

Калужский филиал
Федерального государственного бюджетного образовательного
Учреждения высшего профессионального образования
«Московский государственный технический университет
имени Н.Э. Баумана»
(КФ МГТУ им. Н.Э. Баумана)

Ю.Г. Головачёва, В.Д. Шкилев

Термический метод построения
диаграммы состояния «олово-цинк»

Методические указания к лабораторной работе № 5
по курсу «Материаловедение»

Калуга
2016 г.

УДК 669.01

ББК 30.3

Г61

Данные методические указания издаются в соответствии с учебным планом для всех направлений/специальностей.

Методические указания рассмотрены и одобрены:

Кафедрой «Технологии обработки материалов» (М5-КФ)

протоколом № 7 от 31.03.16

Зав. кафедрой Минаев д.т.н., профессор В.К. Шаталов

Методической комиссией факультета МТК

протоколом № 8 от 01.04.16

Председатель методической комиссии факультета МТК

Попков к.т.н., доцент В.М. Попков

Методической комиссией КФ МГТУ им. Н.Э. Баумана

протоколом № 3 от 31.05.2016

Председатель методической комиссии филиала

Перерва д.э.н., профессор О.Л. Перерва

Рецензент: _____ зам. генерального директора

ОАО «КТЗ»

А.З. Павловский

Авторы: _____ ст. преподаватель Ю.Г. Головачева

_____ к.т.н., доц В.Д. Шкилёв

Аннотация

Методические указания включают: задачи, порядок выполнения лабораторной работы; основные представления о диаграммах состояния и сведения о методике построения диаграмм двухкомпонентных систем. Приводятся необходимые данные для составления отчёта.

Данные методические указания рекомендуются для студентов всех специальностей и направлений.

©КФ МГТУ им. Н.Э.Баумана, 2016

©Головачева Ю.Г., Шкилёв В.Д.2016

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	4
КРАТКАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА ОБЪЕКТА ИЗУЧЕНИЯ, ИССЛЕДОВАНИЯ.....	4
1. ТЕРМИЧЕСКИЙ МЕТОД АНАЛИЗА МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ.....	4
2. ПОНЯТИЯ О ДИАГРАММАХ СОСТОЯНИЯ И МЕТОДИКА ИХ ПОСТРОЕНИЯ	7
3. ЗАДАЧИ И ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ.....	12
4. СХЕМА И ОПИСАНИЕ ЛАБОРАТОРНОЙ УСТАНОВКИ .	13
5. ФОРМА ОТЧЁТА ПО ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ.....	13
ВОПРОСЫ ДЛЯ САМОКОНТРОЛЯ.....	14
СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ.....	14

ВВЕДЕНИЕ

Известно, что любое изменение состояния металлов и сплавов (фазовое, внутрифазовое или структурное превращение) вызывает изменение энтальпии, а поэтому должно сопровождаться тепловым эффектом - выделением или поглощением тепла. Таким образом, если при нагреве или охлаждении удаётся зафиксировать тепловой эффект, о котором можно судить и по изменению температуры металла, то можно выявить вид превращения и определить условия, способствующие или тормозящие превращения.

В практике металловедения наибольшее применение получил термический анализ. При термическом анализе автоматически записывается или строится по экспериментальным данным графическая зависимость – изменение температуры во времени в процессе нагрева (или охлаждения) с постоянной скоростью. Появление теплового эффект вызывает при соответствующей температуре появление различного вида ступеней, перегибов, поэтому он может быть зарегистрирован, а тем самым выявлено соответствующее превращение.

Цель работы: Практически освоить методику построения экспериментальных кривых охлаждения, определить критические точки и построить диаграмму состояния системы $Sn - Zn$.

КРАТКАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА ОБЪЕКТА ИЗУЧЕНИЯ, ИССЛЕДОВАНИЯ

1. ТЕРМИЧЕСКИЙ МЕТОД АНАЛИЗА МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

Термический метод заключается в непрерывном фиксировании температуры металла или сплава при его охлаждении (нагреве) с последующим построением кривых охлаждения. Кривые охлаждения изображаются в координатах «температура - время». Так как фазовые превращения сопровождаются тепловыми эффектами, то на кривых охлаждения можно наблюдать либо горизонтальные площадки – тогда превращение протекает при постоянной температуре, либо точки перегиба за счёт скорости охлаждения – тогда превращения происходят в некотором интервале температур.

Температуры начала и конца фазовых превращений, определяемые по кривым охлаждения, называются критическими, а соответствующие им точки на кривых охлаждения – критическими точками.

На кривой охлаждения чистого металла (рис.1.) точка 1 показывает температуру начала кристаллизации, точка 1' – конец кристаллизации, таким образом, чистый металл кристаллизуется при постоянной температуре.

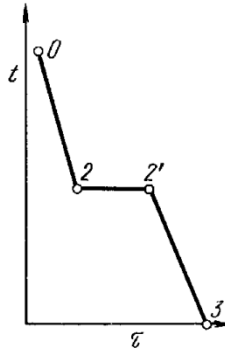


Рис.1 Кривая охлаждения чистого металла

Кривая охлаждения (рис.2.) показывающая кристаллизацию сплава со структурой твёрдого раствора кристаллизуется в интервале температур, точка 1 – начало кристаллизации, точка 2 – конец кристаллизации.

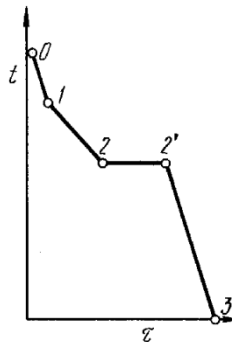


Рис.2 Кривая охлаждения сплава со структурой твёрдого раствора

Образование площадок или точек перегиба вызвано выделением некоторого количества тепла, (скрытая теплота кристаллизации) которое компенсирует потерю тепла при охлаждении.

При термическом методе применяют термоэлектрические пирометры.

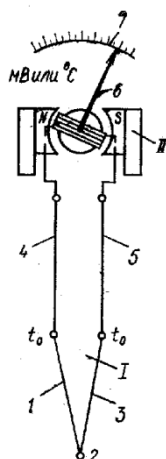


Рис.3 Схема термоэлектрического пирометра

Пирометр (рис.3) состоит из двух частей: термопары *I* и гальванометра (милливольтметра) *II*. Проволоки (из двух разных металлов) 1 и 3 термопары, спаянные в точке 2 (так называемый горячий спай), соединены проводами 4 и 5 с гальванометром. Место соединения проволок 1 и 3 с проводами 4 и 5 называется холодным спаем, который должен находиться при постоянной температуре t_0 (или 20°C). Горячий спай термопары помещают в среду, температура которой должна быть определена.

При нагреве горячего спая возникает термоэлектродвижущая сила (ТЭДС), под действием которой по электрической цепи пойдёт ток, величина которого зависит от сопротивления цепи. При этом происходит отклонение стрелки 6 гальванометра *II*, шкала 7 которого отградуирована в милливольтгах или градусах.

В зависимости от температуры нагрева применяют различные термопары (таблица 1).

Таблица 1
Характеристика термопар

Условное обозначение градуировки	Наименование термопар	Пределы измерения, $^{\circ}\text{C}$
ПП-1	Платино-	0-1300

	платинородиевые	
ХА	Хромель-алюмелевые	0-1000
ХК	Хромель-копелевые	0-600

На (рис.4.) показана схема установки для изучения процесса кристаллизации термическим методом.

