczynie o ścianach równoległych B, napełnione cieczą zabarwioną, służy jako filtr do otrzymania światła monochromatycznego.

Jako cieczy filtrującej używa się zwykle roztworu nasyconego dwuchromianu potasowego (filtr żółty) lub roztworu amonijakalnego siarczanu miedzi (filtr niebieski).

Postępuje się mikroskopem w sposób następujący.

Podnosi się stolik S zapomocą zębátky (zakrytej na rycinie przez mikroskop) do góry, by założyć obiektyw, dający żądane powiększenie, poczem się go spuszcza napowrót. Należy zawsze zaczynać od najstabszego powiększenia.

Próbkę E umieszcza się na stoliku S, którego położenie zmienia się przy pomocy śruby mikrometrycznej tak długo, aż się otrzyma obraz wyraźnie dający się obserwować przez okular D. Położenie próbki można regulować zapomocą trzech śrub mikrometrycznych stolika.

Wybrawszy na próbce miejsce, które chcemy sfotografować, rzucamy obraz na matówkę przez obrót osi T. Obraz nastawia się na ostrość zapomocą elastycznego przedłużenia śruby mikrometrycznej a.

Oświetlenie płytką szklaną. Mikroskop Le Chateliera, nader praktyczny przy średnich powiększeniach (od 50 do 500), przedstawia pewne niedogodności przy powiększeniach bardzo znacznych lub bardzo małych.

Przy silnych powiększeniach średnica obiektywu jest mała, co powoduje zjawiska dyfrakcyjne, ograniczające stopień maksymalnego powiększenia. Zjawiska te uwydatniają się przy sposobie oświetlania mikroskopu Le Chateliera, gdzie jedynie połowa obiektywu zostaje użyta przez promień, skierowany do próbki, druga zaś połowa służy mu w drodze odwrotnej, co jest równoważne z redukcją średnicy obiektywu, jak to zauważył Benedicks (1909).

Dla uniknięcia tej niedogodności można zastosować oświetlacz Becka, polegający na częściowem odbiciu światła przez przeźroczystą płytkę. Promień świetlny pada na cienką płytkę szklaną V (rys. 11), umieszczoną pod 45° kątem do osi mikroskopu. Zwykle szkiełko-przykrywa preparatów mikroskopowych daje się użyć w tym celu. Część promienia odbija się od powierzchni płytki, przechodzi przez

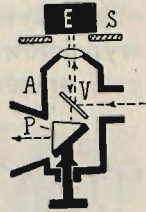


objektyw A i pada na próbkę E. Przy powrocie część tego promienia przechodzi przez płytę V (część odbija się) i dochodzi oka obserwatora lub kamery fotograficznej.

Mikroskop, oświetlony płytką szklaną, daje przy silnych powiększeniach wyraźniejsze obrazy, niż mikroskop, zaopatrzony pryzmatem, wymaga jednak bardzo intensywnego oświetlenia, gdyż zaledwie drobna część (około 0,1) światła, wchodzącego do przyrządu, zostaje zużytkowana.

Innego rodzaju niedogodność uwydatnia się przy bardzo słabych powiększeniach mikroskopem Le Chateliera. Promień świetlny, skierowany do próbki, przechodzi nie całkowicie przez obiektyw A (rys. 9); część jego odbija się od soczewki objektwu i pada na pryzmaty p i P. Światło, odbite na pryzmat p, wraca nieszkodliwie w kierunku lampy, natomiast odbite na pryzmat P dąży do okularu lub kamery fotograficznej i powoduje nieregularne oświetlenie obserwowanego obrazu. Przy małych powiększeniach nieregularność wzrasta z powodu zwiększonych wymiarów soczewki objektwu; daje się ona z łatwością zauważyć przez zdjęcie próbki lub zastąpienie jej ciemną powierzchnią, gdyż część pola zostaje jednak wtedy oświetlona.

Zapobiega się temu zjawisku, oświetlając mikroskop Le Chateliera cienką płytką szklaną, umieszczoną między próbką i obiektywem (Guertler, 1909). Oświetlacz Nacheta pozostaje wtedy nieczynny. Część



Rys. 11 — Oświetlenie płytka przy silnych powiększeniach. E — próbka; S — stolik; A — obiektyw; V — płytka szklana; P — pryzmat.



Rys. 12 — Oświetlenie płytka przy słabych powiększeniach. E — próbka; S — stolik; A — obiektyw; V — płytka szklana; P — pryzmat.

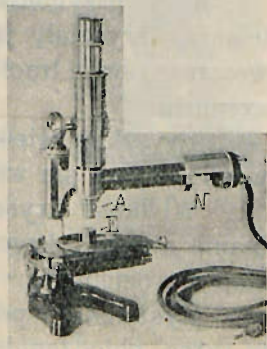
promieni wiązki poziomej, oznaczonej (rys. 12) linią kreskowaną, odbija się od płytki V, pada na próbkę E, a następnie przechodzi przez płytkę V, by wejść do objektwu A i skierować się zwykłą w tym mikroskopie drogą.

Dyspozycja ta nie nadaje się do silniejszych powiększeń z powodu zbyt małej wtedy odległości pomiędzy obiektywem i próbką.

**Użycie mikroskopu zwyczajnego.** Chcąc użyć zwyczajnego mikroskopu do obserwacji metalograficznych, ustawia się przed obiektywem A (rys. 13) oświetlacz Nacheta, analogiczny do używanego w mikroskopie Le Chateliera. Oświetlacz zaopatrzony jest zazwyczaj w małą żarówkę N i zastosowany do niej przenośny akumulator.

Przy słabych powiększeniach oświetla się próbkę zapomocą płytki szklanej, wstawionej pod kątem  $45^\circ$  pomiędzy próbką a obiektywem.

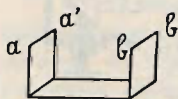
W wypadku, „gdy polerowanie uwypukla pewne składniki” (polerowanie w płaskorzeźbie),



Rys. 13 — Mikroskop zwyczajny, zaopatrzony w metalograficzny oświetlacz. E — próbka; A — obiektyw; N — lampka przy oświetlaczu.  $\frac{1}{10}$  wielkości naturalnej.

można też użyć bocznego oświetlenia próbki przy pomocy soczewki lub zwierciadła.

