

Рекристаллизация железа.

(Из Института Прикладной физики при Т. Т. И.).

С 3 чертежами и 8 микрофотографиями.

I. Краткая история вопроса.

Рост или уменьшение зерна металла под влиянием нагревания называется рекристаллизацией. Этот процесс особенно хорошо протекает в случае химически и технически чистых металлов, представляющих из себя собрание микроскопических кристаллов с неправильными гранями (кристаллиты). В сплавах это явление значительно искажается.

Возможность управлять ходом рекристаллизации в желаемом направлении чрезвычайно важна для практики, имеющего дело со штамповкой в холодном виде, сопровождающейся последующим отжигом и другими аналогичными работами. Незнание условий рекристаллизации ведет к значительным лишним издержкам в производстве, благодаря браку изделий. В некоторых случаях даже и не подозревают, что складки, неравномерная вытяжка и пр. при работе на прессе или давальном станке зависят от грубо кристаллической структуры металла.

Начавшаяся в жидком металле кристаллизация идет из некоторого числа центров со скоростью, зависящей от природы металла и условий застывания. Границы кристаллов при этом остаются плоскими лишь в виде исключений; неизбежно они искривлены и неправильны. В случае очень медленного охлаждения при застывании болванки в десятки тонн весом, могут образоваться кристаллы в несколько кубических сантиметров объемом; обычно их размеры не превосходят долей кубического мм.

Физические и механические свойства куска металла очень тесно связаны с величиной кристаллитов, из которых он состоит. Кристаллиты весьма близко соприкасаются между собой; они как бы склеены чрезвычайно тонким слоем связывающего вещества, природа которого до сих пор не определена с достаточной ясностью. Если полагать, что из расплавленной массы выкристаллизовывается чистый металл, то эта междукристаллитная прослойка будет содержать примеси, бывшие в виде эмульсии или в взвешенном виде. Те доли процентов посторонних веществ, от которых не свободен самый чистый металл, дадут сплав весьма сложного состава. По Тампалл прослойка представляет из себя сложную эвтектику¹⁾. Обычно эта прослойка прочнее самих кристаллитов и разрушение всегда проходит через кристаллиты.

Напряжение выше предела упругости действует на перегруппировку кристаллитов в металлическом образце весьма различно в зависимости от природы металла. В случае железа, цинка, олова, кадмия, свинца сначала поворачиваются кристаллиты, затем уже в них появляются простые или двойниковые сдвиги. У меди и золота сдвиги в кристаллитах предшествуют их поворачиванию. У алюминия и серебра оба явления наблюдаются одновременно²⁾. Поворачивание кристаллов и появление трещин в них легко заметить, если сжимать металлическую пирамиду с зеркально-полированными гранями. Под микроскопом очень хорошо заметны все изменения поверхности, соответствующие напряжению в данном сечении.

В виду такой двойственности деформаций, физические свойства металла не могут рассматриваться независимо от величины зерна. Численное значение любого модуля не имеет абсолютной ценности, по скольку не указана величина зерен образца или направление кристаллографических осей, если образец представляет из себя одиночный кристалл.

Рост кристаллитов в чистом металле зависит не только от определенных температурных условий, но и от предшествовавшей механической обработки в холодном состоянии. По Carpenter³⁾ рекристаллизация не будет происходить в металле, если он не подвергался пластической деформации и не нагрет до определенной температуры. Очень интересно указание Fraenkel⁴⁾ на то, что отлитые и очень медленно охлажденные образцы из золота при последующем нагреве не давали явлений рекристаллизации, в то время как тот же металл при отливке на холодную пластинку показывал рост зерен. Повидимому, внутренние напряжения, возникшие вследствие быстрого и неравномерного остывания, в последнем случае дали толчок к рекристаллизации.

Весьма вероятно, что болванка литого металла, очень медленно охлажденная, не сможет изменить величину зерна при последующих нагревах.

До последнего времени многие исследователи изучали рекристаллизацию, не обращая внимания на предварительную механическую обработку кусков металла, из которого изготовлялись образцы. На рекристаллизацию железа, прокатанного в холодном виде, обратил внимание одним из первых Neun⁵⁾. Однако влияние степени деформации не было точно учтено. Образцы из прокатанного литого железа нагревались при температурах 417°, 616°, 960°. Увеличение площади видимого на шлифе зерна доходило при этом до 300% первоначальной величины. Следующей по времени работой, касающейся рекристаллизации железа, является исследование Joisten⁶⁾ над ростом кристаллитов в нагревавшихся в пустоте образцах из проволоки. Результаты этих опытов крайне любопытны. Кривые зависимости роста кристаллитов от продолжительности нагрева давали возможность надеяться, что рост этот при определенных температурах прямо пропорционален времени нагрева и пределов ему нет. Но более поздняя работа Benson и Tompson⁷⁾ дала совершенно иные результаты. У последних авторов кривые увеличения размеров кристаллитов железа после нагрева в течение известного промежутка времени превращались в прямые, параллельные оси времени. Железо, повидимому, приходило в какое-то нормальное состояние и теряло способность к дальнейшей рекристаллизации.

Рекристаллизацией деформированного железа интересовался, между прочим Robin⁸⁾. С железом по сравнению с другими металлами у него получались пестрые результаты, не давшие основы для определенных выводов. Charpell⁹⁾ изучал рекристаллизацию проволоки с остаточными деформациями, заданными протяжкой. Наиболее важными факторами для роста зерна в железе он считает время и температуру. Повышение содержания углерода в железе сверх 0,1% сильно замедляет рост кристаллитов, представляющий большую опасность в смысле порчи изделия.

Последнее обстоятельство заставило многих инженеров-практиков заняться вопросом о влиянии пластической деформации, температуры и продолжительности нагрева, а также химического состава, главным образом железных изделий, на ход рекристаллизации в них. Почти одновременно появились чисто практические работы Sherry¹⁰⁾ и White¹¹⁾, касающиеся причин роста зерен в железе и стали при отжиге после холодной штамповки и рекристаллизации котельных труб.

Sherry, изучая явление с точки зрения заводского инженера, дает ряд советов, как избежать опасного роста зерен и связанного с ним понижения качества металла. Из его выводов наиболее интересны:

I. Рост зерен в стали с малым содержанием углерода имеет место внутри известных пределов деформаций и внутри определенных температурных областей.

II. Область температур, при которых возможен рост зерен, охватывает 650° — 900° .

III. Наибольший рост кристаллитов соответствует пластической деформации в 9% (относительное сжатие или удлинение).

IV. Нет серьезного роста кристаллитов в стали с содержанием углерода более 0,15%.

Профессор А. Е. White, выясняя причины изменения котельных трубок водотрубного котла с содержанием углерода 0,113%, пришел к мысли, что имеет дело с рекристаллизацией. Из его заключений обращают на себя внимание:

I. В стали процесс рекристаллизации проходит чрезвычайно быстро. Выше 700° и ниже критической точки A_3 (910°) он протекает в течение долей минуты.