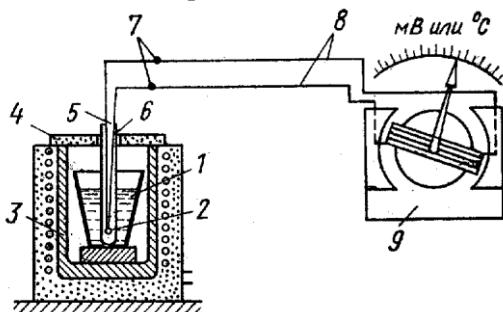


Рис.4 Схема установки для определения критических точек металлов и сплавов

Температуру кристаллизации определяют следующим образом. В печь 3 помещают тигель 1, в котором расплавляют исследуемый сплав. Тигель с расплавом закрывают крышкой или листовым асбестом 4. Затем в расплав через отверстие в крышке погружают горячий спай 2 термопары 5 (защищенной фарфоровым или кварцевым колпачком 6); свободные концы проволок термопары должны быть соединены (место соединения 7 – холодный спай) медными проводами 8 с гальванометром 9 и выключают печь. В процессе охлаждения отмечают температуру через определённые промежутки времени. Появление изменений в агрегатном состоянии в связи с выделением скрытой теплоты превращения отражается на кривой температура – время.

2. ПОНЯТИЯ О ДИАГРАММАХ СОСТОЯНИЯ И МЕТОДИКА ИХ ПОСТРОЕНИЯ

Диаграммы состояния графически показывают, как с изменением температуры и химического состава сплава изменяется его структура, количество и состав фаз, находящихся в равновесии.

Если система однокомпонентная (например, чистый металл), то её диаграмма состояния будет иметь одно измерение (шкала температур),

и соответствующие точки на вертикальной прямой покажут равновесную температуру изменения агрегатного состояния.