Używając mikroskopu zwyczajnego należy umieścić powierzchnię wypolerowaną próbki prostopadle do obiektywu. Można użyć w tym celu urządzenia, przedstawionego na rys. 14. Pasek blachy metalowej zgina się na dwu końcach tak, by płaszczyzna, poprowadzona przez  $aa'bb'$ , była równoległa do płaszczyzny, stanowiącej podstawę. Przestrzeń pomiędzy wygiętymi brzegami wypełnia się mastykiem lub woskiem; próbkę kładzie się na stole, powierzchnią wypolerowaną do spodu i wciska się w mastyk, aż brzegi  $aa'$  i  $bb'$  dotkną stołu.



Rys. 14 — Urządzenie, służące do ustawiania wypolerowanej powierzchni próbki prostopadle do obiektywu.

Duże próbki mogą być ustawiane w kierunku przed obserwacją przy pomocy małej okrągłej poziomnicy.

Częstokroć używany w Niemczech *mikroskop Martensa* mało czem się różni od zwykłego mikroskopu, oświetlonego jednym ze wskazanych sposobów. Ustawia się go poziomo i za pomocą kilku śrub zmienia się położenie płaszczyzny próbki względem obiektywu.

## PRÓBKİ

**Przygotowywanie próbek.** Częstokroć stop, który mamy oglądać pod mikroskopem, jest przygotowany gdzieindziej i budowy jego nie wolno zmieniać.

Gdy przygotowanie stopu zależy od nas, należy dążyć do tego, by kryształy jego składników nie były zbyt małe, gdyż obserwowany obraz traci zawsze na wyrazistości przy silnych powiększeniach.

Kryształy wielkości około 0.1 mm są najwygodniejsze do obserwacji; używa się wtedy powiększenia od 50 do 100.

Wielkość kryształów zależy od szybkości krzepnięcia i oziębiania stopów; kryształy są mianowicie tem większe, im powolniej stop się oziębiało.

Rysunek 15 pokazuje nam stop cyny z antymonem, zestalony w rurce, chłodzonej od spodu. Szybkość oziębiania była tam większa, niż w górnej części, stąd kryształy są tam mniej rozwinięte.

Gdy oziębianie następuje nadzwyczajnie powoli, mogą kryształy osiągnąć rozmiary nawet kilku centymetrów. Rysunek 16 przedstawia kryształ żelaza, znaleziony w wydrążeniu bryły stalowej, ważącej kilka tonn. Wydrążenie to powstało przez skurczenie się cieczy, otaczającej kryształ, przy krzepnięciu.



**Przygotowywanie filjacji.** Zasadę filjacji podał Le Chatelier (1900); sposób ich przygotowywania zmienia się zależnie od metali, które chcemy połączyć. Następujące wskazówki wystarczą w większości wypadków.

Bierzemy rurkę ze szkła jenajskiego lub kwarcowego o wewnętrznej średnicy 5 mm i długości około 5 cm, zamkniętą z jednego końca.

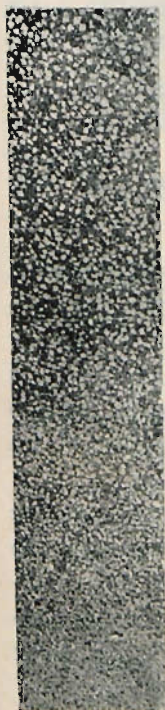
Gęstszy z dwu metali, które mamy połączyć, topi się najpierw w rurce, napełniając ją do połowy. Następnie czeka się, aż się ciecz zestali i wypełnia rurkę do pełności drugim metalem, poczem wszystko razem się szybko ogrzewa do temperatury topnienia metalu trudniej topliwego. Przeciąg kilku minut (od 1 do 5) wystarcza do utworzenia się filjacji, którą się następnie dość szybko ochładza (od 3 do 15 minut).

Długość filjacji, zależna od przeciągu czasu, podczas którego się tworzyła, nie powinna przekraczać 10 mm; dla filjacji prostych, nie zawierających związków chemicznych, długość 1 do 2 mm zupełnie wystarcza.

Czasem trzeba wrzucić pomiędzy oba metale nieco topnika (zazwyczaj mieszaninę chlorków metali alkalicznych lub boraks), by usunąć warstwę tlenku, która mogłaby przeszkodzić utworzeniu się filjacji. W przypadku metali, działających na kwarc (Al, Mg), można użyć tygielka węglowego, który łatwo otrzymujemy przez wydrążenie elektrody z węgla grafitowego

świdrem o średnicy 5 mm.

Filjację, która może być bardzo krucha, należy wydobyć ostrożnie z rurki, zanurzyć w szelaku, a następnie postępować z nią, jak z próbką zwyczajną.

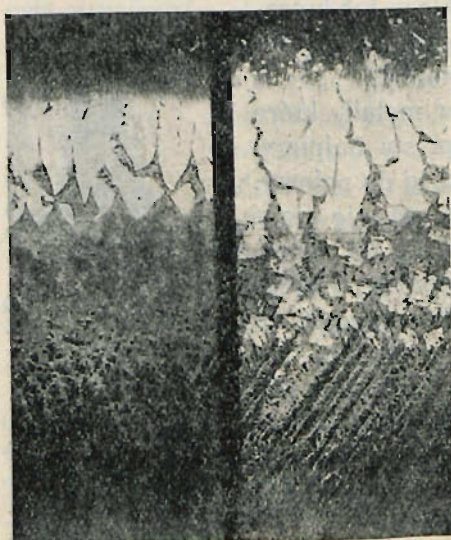


Rys. 15 — Stop cyny z antymonem, szybko oziębiony od spodu (Le Grix, 1911).



Fig. 16 — Kryształ żelaza długości 39 cm, znaleziony przez Tchernoffa (1899).

Wygląd filjacji może zmienić w bardzo znacznym stopniu obecność trzeciego metalu, nawet w małej ilości. Na tej podstawie polegają filjacje analityczne Le Grix (1911), służące do wykrycia zanieczyszczeń metalu, niedostrzegalnych przy obserwacji mikrograficznej bezpośredniej.