II. Мягкая сталь, подвергавшаяся напряжению выше предела упругости, находится в устойчивом равновесии лишь при обыкновенной температуре.

Наиболее полно охватил вопрос о влиянии степени пластической деформации, температуры и времени нагрева на рост зерен в электролитическом и техническом железе Oberhoffer в ряде небольших, но обстоятельных работ^{12) 13) 14)}. Он деформировал при помощи сжатия на прессе призматические и цилиндрические образцы. Относительные уменьшения высоты в % от первоначального значения последней служило показателем степени деформации. Деформации лежали в пределах от 5—75%. На основании первых двух работ Oberhoffer выставил положение, что 10% деформация соответствует максимальному росту кристаллитов. Вывод этот находился в согласии с более поздними наблюдениями Sherry¹⁵⁾ и Pomr¹⁶⁾.

Последняя по времени работа Oberhoffer¹⁴⁾ дает наибольший рост при деформации в 5% и температуре нагрева 870° . Влияние времени на рекристаллизацию, по мнению автора, не велико: весь процесс заканчивается в течение первого полчаса.

II. Опыты с листовым железом.

Нам было весьма интересно подойти к вопросу о природе междукристаллитной прослойки и свойствах металла в зависимости от величины кристаллитов. Являлась необходимость предварительно изучить условия рекристаллизации металла. Авторы проделали ряд опытов над техническим алюминием, оловом и техническим железом. Изложение последних является содержанием настоящей работы. Изучение рекристаллизации именно железа важно, как было уже указано, и с чисто практической стороны. Опыты были поставлены с листовым железом, доставленным с Лысьвенского завода, и железной проволокой Ревдинского завода. Мы хотели иметь материал, в котором рекристаллизация, имевшая место во время отжига, как результат остаточных деформаций при прокатке, протекла полностью. Такой материал, по положению Carpenter, не должен менять величины зерен при нагреве.

Листы железа, идущие на Лысьвенском заводе на изготовление цельнотянутой посуды, травятся в серной кислоте для удаления покрывающей их окалины, промываются водой и отжигаются. При чем для отжига они складываются в мокром виде пакетами, весом около 1000 кг., закрываются чугунными колпаками, засыпаются песком, нагреваются в печи до 950% и медленно охлаждаются. Операция отжига и медленного остывания продолжается свыше

28 часов. После отжига листы приобретают замечательную пластичность и сохраняют серебристо-белый цвет, получившийся от травления. Рекристаллизация в обработанных таким образом листах, повидимому, прошла полностью.

Анализ заводской лаборатории дает содержание примесей: $C = 0,09\%$, $P = 0,05\%$, $Si = 0,10\%$, $Mn = 0,55\%$. Анализ авторов на углерод (весовым методом) дал содержание $C = 0,08\%$.

В виду наличия механической обработки при изготовлении образцов (фрезеровка) приходилось прибегать к дополнительному отжигу для уничтожения влияния пластических деформаций, вызванных фрезой на кромках образца.

Чистое железо имеет четыре кристаллических состояния, каждому из которых соответствуют строго определенные температурные границы. Westgren¹⁷⁾ помощью метода Debye и Scherer показал, что железо в пределах, так называемых, α , β и δ областей имеет пространственно-центрированную кубическую решетку. При переходе β — железа в γ — железо решетка меняется на центрированно-гранную. Переход из α — железа в β имеет место при 769° из β в γ при 910° и из γ в δ при 1425° . Раз переход α — железа в β — железа не сопровождается переходом пространственной решетки кристаллитов из одной системы в другую, то и кристаллиты при этом не должны разрушаться. Другое дело с превращением β — железа в разновидность γ и γ в δ ; разрушение кристаллитов в этом случае неизбежно. Westgren употреблял при опытах проволоку сравнительно небольшого диаметра (0,3 мм.), и величина ее зерна имела большое влияние на четкость фотограммы, получаемой в камере Debye. Таким образом встречалась необходимость в разрушении вредной крупно-кристаллической структуры. Действительно быстрый переход из области β в область γ — железа и из γ в δ или наоборот (при остывании) разрушал большие кристаллиты и приводил материал к определенному состоянию.

Из этого вытекает невозможность получения очень больших кристаллитов γ и δ — железа; при остывании и переходе критических точек эти кристаллиты должны разрушаться. Величина образовавшихся из обломков зерен α и β — железа будет, повидимому, зависеть лишь от скорости охлаждения после точки перехода γ — железа в β . Поэтому все явления рекристаллизации, связанные с ростом больших кристаллов, приходится изучать в пределах существования α и β — железа. Переход из α в β и обратно не ведет за собой разрушение зерен, образовавшихся внутри одной из этих областей.

Низшая температура, при которой еще наблюдается рост зерен в железе, лежит в пределах 500° — 600° . Можно думать, что на высоту этой температуры существенное влияние оказывают количества находящихся в металле примесей.

Рекристаллизация требует известного промежутка времени, величина которого зависит от высоты температуры нагрева и степени пластической деформации. Влияние времени недостаточно выяснено, как это указывалось при перечислении работ.

Почти все авторы имели дело с пластической деформацией сжатия. Мы решили образцы из листового железа растягивать. Растяжение при достаточной длине образца дает равномерное распределение напряжений в поперечных сечениях образца, чего нельзя сказать про сжатие. Чтобы выяснить хотя бы часть условий наиболее благоприятных для рекристаллизации, решено было две серии образцов с деформацией от 2 до 20% (на длине 65 мм.) нагревать при температуре практически максимальной для α железа в течение 25-ти часов.

Образцы имели размеры параллельной части: длина 65 мм., ширина — $7,75 \pm 0,05$ мм. и толщина $0,55 \pm 0,2$ мм. Для уничтожения следов обработки образцы обжигались в течение полчаса при 890° и два часа при 740° ; охла-

ждались вместе с печью. Нагревание велось в печах Hereus с платиновым сопротивлением, температура измерялась предварительно выверенным пирометром Лешателье. Точки A^1 , A^2 и A^3 определялись для каждого сорта железа. Переходить при отжиге в область γ — железа не было большой необходимости, т. к. железо еще на заводе подвергалось полной рекристаллизации, а механическая обработка затронула только частично поверхностный слой. Нагрев контрольных (неотожженных) образцов и отожженных, но не доформированных, это вполне подтвердил.