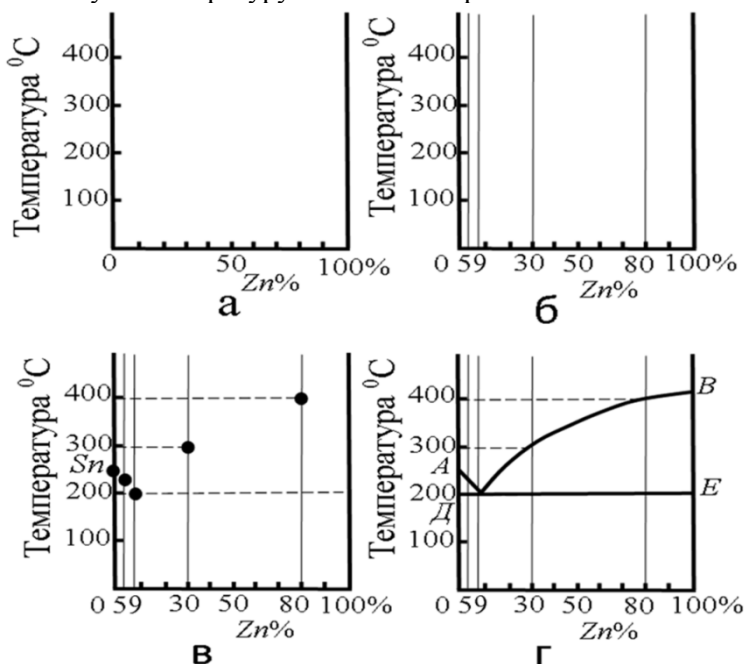


Рис.5 Порядок построения диаграммы состояния сплавов

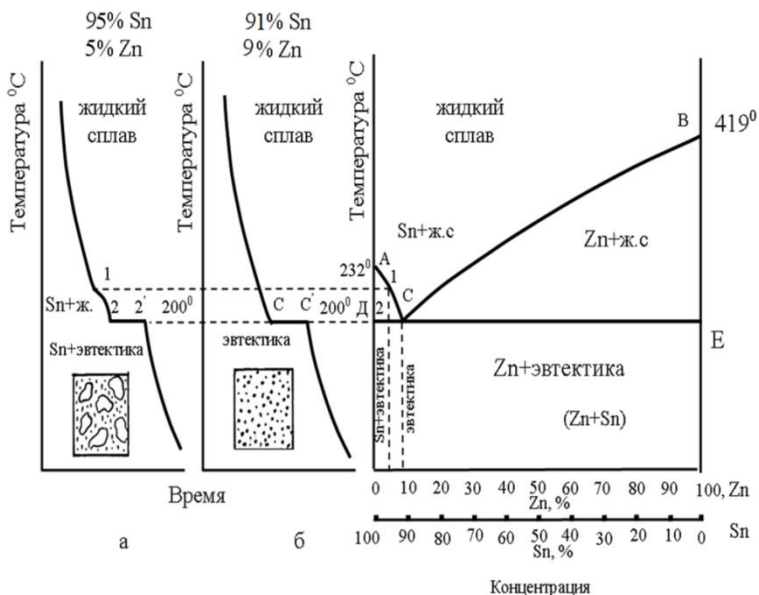
Если в системе два компонента, то диаграмму строят в координатах «температура - концентрация» (рис.5а).

По оси ординат откладывают температуру, по оси абсцисс – концентрацию сплавов. Следовательно, крайние ординаты на диаграмме соответствуют чистым компонентам, а между ними можно расположить множество сплавов различных по химическому составу двух компонентов (рис.5б).

По кривым охлаждения для каждого сплава определяют его критические точки (рис.6.).

В рассматриваемой системе $Sn - Zn$ у сплавов может быть не более двух критических точек. На построенной кривой определяют температуру кристаллизации, которая соответствует горизонтальному участку кривой (при затвердевании чистого металла или сплава эвтектического состава) или точкам перегиба кривой (для всех

сплавов, кроме эвтектического); в последнем случае определить две температуры – начала и конца затвердевания.



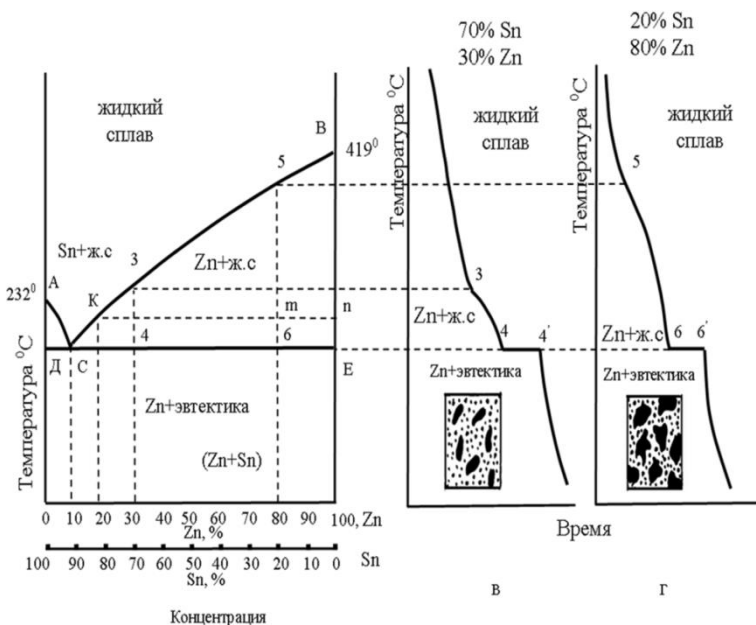


Рис.6 Кривые охлаждения, структуры и диаграмма состояния Sn – Zn

Если запись производили по показаниям гальванометра в милливольтгах, то температуры критических точек определяют путём перевода милливольт в градусы по градуировочным кривым в координатах температура – ТЭДС. Для каждой установки должна быть своя градуировочная кривая.

Далее в системе координат «температура - концентрация» каждый из исследованных сплавов обозначают соответствующей ему ординатой, на которую наносят критические точки данного сплава (рис.5в).

Соединив плавными линиями точки, соответствующие началу кристаллизации всех сплавов, и точки конца кристаллизации всех сплавов, получают геометрический образ диаграммы состояний системы Sn – Zn. (рис.5г). В каждой из областей диаграммы расставляют присутствующие в них фазы. Окончательный вид диаграммы состояния Sn – Zn показан на рис.6.