Rys. 17 i 18 — Filjacje analityczne Le Grix. Na lewo: bizmut z cyną. — Na prawo: bizmut z cyną, zawierającą 30% ołowiu.

Tak, na przykład, widzimy na rys. 17 i 18 filjacje bizmutu z cyną czystą i z cyną, zawierającą 30% ołowiu. Stopy cyny z bizmutem nie tworzą połączeń chemicznych i na figurze z lewej strony widać kryształy obu metali, przedzielone mieszaniną eutektyczną. Wygląd filjacji zmienia się całkowicie, gdy cyna zawiera ołów; na figurze z prawej występują na miejscu mieszaniny eutektycznej kryształy charakterystyczne dla stopu potrójnego cyny z bizmutem i ołowiem.

### Inkluzja i polerowanie.

Technika polerowania i wytrawiania próbek jest z natury rzeczy w każdym laboratorium inna. Podamy tu sposób, jakiego się używa w laboratorium H. Le Chateliera w Sorbonie.

Próbki kilkumilimetrowe w zupełności wystarczają do

obserwacji mikroskopowej, przyczem ich wykrojenie i wypolerowanie wymaga niewiele czasu. Dla wygodnego polerowania i obserwacji inkluduje się je w szelak sposobem, podanym przez Le Grix (1911). Operacje wykonuje się w następującym porządku:

- 1) Wykrawa się piłką lub odłupuje młotkiem kawałek metalu.
- 2) Umieszcza się ten kawałek na płycie metalowej w środku rurki mosiężnej o średnicy 15 mm, a wysokości 10 mm; napienia się rurkę szelakiem; lekkim uderzeniem odrywa się ją od płyty metalowej.

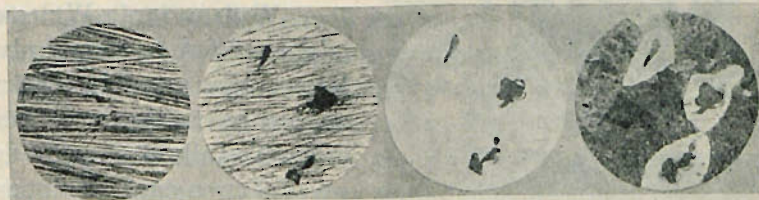
- 3) Próbkę inkludowaną obrabia się zgrubsza papierem karbوندowym; krawędzie rurki obrównywa się pilnikiem; zagłębienia próbki wypełnia się szelakiem.

- 4) Przeciąga się próbkę papierem szmirglu ziarnistego nr. 0000 i zmywa się ją wodą; następnie wygładza się ją papierem szmirglu odmulonego (potée) nr. 0000 i znowu zmywa wodą. Jeśli się chce uniknąć polerowania wypukłego, należy umieścić papier szmirglowy na twardej podstawie, zazwyczaj płycie szklanej.



Na rysunku 19 (I, II i III) widzimy te stopniowe fazy polerowania.

5) Poleruje się tlenkiem glinowym, pozostającym w zawiesinie przez 4 godziny i zmywa wodą destylowaną; wykańcza się tlenkiem glinowym, pozostającym w zawiesinie przez 16 godzin, znowu zmywa wodą destylowaną i suszy się w strumieniu zgęszczonego powietrza.



Rys. 19 — Polerowanie i wytrawianie kawałka kryształu Tchernoffa (patrz rys. 16) Próbka polerowana I — szmirgłem ziarnistym 0000, II — szmirgłem odmulonym 0000 III — tlenkiem glinowym; IV — próbka po wytrawieniu kwasem pikrynowym (Le Grix)

Poleruje się tak, by rysy się krzyżowały; w tym celu należy zmieniać dosyć często położenie próbki, by utworzone rysy zastąpić przez nowe, prostopadłe do tamtych. Tak przez użycie proszków coraz cieńszych rysy stają się coraz delikatniejsze, aż wkońcu są niewidoczne nawet pod mikroskopem.

Przechodząc z jednego rodzaju proszku do następnego, należy próbkę starannie zmyć, gdyż kilka grubszych ziarenek, domieszanych do proszku, którego się używa, wystarcza już, by przeszkodzić postępowi w polerowaniu.

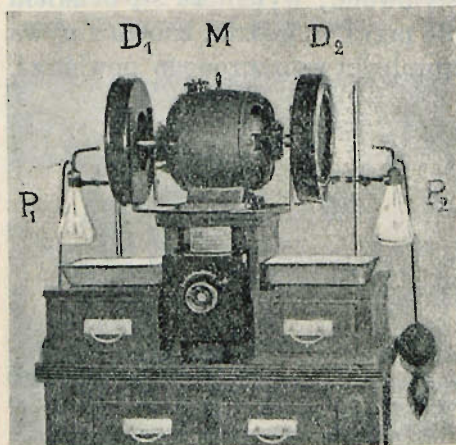
Polerowanie tlenkiem glinowym odbywa się na krążku wirującym, pokrytym suknom, który się zwilża zapomocą rozpylacza wodą z tlenkiem glinowym w zawiesinie.

Rysunek 20 przedstawia maszynę do polerowania o dwu krążkach, poruszaną motorem elektrycznym. Jeden krążek służy do polerowania, zaś drugi do wykańczania próbek.

Tlenek glinowy do polerowania przyrządza się w następujący sposób: 1 kg tlenku glinowego, wyżarzonego powyżej 1000°, następnie zmielonego starannie w młynku kulkowym (kulki stalowe, pomieszczone z proszkiem, umieszczone w naczyniu walcowatym, obracającym się około osi), lub potłuczonego w młódku, wysypuje się do flaszki około 20-litrowej, zawierającej wodę destylowaną. Wstrząsa się silnie flaszka, a następnie zostawia w spokoju przez 4 godziny (względnie 16 godzin), poczem dekantuje się zawiesinę i napełnia flaszka na nowo wodą destylowaną. Tę operację można powtarzać kilkakrotnie z tą samą porcją tlenku. Cieczy odlanej używa się wprost do polerowania.