Чтобы избежать поверхностного окисления, пачка образцов помещалась в фарфоровую пробирку, засыпалась железными опилками из того-же железа. Пробирка замазывалась глиной. Этот метод оказался очень подходящим при всех операциях тепловой обработки, которым подвергались образцы. Поверхность их совершенно не окислялась и после 25-ти часового нагрева имела прежний серебристо-белый цвет.

Через 5 часов нагрева от каждого образца была отрезана некоторая часть для изготовления шлифа; эта операция была повторена через два промежутка по 10 часов. Шлифы травились 1% раствором азотной кислоты в воде.

Определение средней величины видимой площади на шлифе зерен производилось следующим способом. В проекционном микроскопе Цейсса с освещением дуговой лампой вместо матового стекла вставлялось обыкновенное. На прозрачной бумаге, наложенной на это стекло, получалось изображение шлифа при желаемом увеличении. Карандашом от руки на бумаге обводился контур, заключающий некоторое количество зерен. Площадь контура, измеренная планиметром и деленная на число содержащихся в ней зерен, давала очевидно увеличенную в определенное число раз площадь одного зерна. Подобная операция проделывалась с каждым шлифом 3 — 5 раз. Разница в величине зерен, за исключением образцов с очень крупными кристаллами (порядка $3 \times 10^6 \mu^2$), для одного и того же шлифа не достигала больших значений. Во всяком случае отклонения не превосходили 5 — 8%.

Результаты опытов представлены на таблице 1.

Таблица 1.

Образцы из листового железа.

Средняя величина зерна в отожженном образце 3800—4000 μ^2 .

№№.	Удлинение %	Площадь зерна в 1000 μ^2 после нагревания в течение:			Примечания.
		5 часов.	15 часов.	25 часов.	
1	2	3.8	3.7	3.7	
2	4	6.0	7.0	6.9	
3	5.5	8.0	8.0	8.0	
4	6.5	1000	3500	19400	
5	8	1000	3700	4960	
6	10	193	—	310	
7	12	59	128	262	
8	14	58	160	124	
9	20	6.5	—	7.3	
10	0	4.0	4.2	4.0	Контрольный образец.

Температура нагрева $740^{\circ} \pm 5^{\circ}$.

На фотогр. 1, 2, 3 и 4 представлены увеличенные в $4\frac{1}{2}$ раза части образцов №№ 2, 4, 5 и 7.

Образцы растягивались на машине Амслера, при чем нагрузка выдерживалась в течении 1 минуты.

Очень большие кристаллы растут в области пластической деформации в 6—8%. До 12% возможно появление грубо кристаллической структуры. Контрольный образец, вырезанный из листа и не подвергавшийся растяжению, не показал даже после двадцатипятичасового нагрева явлений рекристаллизации. Тоже можно сказать и относительно деформации в 2%.

Влияние времени в области роста очень больших кристаллитов очень велико, как это видно в таблице 1. Повидимому, рекристаллизация в этом случае требует очень больших промежутков времени. В остальных случаях можно, пожалуй, считать, что часовой нагрев при благоприятной температуре вполне достаточен для полной рекристаллизации.

Контрольные опыты показали, что получение крупных кристаллитов в этом железе возможно в интервале пластических деформаций 6—7% при тех же температурных условиях.

Непосредственная зависимость между степенью пластической деформации и состоянием кристаллитов образца заставляет думать о тесной связи рекристаллизации с поворачиванием кристаллитов и последующими сдвигами внутри их. Уже упоминалось, что железо принадлежит к числу металлов, в которых внешние силы (растяжение, сжатие) вызывают сначала вылезание кристаллитов на полированной поверхности образца, а затем сдвиги внутри их. Двойниковые сдвиги в железе появляются лишь в виде исключения, тогда как, например, в меди от двойников невозможно избавиться¹⁸⁾.

Мы сделали следующую попытку связать поведение зерен металла с пластической деформацией под влиянием растяжения образца. Из листового железа, служившего для опытов, был вырезан образец в виде трапеции с соответствующими заплечиками для захватывания разрывающим приспособлением. Трапецевидная часть была тщательно отполирована и разделена параллельными основанию линиями, отстоящими друг от друга на 2 мм. Для контроля возможного перекоса были нанесены кроме оси еще две параллельные последней линии из углов малого основания.

После разрыва этого образца изменившиеся деления были измерены под микроскопом и сравнены с первоначальными.

На полированной поверхности при небольшом (около 100) сравнительно увеличении ясно видны вылезшие из поверхности кристаллиты, граница повернувшихся зерен и оставшейся без изменения части, сдвиги внутри кристаллов. Цифровые данные даны в таблице 2-й, а микрофотографии на фотогр. 5, 6, 7 и 8.

Увеличение микроскопа: 65 делений соответствуют 2.00 мм.

Первая микрофотография представляет место с ясно выраженным весьма характерным выпучением кристаллитов: рисунок напоминает слабо протравленный шлиф железа—границы отдельных зерен начали намечаться. Затем они выявляются яснее. Рисунок 6 дает представление об области деформаций около 12%. Почти каждый кристаллит покрылся складками, свидетельствующими о сильных внутренних сдвигах. На фотографии 7-й это явление представлено в более крупном масштабе.

Начало единичного поворота кристаллитов наблюдается впервые при деформации в 1—1 $\frac{1}{2}$ %. Массовому поворачиванию кристаллитов с резким обозначением их границ соответствует деформация 3—4%. Отдельные случайные сдвиги заметны начиная с 5%. При 12—14% нет ни одного цельного кристаллита. Таким образом становится ясным то обстоятельство, что росту кристаллитов должна предшествовать деформация, при которой еще нет

Таблица 2.

Промежутки.	Левая сторона.				Средняя линия.				Правая сторона.				Поведение кристаллитов на средней линии.
	Число делен. в промежут.		Разность.	Удлинение %.	Число делен. в промежут.		Разность.	Удлинение %.	Число делен. в промежут.		Разность.	Удлинение %.	
	До	После.			До	После.			До	После			
	Растяжен.		Растяжен.		Растяжен.		Растяжен.		Растяжен.				
1	65	65	—	—	65	65	—	—	66	66	—	—	
2	67	68	1	1.5	65	66	1	1.5	65	66	1	1.5	Начало поворота кристаллитов.
3	63.5	65	1.5	2.4	64	65.5	1.5	2.4	64.5	66	1.5	2.3	
4	65	68	3	4.4	65.5	68	2.5	3.9	66	68	2	3.0	В 4 промежутке все кристаллиты повернулись.
5	68	71	3	4.3	66	69	3	4.5	62	65	3	4.8	В начале 5 промежутка единичные сдвиги.
6	64	68	4	6.3	65	69	4	6.2	66	10.5	4.5	6.8	
7	64	69	5	7.8	63	68	5	7.9	65	71	6	9.2	Во всех кристаллитах заметны сдвиги.
8	63.5	71.5	8	12.7	63	70	7	11.1	66	75	9	13.6	
9	65	—	—	—	63	74	11	17.5	66	—	—	—	
10	65	—	—	—	64	—	—	—	65	—	—	—	Разрыв между 9 и 10.