Рассмотрим процессы, происходящие при охлаждении сплавов этой системы из жидкого состояния.

Линия АСВ, представляет собой множество точек начала кристаллизации сплавов, называется линией ликвидус. Линия ДСЕ соответствует температурам окончания кристаллизации всех сплавов (кроме чистых компонентов) и называется линией солидус.

Для начала рассмотрим, как происходит кристаллизация сплава, содержащего 9% Zn + 91% Sn. Как видно из диаграммы и кривой охлаждения этого сплава, он имеет одну критическую точку, т.е. кристаллизуется при постоянной температуре, подобно чистому металлу. Отсюда следует, что из жидкой фазы одновременно выделяются кристаллы обоих компонентов, т.е. олова и цинка. Подобное превращение называется эвтектическим, а образующаяся в результате структура – эвтектикой или эвтектической смесью, которая представляет собой смесь кристаллов олова и цинка, так как оба компонента в твёрдом состоянии практически нерастворимы друг в друге и не взаимодействуют химически. Это приводит к образованию самостоятельных кристаллов каждого компонента. Схематически это превращение можно записать следующим образом:

$$\mathcal{J} \xrightleftharpoons{t=const} Sn + Zn$$
, где стрелками показано, что при нагревании превращение идёт в обратную сторону. Окончательная структура такого сплава схематично изображена на рис.6б. В сплавах с концентрацией цинка менее 9% (доэвтектические сплавы) кристаллизация начинается на линии АС. При этом из жидкости начинают выделяться избыточные кристаллы чистого олова, так как концентрация олова в этих сплавах превышает эвтектическую. Такое превращение записывается следующим образом: $\mathcal{J} \rightleftharpoons Sn$.

На линии оставшаяся жидкость кристаллизуется при постоянной температуре в смесь (Sn + Zn) по той же реакции, как в предыдущем доэвтектическом сплаве. Окончательная структура сплавов – избыточные кристаллы олова и эвтектика (рис. 6а). В заэвтектических сплавах с концентрацией более 9% цинка кристаллизация начинается с выделения кристаллов избыточного цинка $\mathcal{J} \rightleftharpoons Zn$, а затем оставшаяся жидкость на линии ДСЕ при постоянной температуре превращается в эвтектику. Структура заэвтектических сплавов состоит из избыточных кристаллов цинка и эвтектики (рис.6в, г).

Что касается кристаллизации чистых компонентов, то она происходит, как у других металлов при постоянной температуре

232°C для олова и 419,5°C для цинка. В результате получаются однородные кристаллы соответствующего металла.

3. ЗАДАЧИ И ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

Задачи по выполнению работы:

Расплавить сплавы заданного состава, построить кривые охлаждения этих сплавов, определив критические точки (температуру начала и конца кристаллизации) и по полученным значениям для заданных сплавов построить двухкомпонентную диаграмму *I* типа.

Порядок выполнения работы:

- Изучить методику термического анализа и возможности его применения для построения диаграмм состояния;
- Экспериментально построить кривую охлаждения одного из сплавов системы $Sn - Zn$. С этой целью в процессе охлаждения расплава в тигле через каждые 60 секунд фиксировать его температуру по показаниям милливольтметра (по значениям градуировочной кривой $1mV = 15^\circ C$). Результаты эксперимента оформить в виде таблицы, а затем нанести на систему координат «температура-время». Кривую охлаждения построить на компьютере;
- По кривой охлаждения определить критические точки заданного сплава по положению горизонтальных площадок или точек перегиба. Полученные значения критических точек, соответствующих началу кристаллизации, и концу кристаллизации сплава, занести в сводную таблицу результатов;