Do polerowania stopów średniej twardości może służyć wodorotlenek glinowy, przyrządzony w bardzo prosty sposób (Robin, 1908). Amalgamuje się cienkie

plytki z glinu, wstrząsając je przez kilka minut we flaszce, napęlnionej rtęcią lub też zanurzając w roztworze chlorku rtęciowego. Płytki te, pozostawione na powietrzu, pokrywają się szybko włóknistymi kryształami wodorotlenku glinowego, łatwo dającymi się stłuc na bardzo drobny proszek.



Rys. 20 — Polerka systemu Dujardina.  
M — motor elektryczny; D<sub>1</sub> i D<sub>2</sub> — krążki wirujące; P<sub>1</sub> i P<sub>2</sub> — rozpylacze.

**Wytrawianie.** Wytrawianie odczynnikami powierzchni wypolerowanej ma na celu odróżnienie zapomocą zabarwienia rozmaitych składników stopu. Gdy mamy do czynienia ze stopem nowym, nie możemy kierować się żadną metodą ogólną przy jego wytrawianiu, gdyż właściwości chemiczne jego składników są nieznane. Szuka się więc próbując, aż się znajdzie najlepszy odczynnik.

Możemy zatem podać tylko wykaz odczynników, najbardziej używanych (Hudson, 1915).

- 1) Kwasy: azotowy, solny, fluorowy, siarkowy, chromowy i woda królewska, rozcieńczone stokrotną objętością wody.
- 2) Roztwory stężone amonjaku, sody żrącej i potasu żrącego.
- 3) Siarczek amonowy, chlorek żelazowy, chlorek miedziowy, tiosiarczany sodowy, azotan srebrowy i cyjanek potasowy w roztworze.
- 4) Pary wydzielane przez wodę bromową.

Odczynniki używane do wytrawiania stali i lanego żelaza zostały dobrane przez długoletnią praktykę. Oto najgłówniejsze z nich:

- 1) Roztwór alkoholowy kwasu pikrynowego czteroprocentowy (Igwsky, 1903) lub nasycony (Robin i Gartner, 1911).
- 2) Roztwór czteroprocentowy na objętość kwasu azotowego w alkoholu izoamylowym (Kurbatow, 1905).
- 3) Roztwór alkoholowy kwasu metanitrobenzolsulfonowego czteroprocentowy (Benedicks, 1909).
- 4) Roztwór alkaliczny pikrynianu sodowego czteroprocentowy (H. Le Châtelier, 1903) w temperaturze wrzenia.
- 5) Kwas azotowy stężony (Osmond, 1895), jodyna (Osmond, 1895), roztwór trójprocentowy na objętość kwasu azotowego w glicerynie (Speller, 1903), roztwór jednoprocenowy na objętość kwasu solnego w alkoholu absolutnym (Heyn, 1904), są obecnie rzadko używane, pomimo, iż dały zadowalające wyniki.



6) Żuźle są widoczne pod mikroskopem przed wytrawieniem (rys. 19 III). Aby je rozróżnić, można użyć jako odczynników (Matweiff, 1910) wodoru, pary wodnej przegrzanej lub kwasu winowego.

Wytrawiania dokonuje się w ten sposób, iż kładzie się zapomocą pręcika szklanego kroplę odczynnika na próbkę. Gdy odczynnik jest w roztworze alkoholowym należy uważać, by kropla nie rozlała się na szelak. Po chwili zmywa się próbkę wodą destylowaną, poczem suszy się ją w strumieniu powietrza zapomocą dmuchawki.

*Wytrawianie elektrolityczne*, podane przez H. Le Chateliera (1896), daje częstokroć dobre wyniki. Przepuszcza się prąd o natężeniu kilku miliamperów przez elektrolit, w którym jest zanurzona próbka. Jako elektrody służą dwa druty platynowe, anoda jest połączona z próbką. Jako elektrolitu używa się najczęściej chlorku lub siarczanu amonowego, tiosiarczanu sodowego oraz sody żrącej; ten ostatni odczynnik służy głównie do wykrycia fosforów w surowcu i stali (Coste).

Wytrawianie zapomocą *utleniania*, mianowicie przez ogrzewanie próbki oraz *wytrawianie przy polerowaniu* (Osmond), już wyszły prawie zupełnie z użycia.

## OBSERWACJA

**Wyniki wytrawiania.** W stopie niejednorodnym szybkość działania odczynników na poszczególne składniki jest niejednakowa i ta okoliczność pozwala je rozróżnić. Szuka się zazwyczaj takiego odczynnika, który, praktycznie biorąc, zabarwia tylko jeden składnik, pozostawiając drugi jasnym i na pozór nietkniętym. Niekiedy barwa produktów wytrawienia uwydatnia różnicę pomiędzy składnikami wytrawionymi.

W metalu lub stopie jednorodnym powstają wskutek wytrawienia wydrążenia w miejscach, gdzie się kryształy zrastają (rys. 3). Tłumaczy się zazwyczaj ten fakt obecnością zanieczyszczeń nierozpuszczalnych, które, znajdując się pomiędzy kryształami, ulegają najpierw działaniu odczynników. Metale, zwane czystymi, nie są bezwzględnie czyste, zawsze można w nich znaleźć ślady zanieczyszczeń. Niekiedy też wytrawianie uwidocznia bardzo nieznaczne szczeliny pomiędzy kryształami lub komórkami, powstałe przy skurczu.

Inne wytłumaczenie podają Rosenhain i Even (1912), którzy przyjmują istnienie amorfego cementu, łączącego kryształy i mniej odpornego na działanie odczynnika, niż one.

Niektóre odczynniki nadgryzają jedynie miejsca zrostu kryształów, nawet w stopie niejednorodnym. Tak się dzieje naprzykład, gdy kwas pikrynowy działa na stal; na próbce, która nam

służyła jako przykład, widać (rys. 19, IV), kryształy żelaza na tle szarem (perlit), gdzie jedynie miejsca zrostu są wygryzione.

Czasem w metalu lub stopie jednorodnym widać kryształy tak rozmaicie zabarwione, iż na podstawie mikrografji możnaby wnosić, że mamy do czynienia ze stopem niejednorodnym (rys. 21). Pochodzi to stąd, że kryształy, należące nawet do układu regularnego, nie mają jednakowych własności we wszystkich punktach; także szybkość reakcji chemicznej zmienia się zależnie od orientacji kryształu względem powierzchni wytrawianej. Ponieważ kryształy, należące do tej samej komórki, są skierowane jednakowo, przeto powodują one jednostajne zabarwienie komórki, które się najczęściej różni od zabarwienia sąsiednich komórek.