сдвигов внутри кристаллитов. Сильно деформированные зерна не будут расти; они дадут почву для образования небольших кристаллитов. Шлиф того же железа, протравленный водным раствором азотной кислоты, дан на фотографии 8-й. Ясно выраженная сетка зерен феррита вполне соответствует границам кристаллитов на фот. 5—6.

III. Опыты с проволокой и влияние обезуглероживания.

Опыты с проволокой имели целью проверку указанных положений для металла с несколько иным содержанием углерода. Кроме того нам хотелось связать температуру нагрева, степень пластической деформации и величину полученного после рекристаллизации зерна; выяснить по возможности точнее условия получения крупно-кристаллических образцов. Затем нас интересовал вопрос о влиянии выгорания углерода на рост больших кристаллов и рекристаллизацию вообще. Некоторые исследования, затрагивающие этот вопрос, показывают, что наблюдающееся под влиянием нагревания при наличии некоторых благоприятных обстоятельств выгорание примесей, выделение растворенных газов, их диффузия и пр., само по себе способствует рекристаллизации. Комбинация этих изменений с остаточной деформацией, возможно, усиливает влияние последней.

Может быть, Joisten⁶⁾, нагревавший в вакууме образцы из железной проволоки, наблюдал рекристаллизацию под влиянием выделения растворенных

в металле газов. Это обстоятельство не было учтено, и получились весьма интересные, но не подтвержденные другими исследователями результаты⁷⁾. Bready¹⁹⁾ приводит случай выделения чрезвычайно больших зерен феррита из гипоэвтектической стали под влиянием обезуглероживания. Стальная плита подвергалась в течение очень долгого промежутка времени накаливанию в отжигательной печи. При этом поверхностный слой обезуглеродился совершенно на глубину около 20 мм. и показал чрезвычайно крупную ферритную структуру. Подобное явление наблюдается также на микрофотографиях в статье Houdremant, касающейся поверхностного обезуглероживания стали²⁰⁾.

С ростом зерен под влиянием обезуглероживания стали в атмосфере водорода встретился Austin²¹⁾.

Толстая прослойка из перлита, препятствующая тесному соприкосновению изолированных островков феррита, превращается при обезуглероживании в кристаллиты феррита. Происходящая при этом перегруппировка атомов ведет к росту единичных зерен за счет соседей.

Wang²²⁾ растворял в железе различные газы и нагревал обработанные так образцы в атмосфере некоторых газов и в вакууме. Определенных результатов им получено не было, но все-таки он полагает, что газ может находиться в железе в свободном или химически связанном состоянии между зернами и в виде твердого раствора в кристаллитах. Изменение давления и высокая температура заставляют газы выделяться, проходить между атомами, способствуя этим их перемещению.

Edwards²³⁾²¹⁾ утверждает, что выгорание углерода в стали способствует росту кристаллитов. В образце, предварительно обезуглероженном путем нагревания в атмосфере водорода и получившем пластическую деформацию, выросли одиночные кристаллиты чрезвычайно больших размеров. Наиболее подходящее относительное удлинение лежало в пределах 2—4.25% и зависело от первоначальной величины зерна, на которую, в свою очередь, влияли способ обезуглероживания, продолжительность и температура последнего. Исследования Edwards должны были выяснить причины возникновения крупнокристаллической структуры в изделиях одной фабрики штампованных деталей.

Наши проволоочные образцы имели диаметр $d=3,2$ мм. и длину $l=210$ мм. Анализ на углерод показал содержание $C=0,12\%$. Материал проволоки во время протяжки в холодном состоянии получил весьма значительные остаточные деформации. Последствия такой значительной холодной обработки можно было уничтожить лишь переходом из состояния β в γ при отжиге (910°). Образцы отжигались в течение полчаса при 950° ; затем температура быстро понижалась до 750° и поддерживалась на этом уровне около $1\frac{1}{2}$ часов. После отжига проволоки растягивались на машине Амслера и нагревались в течение 20-ти часов при температуре 750° . Меры предохранения образцов от окисления принимались такие же, как и при плоских образцах. Средняя величина зерна определялась по продольному шлифу. Для контроля брались шлифы, перпендикулярные оси. Данные, касающиеся этого ряда опытов даны на таблице 3-й, чертеже 1.

Очень большие кристаллиты получились около 4% относительного удлинения. В крупнокристаллических образцах кристаллиты (3—5) сходятся на оси проволоки в общую точку. Поперечное сечение такой проволоки напоминает разрезанный апельсин.

Дальнейшие опыты имели целью выяснение влияния обезуглероживания. Для этого необходимо было образцы из той же проволоки обезуглеродить путем нагревания в среде, выделяющей кислород. Обезуглероженные проволоки в дальнейшем должны были подвергаться нормализации, вытяжке, на-

Таблица 3.

№№	Напряжение кгр./мм ² .	Удлинение %	Средняя величина зерна в 1000μ ² .	П Р И М Е Ч А Н И Е.
1	23.2	1.0	2.5	Начальная величина зерна 21×10 ³ μ ² . Температура нагрева 740°±5°.
2	24.6	2.0	3.4	
3	26.2	3.0	8.5	
4	28.5	4.0	127.5	
5	31.2	5.0	885	
6	33.6	6.0	550	
7	34.4	7.0	87.6	
8	35.4	8.0	9.9	
9	35.8	9.0	5.9	
10	36.8	10.0	5.7	
11	38.0	11.0	4.8	

греванию. Мы хотели приготовить образцы из одиночных кристаллов для дальнейших исследований. Продолжение опытов, подобных представленным на таблице 3-й, показало, что приготовить из этой проволоки подобные образцы, по видимому, невозможно.

Проволоки тщательно пересыпались мелко размолотой окалиной из под молота (молотовой отбой), заключались в железную трубу и герметически закупоривались. Трубка выдерживалась в течение 6-ти часов при 1000° и медленно остывала; падение температуры с 1000° до 700° продолжалось два часа. После этой операции образцы были с поверхности покрыты тонким слоем окисла серого цвета. Микроскопическое исследование шлифов, вырезанных по различным направлениям, показало значительное уменьшение вкрапленый перлита. Шлифы состояли из редкого по чистоте и равномерности феррита. Анализ дал содержание углерода около 0,09%.

