

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
ГОСУДАРСТВЕННОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ  
«ТЮМЕНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НЕФТЕГАЗОВЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Технологический институт  
Кафедра «Материаловедение и ТКМ»

## **ДИЛАТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ИССЛЕДОВАНИЯ СТАЛИ**

### **МЕТОДИЧЕСКОЕ УКАЗАНИЕ**

к лабораторной работе по дисциплинам «Механические и физические свойства материалов» и «Методы исследования материалов и процессов» для студентов направления 551600 «Материаловедение и технология новых материалов» и специальности 120800 «Материаловедение в машиностроении» очной и заочной форм обучения

Тюмень 2003

Утверждено редакционно-издательским советом  
Тюменского государственного нефтегазового университета

Составитель: Н.Л. Венедиктов, к.т.н., доцент

© ГОСУДАРСТВЕННОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ  
«Тюменский государственный нефтегазовый университет»

2003 г.

# ДИЛАТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ИССЛЕДОВАНИЯ СТАЛИ

## ЦЕЛЬ РАБОТЫ

- 1 Изучить методику проведения дилатометрического анализа.
- 2 Определить коэффициент линейного расширения стали.
- 3 Определить критические точки в стали.
- 4 Исследовать фазовые превращения при отпуске стали.

## ОБОРУДОВАНИЕ, МАТЕРИАЛЫ

- 1 Дилатометр.
- 2 Образцы сталей.

## ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

### 1 Характеристика метода

Дилатометрический анализ заключается в определении изменений длины образцов при нагреве и охлаждении или при изотермической выдержке. Изменение длины образца, как правило, характеризует объемные изменения сплава. Исключение составляют монокристаллические образцы, имеющие сильно выраженную анизотропию коэффициента теплового расширения, например, металлы с гексагональной решеткой: магний, цинк, кадмий.

Важным преимуществом дилатометрического анализа является независимость объемного эффекта, а следовательно, и точности анализа от скорости охлаждения. Кроме того, приборы для определения линейных изменений образцов - дилатометры отличаются очень малой инерционностью.

Помимо устройства для наблюдения или записи линейных изменений в дилатометре должен быть предусмотрен и температурный контроль, так как при металловедческом исследовании важно определить не только величину объемных изменений, но и температуру, при которой происходят эти изменения.

Дилатометрический анализ применяют для определения коэффициента теплового расширения и изучения фазовых превращений в сплавах. Например, дилатометрическим анализом изучают процессы закалки и отпуска стали, графитизацию чугуна и процессы старения некоторых сплавов. Измерение длины (или объема) во времени в изотермических условиях позволяет определить кинетику превращений, поскольку степень этих превращений во времени пропорциональна изменениям длины.

Если в металлах или сплавах при изменении температуры не происходит фазовых превращений, то их длина (объем) изменяется плавно. Однако, если происходит фазовое превращение, то длина (или объем) растет (или убывает) скачкообразно. Так, например, переход  $\alpha$ -железа в  $\gamma$ -железо или перлита в аустенит сопровождается заметным сокращением объема (и длины образца), поскольку  $\gamma$ -железо и твердый раствор углерода на его основе (аустенит) обладают наименьшим удельным объемом. Обратное течение этих превращений при охлаждении и особенно переход аустенита в мартенсит сопровождаются значительным увеличением объема образца (его удлинением), так как мартенсит обладает наибольшим удельным объемом.

### 1.1 Определение коэффициента линейного расширения

Знание абсолютных значений коэффициента линейного расширения сплавов часто необходимо для изготовления деталей машин и приборов высокой точности, и также деталей, работающих при нагреве.

Средний коэффициент линейного расширения для данного интервала температур может быть вычислен по формуле

$$\alpha = \frac{l_2 - l_1}{T_2 - T_1} \cdot \frac{l}{l_1} = \frac{\Delta l}{\Delta T} \cdot \frac{l}{l_1} \text{ K}^{-1},$$

где  $l_1, l_2$  (мм) – длина образца при температуре  $T_1$  и  $T_2$  (K);

Средний температурный коэффициент линейного расширения металлов для интервала температур от 0 до 100 °C приведен в таблице 1.