Rys. 21 — Krystaliczna budowa żelaza (Osmond, 1901). Pow. 500X.

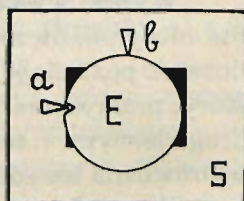
**Obserwacja próbek.** Obserwacja pod mikroskopem przed wytrawieniem ukazuje nie tylko jakość polerowania, ale także pewne właściwości budowy próbki, mianowicie jej porowatość, zawartość żużli, a także obecność twardych składników, występujących wypukle po wypolerowaniu.

Gdy budowa próbki jest zawiła, należy wykonać kilka wytrawień z rzędu w celu łatwiejszego rozróżnienia poszczególnych składników. Po pierwszej obserwacji poleruje się na nowo próbkę tlenkiem glinowym i wytrawia się ją innym odczynnikiem.

Le Grix (1907) podał bardzo proste urządzenie, służące do odszukania miejsca poprzednio obserwowanego, umożliwiające zatem dokładniejsze badania nad działaniem rozmaitych odczynników.

Do ruchomego stolika S, na którym spoczywa próbka, są przylutowane dwa ostrza *a* i *b*, jak to wskazuje rys. 22. Ostrze *a* wchodzi w delikatne nacięcie, zrobione piłką na próbce, która się wspiera o drugie ostrze *b*. Położenie próbki na płaszczyźnie stolika jest w ten sposób w zupełności oznaczone.

Powiększenie mikroskopu oznacza się w ten sposób, iż się zastępuje próbkę przez płytkę, na której są wyryte równo-



Rys. 22 — Urządzenie do nastawiania próbek. *E* — próbka położona na otworze stolika *S*; *a* i *b* — ostrza przylutowane do stolika.



ległe kreski, odległe od siebie o 0·01 mm. Odległość tych kresek, zmierzona w milimetrach na matówce i pomnożona przez 100 daje powiększenie.

**Obserwacja przy wysokich temperaturach.** Zjawiska zachodzące przy wysokich temperaturach, jak np. przemiany w stali, mogą być bezpośrednio obserwowane pod mikroskopem.

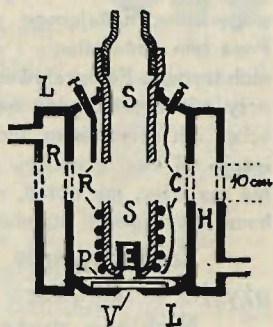
Oberhoffer (1909) używa w tym celu urządzenia, które pozwala na obserwację w próżni. Próbkę E (rys. 23) znajduje się w kwarcowej rurce S, otwartej od dołu i połączonej od góry z pompą pneumatyczną. Ogrzewanie próbki odbywa się zapomocą oporu elektrycznego R owiniętego dokoła rurki; temperaturę wskazuje ogniwo termo-elektryczne C. Próżnia wytworzona w rurce przenosi się na hermetycznie zamknięte metalowe naczynie L, ochładzane koszulą wodną H. Ażeby umożliwić obserwację próbki, dolną część naczynia zamyka płytka szklanna V, broniona od bezpośredniego promieniowania piecyka przez blaszkę platynową P.

Urządzenie to pozwala na ogrzewanie powyżej 1000°, lecz temperatura próbki nie jest zupełnie jednolita i zostaje tylko w przybliżeniu określona.

**Fotografja.** Zdjęcie fotograficzne robi się w sposób zwyczajny, zastępując po nastawieniu na ostro obrazu, matówkę płytą fotograficzną. Czas naświetlenia waha się w szerokich granicach (od kilku sekund do kilku minut) zależnie od oświetlenia, powiększenia oraz zabarwienia próbki. Ocenia się go w przybliżeniu z wyglądu obrazu na matówce. O ile możemy regulować oświetlenie, wybieramy go tak, by czas naświetlenia wynosił 15—20 sekund.

Wywoływanie powinno być dosyć powolne, by wydobyć wszystkie szczegóły (około 15 minut). Szczawian żelazawy, jako wywoływacz, daje dobre wyniki; bierze się mianowicie 100 cm<sup>3</sup> roztworu nasyconego obojętnego szczawianu potasowego, 25 cm<sup>3</sup> roztworu nasyconego siarczanu żelazawego i 5 cm<sup>3</sup> roztworu nasyconego bromku potasowego.

Dla fotografowania filjacji zbyt długich, by je można zdjąć na jednej płycie, nastawia się próbkę w ten sposób, by ruchem jednej tylko śruby mikrometrycznej stolika można było przesunąć cały obraz na matówce. Fotografje zdejmuję się kolejno, kręcąc wyżej wspomnianą śrubę; powinny one mieć części wspólne, by je można należycie złożyć w jedną całość.



Rys. 23 — Urządzenie Oberhoffera. E — próbka; S — rurka kwarcowa; R — opór elektryczny; C — para termo-elektryczna; L — naczynie metalowe; H — koszula wodna; V — płytka szklanna; P — blaszka platynowa 1/2 wielkości naturalnej.

Całą operację należy wykonać o ile możności szybko, używając źródła światła dostatecznie stałego i baczając, by czas naświetlenia był identyczny dla wszystkich klisz. Wywołuje się te klisze równocześnie i w tem samym naczyniu. Pozytywy się robi na papierze do wywoływania, zachowując te same ostrożności, jak przy negatywach.

*Fotografia kolorowa* stopów wykonywa się przy stosowaniu słabego kolorowego filtru, nadającego przez dopełnianie barw, zupełną białość użytemu światłu. Poza tem naświetlanie i wywoływanie klisz Lumièreowskich odbywa się zwykłym dla nich trybem. Fotografowanie w kolorach naturalnych nie ma jednak większego znaczenia przy mikrografji, gdyż najbardziej jaskrawe barwy, spotykane w stopach nie są właściwe ich składnikom, lecz pochodzą od cienkiej warstwy tlenków interferującej, zależnie od swej grubości, promienie świetlne rozmaitych kolorów. Fotografia kolorowa nie ma więc, jak dotąd, zastosowania praktycznego w mikrografji, poza kilku próbami dotyczącymi stopów fosforowych (Goerens, 1908; Revillon i Beauverie, 1908).