Хотя и можно было считать после подобной обработки материал вполне нормализованным, но при освобождении от окалины могли возникнуть местные напряжения. Поэтому образцы подвергали перед дальнейшей обработкой отжигу при 950° и 750°, так же как при предыдущих опытах. Для полного представления тех условий, при которых возможен рост зерен, было изготовлено 4 серии из 5-ти образцов. Каждая серия получала остаточную деформацию растяжения в 2, 4, 6, 8 и 10% и нагревалась при определенной температуре. Было выбрано 4 температуры, наиболее интересных для практики 600°, 700°, 800° и 840°. Ниже 600° рекристаллизация идет крайне медленно, выше 850° имеется опасность попасть в γ железо. Данные этих опытов сведены в таблице 4 и представлены на чер. 2.

Таблица 4.

№№	Удлинение %	Напряжение кгр. мм ² .	Среднее напряжение кгр. мм ² .	Температура нагрева С°.	Средняя площадь зерна 1000μ ² .	ПРИМЕЧАНИЕ.
1	2.0	22.8	23.3	600	2.5	Образцы обезуглерожены.
2		23.4		700	4.8	
3		23.4		800	4.8	
4		23.6		840	2.8	
5	4.0	28.7	28.9	600	2.1	Образцы нагревались в течение 2 час.
6		28.5		700	2.9	
7		29.0		800	4.1	Удлинен. измерено на длине 150 мм. с точностью ± ±0.05 мм.
8		29.3		840	3.9	
9	6.0	32.8	32.9	600	2.9	
10		32.8		700	280	
11		33.1		800	260	
12		33.1		840	230	
13	8.0	35.4	34.8	600	9.1	
14		34.8		700	9.3	
15		35.1		800	9.6	
16		35.1		840	13.5	
17	10.0	36.9	36.9	600	3.0	
18		36.9		700	8.0	
19		36.9		800	6.9	
20		36.8		840	13.0	

Для выяснения влияния повторной пластической деформации и нагрева на уже рекристаллизованный материал ряд проволок с удлинением в 9% нагревался в течение 10-ти часов при температуре 800°—850°. Затем образцы получали деформацию в 3,5—7,0% и вторично нагревались при тех же температурных условиях. Роста очень крупных кристаллитов при этом обнаружено не было. В той же печи, в которой грелись образцы с деформацией в 9%, находился ряд проволок с удлинением 4—6^{1/2}%; часть последних (5—6%) показала рост очень крупных кристаллитов. См. таб. 5 и черт. 3-й.

Таблица 5.

№№	Удлинение %	Напряжение $\frac{\text{кг}}{\text{мм}^2}$	Средняя площадь зерна в 1000 μ^2 .	П Р И М Е Ч А Н И Е.
1	4.0	30.0	4500	Начальная площадь зерна 2000 μ^2
2	4.5	31.1	6300	
3	5.0	31.3	13300	Нагрев в течение 15 часов при 800° ± 10°.
4	5.5	31.9	3030	
5	6.0	33.2	1800	Удлинение измерялось на длине 150 мм. с точ- ностью ± 0.05 мм.
6	6.5	33.8	500	

Сделать какие-либо выводы из этого опыта затруднительно, хотя существует взгляд, что ряд деформаций, чередующихся с нагревом, как-то суммируется¹⁾. Опыты подобного рода, произведенные авторами над техническим алюминием, показали, что полная рекристаллизация, если только она не имела последствием образование ненормально больших кристаллитов (порядка 10—200 мм.²⁾, возвращает металлу прежние свойства. Влияние каждой последующей пластической деформации совершенно не зависело в этом случае от предшествовавшей механической обработки. Время полной рекристаллизации образцов колебалось при этом в пределах 70—300 часов. Весьма возможно, что продолжительность рекристаллизации здесь имеет решающее значение.

IV. Заключение и выводы.

На основании изложенных выше опытов, а также литературных данных, которыми мы могли пользоваться, возможно составить некоторое представление о факторах, влияющих на рекристаллизацию железа с небольшим содержанием углерода.

Хорошее мягкое железо, встречающееся в продаже, имеет примерно следующий состав: Fe = 99,4%, C = 0,1%, P = 0,05%, S = 0,05%, Si = 0,1% и Mn = 0,3%. Обычно принято говорить, что шлиф такого железа состоит из зерен феррита разделенных прослойкой.

В отожженном материале углерод при таком малом содержании может находиться лишь в виде перлита; в чрезвычайно редких случаях возможно изолированное существование перлита в виде вкраплений в однородных зернах феррита. 0,95% углерода дает 100% перлита, содержащего 14,3% цементита. В нашем случае 0,1% C будет в состоянии образовать около 10% по весу перлита, если считать с небольшой ошибкой его удельный вес равным удельному весу чистого железа. Весь перлит войдет в междукристаллитную прослойку.

Фосфор, входящий в углеродистое железо, образует с ферритом и карбидом тройную эвтектику.

При наличии марганца сера дает соединение вида MnS в виде отдельных изолированных кристаллов²⁵⁾.

Марганец дает с железом непрерывный ряд твердых растворов, при чем марганец растворяется в α , β и γ — железе²⁶⁾.

Четверной сплав Fe, Mn, Si и C имеет то-же строение, что и тройной сплав Fe, Mn и C. Кремний с железом дает твердый раствор.

Таким образом можно считать, что наше железо состоит из твердого раствора Mn и Si в α — железе. Прослойка является сложной эвтектикой с включениями MnS и примесью некоторого количества шлаков. Большую часть в прослойке занимает перлит. Понижение содержания углерода путем его удаления при помощи процесса обезуглероживания уменьшает количество прослойки.

Выяснение природы этого окружающего и разделяющего кристаллиты друг от друга вещества чрезвычайно важно для правильного объяснения многих явлений. Особенно это интересно в случае химически чистых металлов, когда прослойка, как будто имеет тот же самый состав, что и основная масса кристаллитов. Как известно в некоторых случаях возможно растворение прослойки без изменения кристаллитов (свинец) и, наоборот, уничтожение кристаллитов без повреждения и изменения прослойки (кадмий). Исследование изолированной прослойки может пролить некоторый свет на ее природу. Большую помощь при этом может оказать метод Debye и Scherer.

Если бы прослойки не существовало совершенно, то два тесно соприкасающихся кристаллита при высокой температуре, обуславливающей большую подвижность атомов, не могли бы оставаться в равновесии. Атомы начали бы переходить в этом случае с одного кристалла на другой. Этот переход возможен лишь в одном направлении и зависит от величины поверхностной энергии на поверхности раздела. Поглощаться будет кристалл с наибольшей поверхностной энергией в этом месте.