Таблица 2

Результаты определения критических точек сплавов системы $Sn - Zn$

№ сплавов	Химический состав сплавов	Температуры критических точек, определённые по кривым охлаждения	
		Начало кристаллизации, °C	Конец кристаллизации, °C
1	100% Sn		
2	5% $Zn + 95\% Sn$		
3	9% $Zn + 91\% Sn$		
4	30% $Zn + 70\% Sn$		

5	50% Zn + 50% Sn		
6	80% Zn + 20% Sn		
7	100% Zn		

- В системе координат «температура-концентрация» на ординате, соответствующей заданному сплаву, отметить его критические точки;
- Используя результаты, полученные всей подгруппой, подобным же образом обозначить критические точки для всех исследованных сплавов и обоих чистых компонентов системы;
- Построить диаграмму состояния сплавов системы $Sn - Zn$, соединив плавными линиями точки начала кристаллизации всех сплавов (линия «ликвидус») и точки конца кристаллизации (линия «солидус»);
- Обозначить фазовый состав и структуру во всех областях полученной диаграммы;

4. СХЕМА И ОПИСАНИЕ ЛАБОРАТОРНОЙ УСТАНОВКИ

Необходимые материалы и оборудование:

- Электропечь СНОЛ – 1,6,2,5.1/11 – И1М; СНОЛ – 1,6,2,5.1/10 – ИЗМ;
- Тигель с расплавом;
- Термоэлектрический пирометр (термопара ХА и милливольтметр). Принцип работы рассмотрен в данной работе.

5. ФОРМА ОТЧЁТА ПО ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ

Содержание отчёта:

- Кратко описать методику построения кривых охлаждения и диаграммы;
- Зарисовать схему экспериментальной установки;
- Заполнить таблицу результатов измерения температуры при охлаждении заданного сплава;
- Построить экспериментальную кривую охлаждения заданного сплава, с обозначением на ней критических точек, фазовых превращений и зарисовкой конечной структуры сплава;

- Всей подгруппой заполнить сводную таблицу результатов (таблица 2);
- Построить диаграмму $Sn - Zn$ по данным всей подгруппы;
- Обозначить фазовый состав диаграммы и расписать структуры всевозможных сплавов при $t = 0^{\circ}C$;

ВОПРОСЫ ДЛЯ САМОКОНТРОЛЯ

1. На чём основан метод термического анализа металлов и сплавов?
2. В какой системе координат строят кривые охлаждения?
3. По каким признакам выделяют критические точки на кривых охлаждения?
4. Чем вызвано образование площадок на кривых охлаждения чистых сплавов?
5. Каково определение линий ликвидус и солидус?
6. Что называют критическими точками?
7. Что такое точка эвтектики? Как выглядит кривая охлаждения сплава эвтектического состава?
8. Что такое компонент, фаза, структура сплава?
9. Что представляет собой установка, для определения критических точек?
10. В каких координатах строят диаграмму состояния?
11. Какова методика построения диаграммы?
12. Каковы температурные условия кристаллизации эвтектического, доэвтектического и заэвтектического сплавов?
13. Что такое эвтектическое превращение? Как выглядит схема этого превращения?

СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Лахтин Ю.М. Материаловедение: учебник для вузов / Ю.М. Лахтин, В.П. Леонтьева. – М.: Машиностроение, 1990 – 528с.
2. Материаловедение: учебник для вузов / Б.Н. Арзамасов, В.И. Макарова, Г.Г. Мухин и др.; под общ. ред. Б.Н. Арзамасова. – М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2008.-648с.
3. Геллер Ю.А. Материаловедение: учеб. издание для вузов / Ю.А. Геллер, А.Г. Рахштадт. - М.: Металлургия, 1989. – 456с.

4. Гуляев А.П. Металловедение: учебник для вузов / А.П. Гуляев. - М.: Металлургия, 1986. - 542с.
5. Богодухов С.И. Курс материаловедения в вопросах и ответах: учеб. пособие. / С.И. Богодухов, А.В. Синюхин, Е.С. Козик . – М.: Машиностроение, 2010. – 352с. <http://e.lanbook.com/view/book/718/>