**Zastosowanie przemysłowe.** Mikrografja jest w pospolitem użyciu w fabrykach metalurgicznych.

Niekiedy może ona zastąpić sumaryczną analizę chemiczną, gdy niejednorodna budowa stopu zmienia się w znacznym stopniu wraz z jego składem i gdy znane jest postępowanie termiczne. Tak np. stosuje się ją do stali wyżarzonych, do twardych mosiądzów i do bronzów.

Mikrografja ma znaczenie analizy chemicznej precyzyjnej, gdy się jej używa np. do wykrycia żużli w stali lub tlenków w miedzi.

Najczęściej jednak żąda się od mikrografji wskazówek, dotyczących działania postępowania termicznego na budowę. Grubość ziarna w stopie, stopień i jednostajność zahartowania lub odpuszczenia stali, są to ważne czynniki, które można oznaczyć bezpośrednio tylko przez mikrografję.

## MAKROGRAFJA

Makrografja, zwana też makroskopją, polega na obserwacji gołym okiem linii wyżartych przez odczynnik na wygładzonej powierzchni stali. Praktykowana w XVIII wieku, została wskrzeszona przez Van Rutha (1872) i udoskonalona głównie przez Martensa, Heyna i Asta.

**Przygotowanie próbek.** Wielkość próbek makrograficznych może być bardzo znaczna, gdyż nawet kilkotonowe obiekty badano tym sposobem.

Powierzchnia mająca ulec badaniu, otrzymana po przecięciu piłą lub wystruganiu, zostaje wygładzona płótnem szmirglowem ziarnistym i, po starannem przepłukaniu wodą, wypolerowana płó-



tnem szmirglowem „potée”. Małe próbki trze się o płótno szmirglowe, duże próbki pozostają nieruchome i ulegają tarcu płótnem szmirglowem przyklejonem do deszczułki.

Czynność ta, dość długa, może być znacznie skrócona dla średniej wielkości próbek (do 15—20 cm szerokości) przez użycie polerki. Płótno szmirglowe P (rys. 24) sklezione końcami zostaje napięte, na podobieństwo pasa transmisyjnego na dwa koła pędzące A i A'. Podczas ruchu pas ten, naprężony rolką R, ślizga się na żelaznym stoliku S.

Wystarczy zlekka przycisnąć próbkę o stół, by zapewnić polerowanie.

Całokształt tego urządzenia przedstawia rys. 25, gdzie polerka D<sub>1</sub> służy do wygładzania szmirgłem ziarnistym, zaś D<sub>2</sub> do wykończenia szmirgłem odmulonym. Energji dostarcza motor elektryczny M, którego prędkość obrotową redukuje znacznie transmisja T.

Polerowanie próbek szmirgłem wystarcza, gdy wytrawianie ma się odbywać odczynnikami kwasowym lub sodowym. Polerowanie tlenkiem glinowym okazuje się niezbędnem jedynie przed użyciem odczynnika miedziowego, pozwalającego na obserwację mikrograficzną równocześnie z makrograficzną.

### Odczynniki i wytrawianie.

Odczynniki używane przy makrografji podzielone być mogą na kwasowe, jodowe i miedziowe.

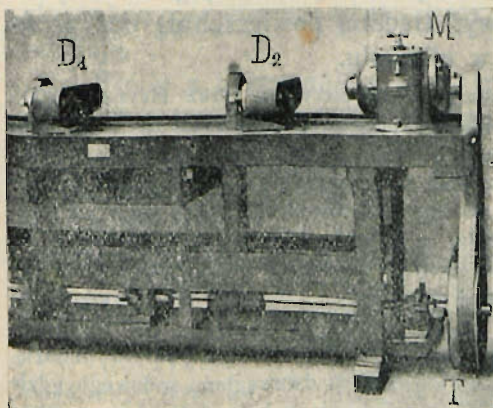
Najstarszemi i najbardziej używanemi są odczynniki *kwasowe*. Względna taniość pozwala na ich używanie przy dużych obiektach.

Są one nader liczne, gdyż prawie wszystkie silniejsze kwasy mogą być użyte jako odczynniki przy makrografji. Najczęściej używa się

- |    |            |       |                      |
|----|------------|-------|----------------------|
| 1o | kwas solny | w 30% | stężeniu na objętość |
| 2o | „ siarkowy | w 20% | „ „ „                |



Rys. 24 — Schemat polerki. P — płótno szmirglowe, A i A' — koła pędzące. R — rolka naprężająca. D — stolik.



Rys. 25 — Urządzenie do polerowania próbek makrograficznych. D<sub>1</sub> i D<sub>2</sub> — polerki; M — motor; T — transmisja; 1/30 wielkości naturalnej.

Działanie kwasów zwraca się, w żelazie i stali, głównie na zanieczyszczenia oraz na części zgniecione przy obróbce. Nagryzienie jest dość głębokie, tak że zagłębienia dochodzą do 1 mm. Próbki pozostają, zazwyczaj w ciągu kilku lub nawet kilkunastu godzin w naczyniach z kwasem; czasem, dla przyśpieszenia reakcji, odbywa się wytrawianie przy 30°—40°.

Obiekty, zbyt ciężkie do przenoszenia, zostają zaopatrzone w obramowanie z woskuokoła badanej powierzchni, która tworzy wtedy dno naczynia napełnionego kwasem.

Odczynniki jodowe działają w sposób podobny do kwasowych, lecz powodują mniej głębokie i bardziej subtelne wytrawienie. Jodu używa się albo w roztworze alkoholowym, albo w obecności jodku potasowego. Stosowane są przeważnie odczynniki o następującym składzie:

- 1° roztwór nasycony jodu w alkoholu etylowym (tinctura iodi)
- 2° roztwór wodny o 20% jodku potasowego i 10% czystego jodu.