Пластическая деформация приводит, вероятно, кристаллиты в соприкосновение, и центр рекристаллизации зарождается там, где соотношение поверхностных энергий соприкасающихся кристаллитов наиболее благоприятно. По выражению Тамманна: «поверхность, гуще засеянная атомами, принуждает менее густо засеянную принять ее положение».

Нам кажется, что из всего вышеизложенного следует:

1. Нагревание не может вызвать рекристаллизацию, если металл не получил пластической деформации, безразлично какого вида. Металл, в котором под влиянием нагрева не наблюдается роста зерен, может быть назван «металлом в нормальном состоянии». При всех опытах по рекристаллизации нормализация образцов имеет решающее значение.

2. Температура рекристаллизации, степень пластической деформации и величина образовавшегося в итоге полной рекристаллизации зерна связаны определенной зависимостью. На характер последней влияет предварительная величина зерна отожженного металла, степень его чистоты, род примесей и пр. Таким образом дать точный рецепт приготовления монокристаллических образцов нельзя, тем более, что примеси имеют очень большое значение. В случае мягкой стали на рост зерен оказывает наибольшее влияние содержание углерода.

3. Чем чище металл, т. е., чем тоньше междукристаллическая прослойка, тем меньшая деформация требуется для начала роста кристаллитов.

4. Изменение состава рекристаллизующегося образца во время самого процесса роста зерен оказывает влияние на последний. В случае выгорания углерода, освободившийся из перлита феррит принимает участие в росте кристаллитов. Связанные и растворенные газы, выделяясь, способствуют большей подвижности атомов и росту зерен.

5. Время полной рекристаллизации весьма различно и зависит от величины остаточной деформации и температуры. Оно мало в случае деформации, далеко отстоящей от критической — соответствующей безграничному росту зерен, и, наоборот, очень велико (десятки часов) в области роста больших кристаллитов.

6. Механическая обработка давлением (штамповка), соединенная с последующим отжигом, может дать в итоге грубо-зернистую структуру изделий

в том случае, если пластическая деформация (растяжение, сжатие) лежит в пределах 2 — 10%, а температура нагрева находится в области α —и β железа. Борьба с ростом ненормально больших зерен возможна повышением температуры отжига выше точки перехода β —железа в γ (910°) и быстрым последующим охлаждением. Сталь с содержанием углерода выше 0,2% менее склонна к образованию крупно-кристаллического строения.

7. Очень крупные кристаллиты железа возможно вырастить в материале, содержащем менее 0,1 углерода. Для этого необходима деформация в пределах 4 — 6% и нагрев около средней части области β —железа.

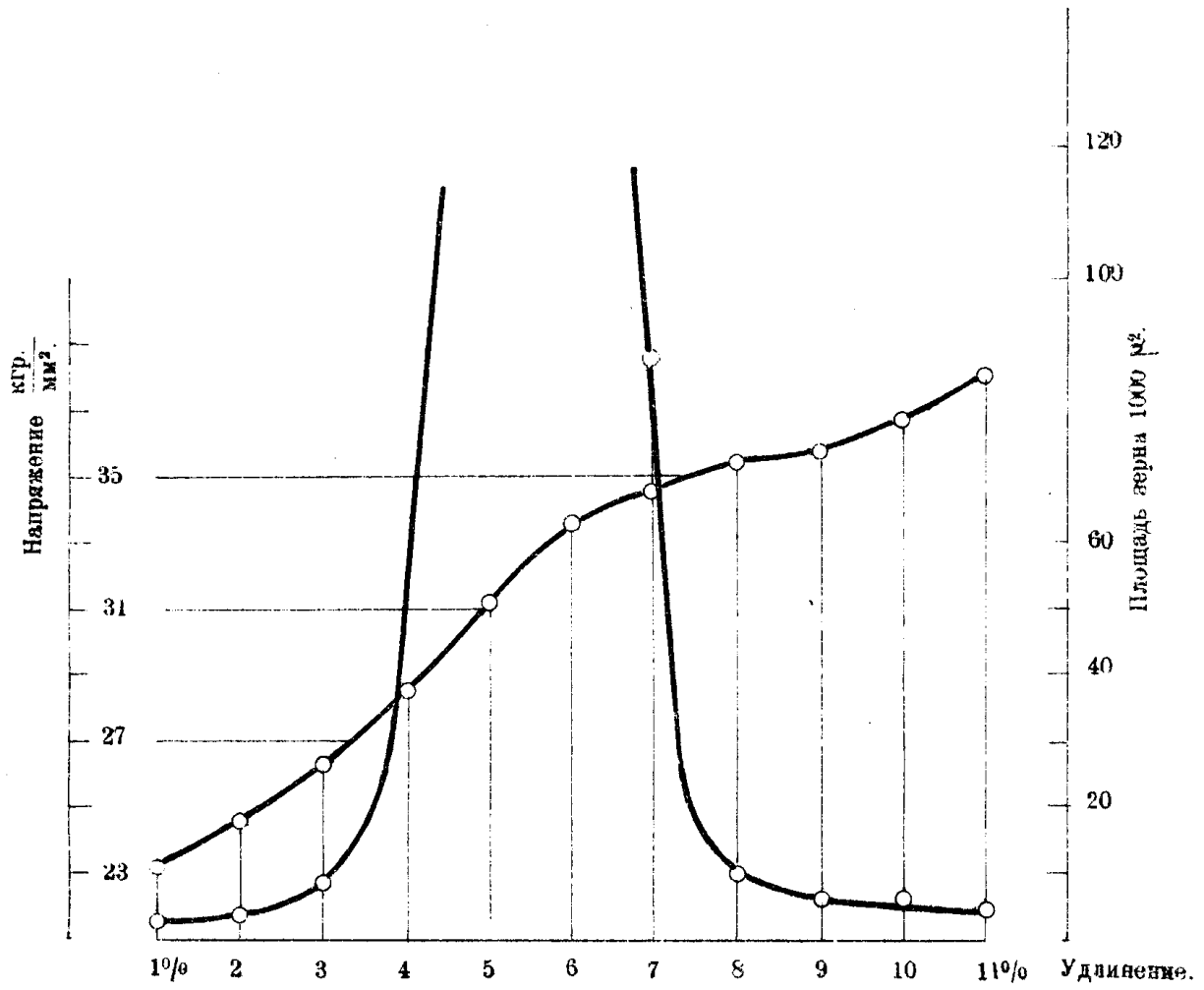
Опыты ставились совместно обоими авторами в металлографической лаборатории Томского Технологического Института; литературная обработка принадлежит А. Н. Добровидову.

В заключение мы считаем приятным долгом принести глубокую благодарность Т. И. Тихонову и Г. В. Трапезникову за разрешение пользоваться многими приборами их лаборатории.

Литературные источники, на которые имеются ссылки в работе.

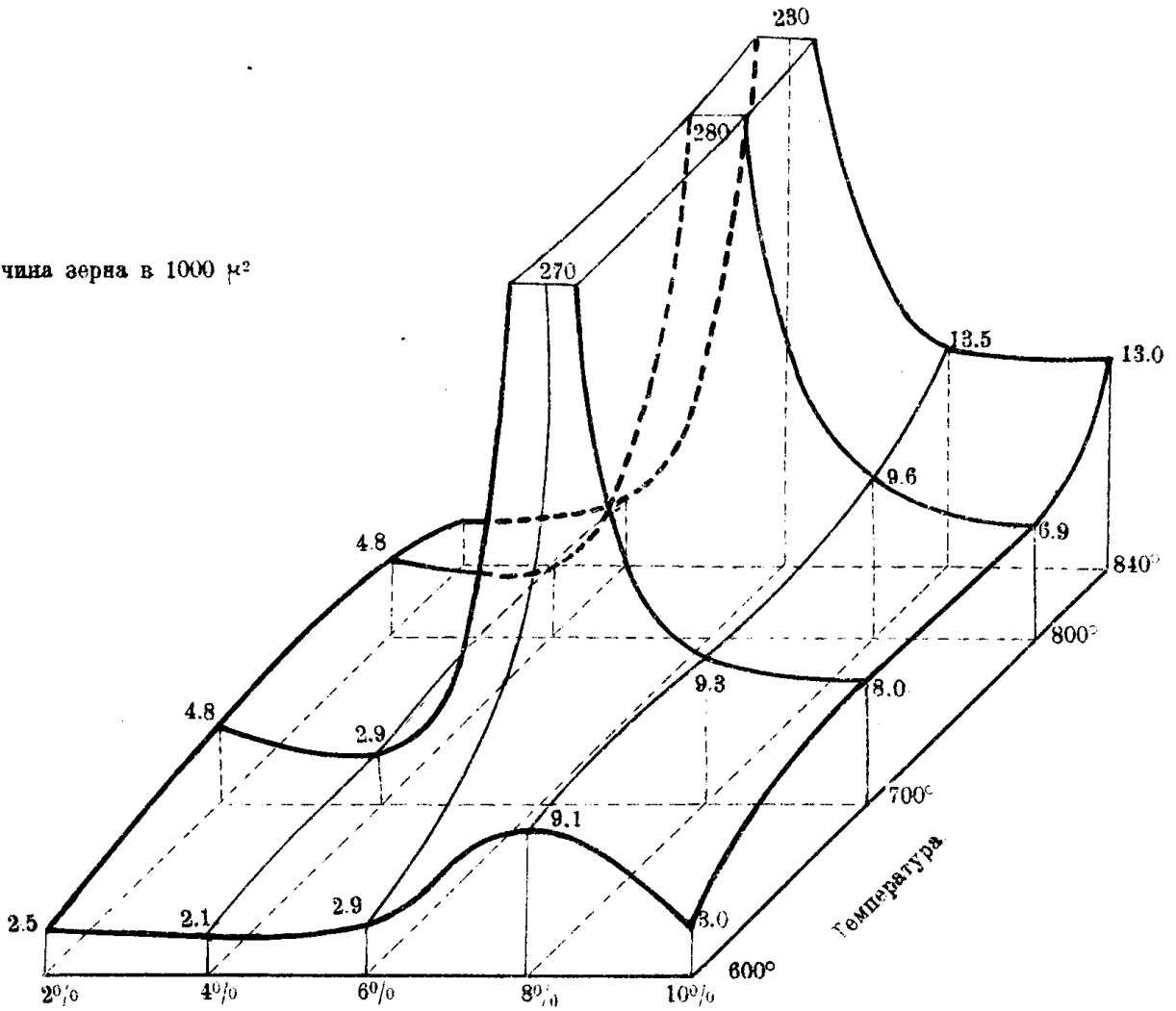
1. G. Tammann, Lehrbuch d. Metallographie, Leipzig, 1923.
2. Б. П. Вейсберг. Журн. Русск. Физ.-Хим. о-ва, физ. отд., в 2, 1913.
3. Prof. Carpenter, The Journ. of the Iron a. St. Inst., vol. CVII, № 1, 1923.
4. W. Fraenkel, Zeitschr. f. anorg. u. allg. Chemie, s. 126, 1923.
5. E. Heyn, Zeitschr. d. Vereins deutsch. Ing., h. 44, s. 433, 1900.
6. A. Joisten, Metallurgie, s. 156, 1910.
7. L. E. Benson a. F. C. Tompson, The Journ. of the Iron a. St. Inst., vol. CVII, № 1, 1923.
8. F. Robin, Ferrum, h. 4, s. 120, 1914.
9. C. Chappell, Stahl u. Eisen, h. 20, s. 847, 1914.
10. R. H. Sherry, The Iron Age, p. 76, 1916.
11. A. E. White a. H. F. Wood, The Iron Age, p. 20, 1916.
12. P. Oberhoffer u. W. Oertel, Stahl u. Eisen, h. 37, s. 1061, 1919.
13. P. Oberhoffer u. H. Jungbluth, Stahl u. Eisen, h. 40, s. 1513, 1922.
14. P. Oberhoffer u. W. Oertel, Stahl u. Eisen, h. 20, s. 560, 1924.
15. R. H. Sherry, The Iron Age, p. 76, 1916.
16. Pomp, Stahl u. Eisen, h. 35, s. 1261, 1920.
17. A. Westgren a. Phragmén, The Journ. of the Iron a. St. Inst., vol. CV, № 1, 1922.
18. Ewing a. Rosenhain, Chem. News, p. 265, 1899.
19. H. Brearly, Die Wärmebehandlung der Werkzeugstähle, Berlin, 1913.
20. E. Houdremont u. H. Kallen, Stahl u. Eisen, h. 16, s. 587, 1925.
21. R. Austin, The Journ. of the Iron a. St. Inst., № 1, 1922.
22. Wang, The Journ. of the Iron a. St. Inst., № 2, 1923.
23. C. A. Edwards a. L. B. Pfeil, The Journ. of the Iron a. St. Inst. № 2, 1923.
24. C. A. Edwards u. L. B. Pfeil, Stahl u. Eisen, h. 38, s. 1151, 1924.
25. М. Т. Евангулов, Сплавы, СНВ., 1911.
26. W. Guertle, Metallographie, Berlin, 1913.

Чертеж 1. (К таблице 3).



Чертеж 2. (К таблице 4).