Zwłaszcza ten drugi odczynnik daje zupełnie zadowalające wyniki. Odczynniki jodowe smaruje się pędzlem po próbce; po kilku minutach znika ciemne zabarwienie jodu z powodu jego zmiany na prawie bezbarwny jodek żelazowy. Badaną powierzchnię oczyszcza się kawałkiem waty zmoczonej w alkoholu.

Odczynniki miedziowe użyte zostały po raz pierwszy przez Heyna (1906), który stosował 9% roztwór chlorku miedziowo-amonowego; wytrawianie trwało zaledwie kilka minut.

Rosenhain i Hughton (1914), następnie zaś Stead (1915), udoskonalili ten odczynnik. Le Chatelier i jego współpracownicy zastosowali elektrolizę po użyciu odczynników miedziowych rozmaitego składu, z których, jako przykład, podamy następujący (Le Chatelier i Dupuy, 1917): alkohol etylowy 95° — 100 cm<sup>3</sup>; woda destylowana — 10 cm<sup>3</sup>; chlorek miedziowy krystaliczny — 1 gr; kwas pikrynowy — 0,5 gr; kwas solny stężony — 2 cm<sup>3</sup>.

Gdy wytrawiana powierzchnia prawie całkowicie zostaje pokryta miedzią, wprowadza się próbkę, jako anodę, do 10% roztworu dwuwęglanu sodowego, gdzie pod wpływem prądu o 0,1 ampera pokład miedzi, w ciągu kilku sekund rozpuszcza się lub utlenia.

Odczynnik miedziowy, w ten sposób stosowany, działa głównie na ferryt, który, zabarwiony na czarno, występuje na szarem tle perlitu. Zanieczyszczenia stali ulegają działaniu odczynnika bardziej aniżeli czyste żelazo i zostają wyraźnie uwidocznione, zwłaszcza gdy zawierają fosfor.

Odczynniki miedziowe stosowane są głównie do małych próbek, gdyż wymagają polerowania wykończonego tlenkiem glinowym, jak do mikrografji.

**Fotografja.** Fotografje makrografij wykonywa się przeważnie wielkości naturalnej lub w zmniejszeniu. Zwykły aparat fotografi-



czny, ustawiony pionowo, może służyć w tym celu, dogodniejszym jednak jest użycie kamery poziomej, odjętej np. od mikroskopu Le Chateliera.

Obiektyw fotograficzny A (rys. 26) łączy się wtedy z kamerą F za pośrednictwem odbijającego całkowicie pryzmatu P; lampa łukowa N oświetla fotografowaną próbkę E.

**Zastosowanie.** Makrografia ma na celu: 1) sprawdzenie jednorodności wyrobów otrzymanych z bloków lanej stali, 2) sprawdzenie sposobu obróbki.

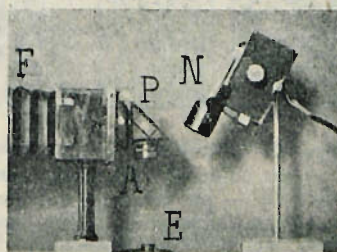
Przy zestalaniu się stali zanieczyszczenia, mianowicie siarczki i fosfory, krzepną na ostatku w środku sztaby, jak to pokazuje rysunek 27.

Owa budowa niejednorodna zachowuje się w produktach walcowania sztab, jak to widzimy na rysunku 28. Zdrowa powłoka jest tam nawet stosunkowo cieńsza, gdyż straty przy walcowaniu na niej się odbijają.

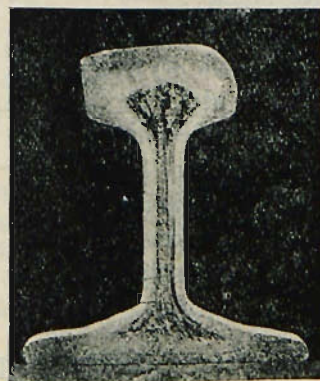
Próby z nagryzaniem mogą również wykazać szczeliny spowodowane przez jamę odlewnianą (dziura, tworząca się w bloku przy krzepnięciu stopu) spłaszczoną przy walcowaniu. Na poprzedniej makrografii widzimy dwie takie szczeliny.

Odczynnik miedziowy jeszcze subtelniej i głębiej wykazuje niejednorodność stali. Mianowicie przy krzepnięciu stali pierwszej osadzone kryształy bardziej są czyste od następnych i mogą być uwidocznione

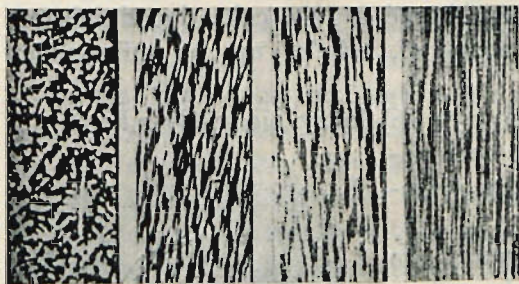
jako białe dendryty na ciemnym tle (rys. 29). Pod wpływem walcowania wydłużają się one coraz bardziej, wskazując w przybliżeniu stopień wydłużenia bloku.



Rys. 26 — Urządzenie do fotografowania makrografij. E — próbka; A — obiektyw; P — pryzmat; F — kamera fotograficzna; N — lampa.  $\frac{1}{15}$  wielkości naturalnej.



Rys. 27 i 28 — Zanieczyszczenia w stali. Na lewo: makrografia poprzecznego przekroju bloku lanej stali; na prawo: makrografia szyny (Ast, 1906).



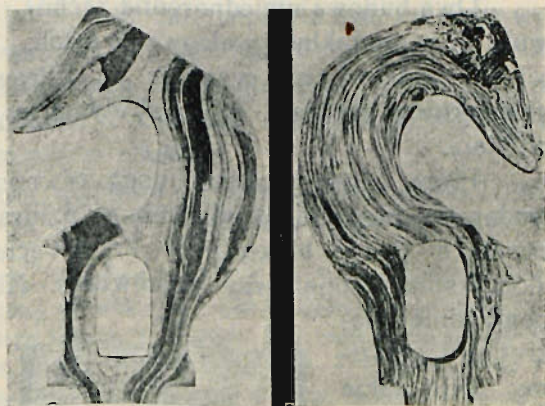
Rys. 29 — Wpływ walcowania na budowę stali. I — po odlaniu; II — po pierwszym walcowaniu; III — po drugim walcowaniu; IV — po trzecim walcowaniu. Każde walcowanie powiększa pięciokrotnie pierwotną długość (Charpy i Bonnerot, 1917)

czywistości wykuty, ale nie z jednego kawałka, gdyż na jego końcu widać miejsce zgrzewania. Hak z lewej został, wbrew zamówieniu, wycięty z blachy stalowej i widać na nim jeszcze linie deformacyjne powstałe przez walcowanie tej blachy.