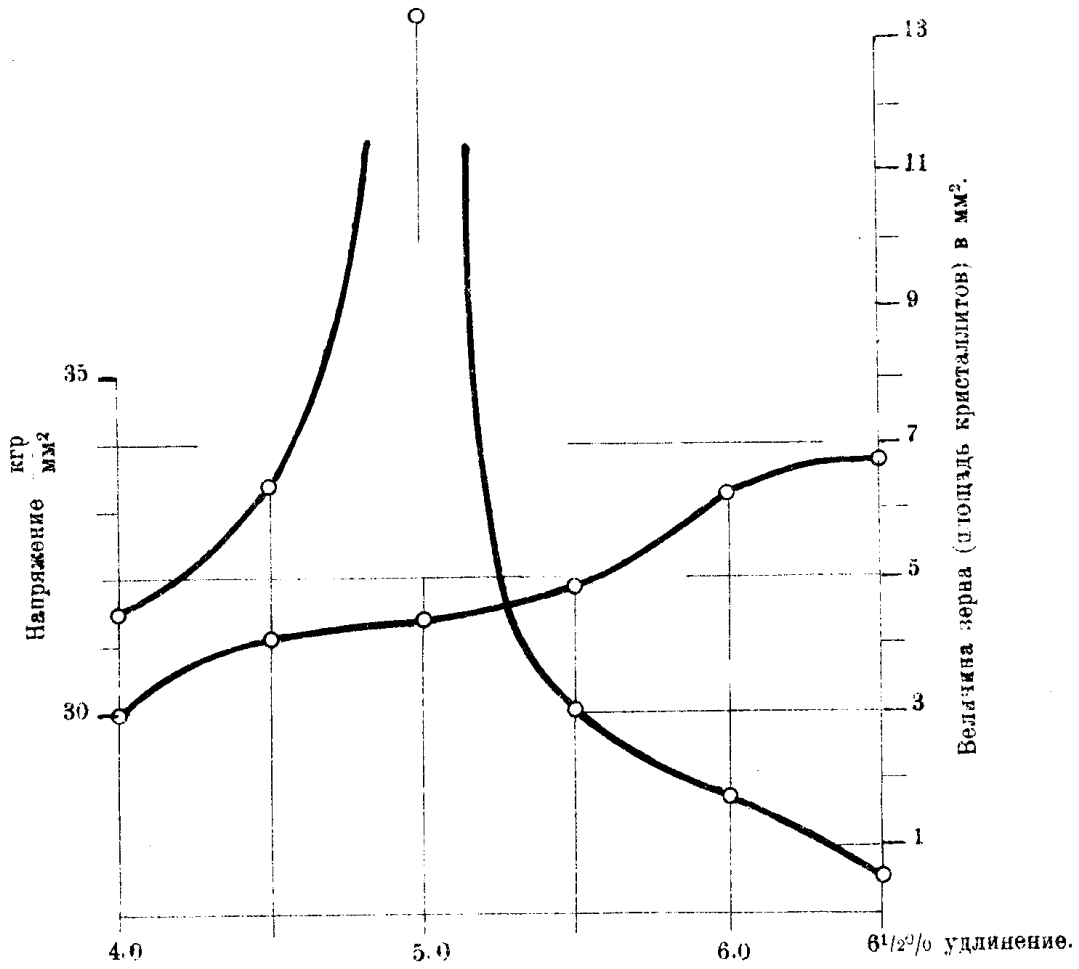
Величина зерна в 1000 μ^2

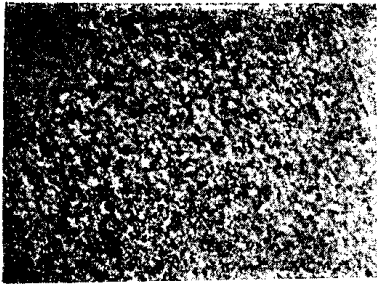


Пластическая деформация в процентах

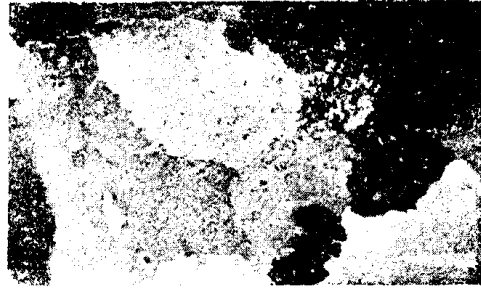


Чертеж 3. (К таблице 5).





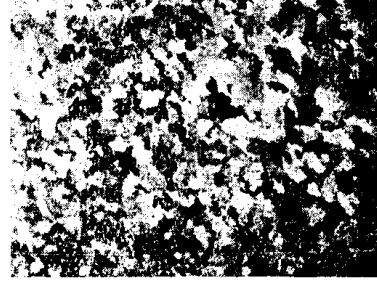
фот. 1. $\times 4\frac{1}{2}$



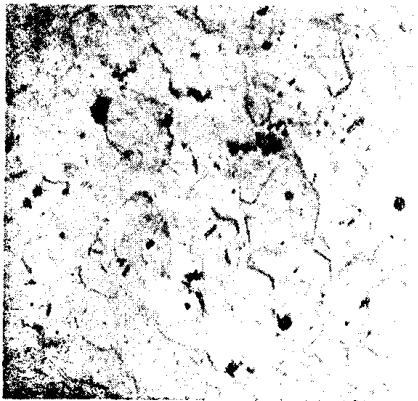
фот. 2.



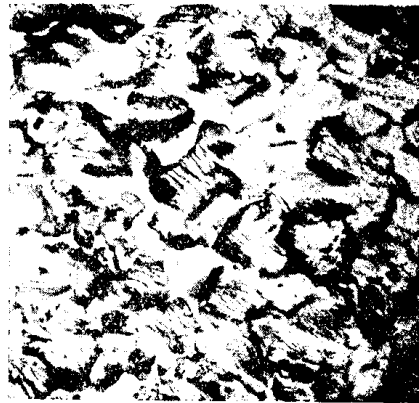
фот. 3.



фот. 4.



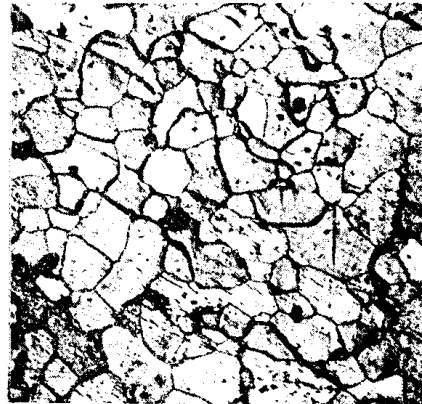
фот. 5. $\times 100$



фот. 6. $\times 100$



фот. 7. $\times 400$.



фот. 8. $\times 100$

А. Н. Добровидов и Ю. В. Грдина. Рекристаллизация железа.