Próby makrograficzne wykonywują regularnie niektóre fabryki i zarządy kolei w Niemczech i w Szwajcarji. We Francji i w Anglii weszła makrografja w użycie głównie od czasów wojny.

Sposób fabrykacji (wytłaczanie, kucie, walcowanie) uwidoczniają nam linie pochodzące z odkształceń, jakich metal doznał podczas obróbki (linie wypływu). Linie te wychodzą na jaw przez nagryzienie.

Rysunki 30 i 31 pokazują nam makrografję haków do szczepiania wagonów, które, według zamówienia, miały być kute. Hak z prawej strony został w rze-



Rys. 30 i 31 — Makrografja haków do szczepiania wagonów. Na lewo: hak wycięty z blachy. Na prawo: hak wykuty (Frémont, 1908).

## WYKAZ PRAC CYTOWANYCH W ROZDZIAŁACH I i II

Ast. — *Assoc. intern. pour l'essai des matériaux, Congrès de Bruxelles, 1906*, sprawozdanie: 36 l.

Beauverie i Revillon, patrz Revillon i Beauverie.

Benedicks. — *Revue de Métallurgie*, 6 — 868 — 1909.

— *Métallurgie*, 6 — 320 — 1909 (oświetlenie mikroskopu).

Bonnerot i Charpy, patrz Charpy i Bonnerot.

Cartaud i Osmond, patrz Osmond i Cartaud.



- Charpy i Bonnerot. — *C. R.* 165 — 536 — 1917 (odczynniki miedziowy).
- Charpy i Grenet. — *Bull. Soc. Encour.* 1903, I, str. 464 i 882; *C. R.* 134 — 598 — 1903.
- Dejean. — *Bull. Soc. Intern. des Electriciens* (3) — 4 — N 31 — 1914.
- Dupuy i Le Chatelier, patrz Le Chatelier i Dupuy.
- Ewen i Rosenhain, patrz Rosenhain i Ewen.
- Frémont. — *Revue de Métall.* 5 — 649 — 1908 (Makrografja).
- Gartner i Robin, patrz Robin i Gartner.
- Goerens. — *Metallurgie*, 5 — 19 — 1908 (Fotografja kolorowa).
- Grenet i Charpy, patrz Charpy i Grenet.
- Guertler. — *Metallurgie*, 6 — 651 — 1909 (Mikroskop).
- Heyn. — *Verh. d. Ver. zur Bef. d. Gewerbefleisses*, 1904 str. 355; *Assoc. intern. pour l'essai des matériaux Congrès de Bruxelles*, 1906, sprawozdanie 6 l.
- Hudson. — *Journ. of Inst. of Metals*, 13 — 193 — 1915 (Odczynniki).
- Hughton i Rosenhain, patrz Rosenhain et Hughton.
- Igowsky. — *Stahl u. Eisen*, 23 — 120 — 1903 (Kwas pikrynowy, cytuję pikrynian sodowy Le Chateliera).
- Kurbatoff. — *Revue de Métall.* 2 — 169 — 1905; 3 — 648 — 1906.
- Le Chatelier H. — *Revue générale des Sciences*, 6 — 529 — 1895.
- *Bull. Soc. Encour.* 1896 str. 559 (wytrawianie elektrolityczne).
- *Bull. Soc. Encour.* 1900, 2-gie półr., str. 365; *Contribution à l'étude des alliages*, Paris, 1901, str. 421; *Revue de Métall.* 2 — 528 — 1905 (mikrografja, filijacje).
- Le Chatelier i Dupuy. — *C. R.* 165 — 350 — 1917 (odczynniki miedziowy).
- Le Grix. — *Revue de Métall.* 4 — 1026 — 1907 (L. Guillet); 8 — 335 i 613 — 1911.
- Martens. — *Zs. des Ver. d. deutsch. Ing.* 21 — 11, 205 i 481 — 1878; 24 — 397 — 1880.
- Matwieff. — *Revue de Métall.* 7 — 447 i 848 — 1910.
- Oberhoffer. — *Metallurgie*, 6 — 554 — 1909 (Mikroskopja przy wysokich temp.).
- Osmond. — *Bull. Soc. Encour.* 1895 str. 480; *Contribution à l'étude des alliages*, Paris, 1901, str. 277 (uzupełnienie).
- Osmond i Cartaud. — *Revue de Métall.* 4 — 819 — 1907.
- Osmond i Werth. — *Annales des Mines*, (8) — 8 — 5 — 1885.
- Perret J. J. — *Mémoire sur l'acier*, Paris, 1779, str. 15.
- Réaumur. — *L'art de convertir le fer forgé en acier*, Paris, 1722.
- Revillon i Beauverie. — *Revue de Métall.* 5 — 885 — 1908.
- Robin i Gartner. — *Revue de Métall.* 8 — 224 — 1911.
- Roozeboom B. — *Zs. f. phys. Chem.* 30 — 385 — 1899.
- Rosenhain i Ewen. — *Journ. Inst. of Metals*, 8 — 149 — 1912.
- Rosenhain i Hughton. — *J. of Iron a. Steel Inst.* 89 — 515 — 1914.
- Sorby. — *Sheffield literary a philosophical Society*, luty 1864.
- Speller. — *Metallographist*, 6 — 264 — 1903.
- Stead. — *Revue de Métall.* 12 — 621 — 1915.
- Tchernoff. — *Metallographist*, 2 — 74 — 1899.
- Van Ruth. — *Berg- u. Hüttenmännische Zeitung*, Leipzig, 1872.
- Werth i Osmond, patrz Osmond i Werth.