Таблица 1 - Средний коэффициент линейного расширения

Металл	$\alpha \cdot 10^6, \text{K}^{-1}$	Металл	$\alpha \cdot 10^6, \text{K}^{-1}$	Металл	$\alpha \cdot 10^6, \text{K}^{-1}$
Li	58,00	Co	12,50	$\alpha$ -Sn	46,60
Be	10,97	Ni	13,30	$\beta$ -Sn	22,20
Mg	27,30	Cu	17,00	Ta	6,57
Al	23,80	Zn	38,70	W	4,40
Si	6,95	Ca	18,30	Re	12,45
K	84,00	Nb	7,20	Os	5,70
Ca	22,00	Mo	4,90	Pt	8,90
Ti	7,14	Ag	18,70	Au	14,00
Cr	6,70	Cd	31,00	Pb	28,30
$\alpha$ -Fe	11,50	In	77,00	Bi	12,10

Однако коэффициент расширения неодинаков при разных температурах, поэтому в ряде случаев требуется определять истинный коэффициент расширения металла при данной температуре.

Истинный коэффициент линейного расширения

$$\alpha_{ист} = \frac{dl}{dT} \cdot \frac{1}{l_1}$$

Для нахождения  $\frac{dl}{dT}$  строят график изменения длины образца в зависимости от температуры, в соответствии с рисунком 1. На этом графике для определения  $\alpha_{ист}$  например, при  $T_1$ , проводят касательную к точке 1, соответствующей этой температуре, и тангенс угла  $\varphi$  касательной с осью абсцисс равен  $\frac{dl}{dT}$ . Для вычисления  $\alpha_{ист}$  надо  $\frac{dl}{dT}$  разделить на  $l_1$ .

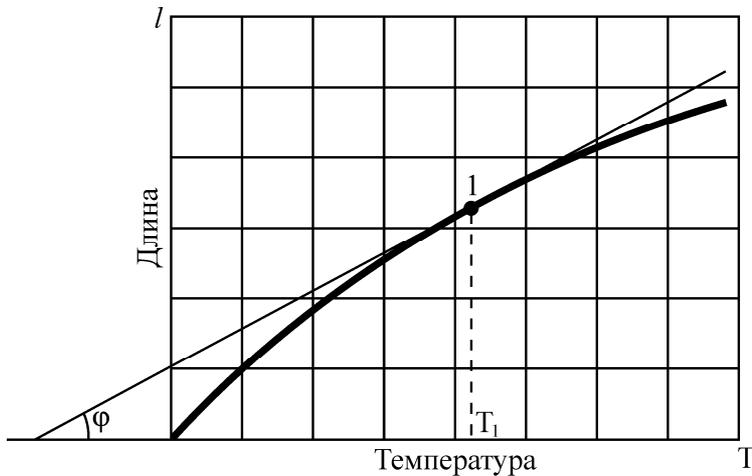


Рисунок 1 - Определение истинного коэффициента линейного расширения

Численное значение истинного коэффициента линейного расширения сталей при различных температурах ниже критической точки приведено в таблице 2.

Таблица 2 - Истинный коэффициент линейного расширения стали  $\alpha \cdot 10^6, \text{K}^{-1}$

Содержание углерода, %	Температура в °С							
	0	100	200	300	400	500	600	700
0,05	10,8	12,8	14,4	14,8	14,1	15,0	14,7	14,7
0,5	11,7	12,4	13,2	14,1	15,0	15,7	16,0	15,0

## 1.2 Определение критических точек

Критические точки и области превращений определяют по кривым, показывающим изменения длины изучаемого образца при нагреве или при охлаждении. Построение кривой в координатах удлинение образца- температура, например, при нагреве, позволяет установить температуры, при которых наблюдаются нарушения равномерного удлинения образца. Резкие

перегибы на кривых свидетельствуют о внутренних изменениях, происшедших в сплаве. Если превращение совершается в интервале температур, то первая точка перегиба на кривой соответствует температуре начала превращения, вторая - концу превращения.

Появление перегиба на кривой нагрева стали объясняется следующим.

При нагреве до нижней критической точки сталь расширяется равномерно

$$l_1 = \alpha \Delta T,$$

где  $l_1$  - изменение длины образца;

$\alpha$  - коэффициент линейного расширения;

$\Delta T$  - изменение температуры.

В точке  $Ac_1$  перлит превращается в аустенит, а при дальнейшем нагреве в интервале температур  $Ac_1$ - $Ac_3$  (для доэвтектоидной стали) феррит превращается в аустенит, обладающий меньшим удельным объемом; количество аустенита возрастает в ходе этого превращения до 100%. Каждая единица длины образца при этом уменьшается на величину  $l_2$  за счет сжатия в процессе превращения и увеличивается на величину  $l_1$  вследствие теплового расширения. В итоге пока не завершится переход всего феррита в аустенит, длина образца изменяется на величину  $l_3 = l_1 - l_2$ .

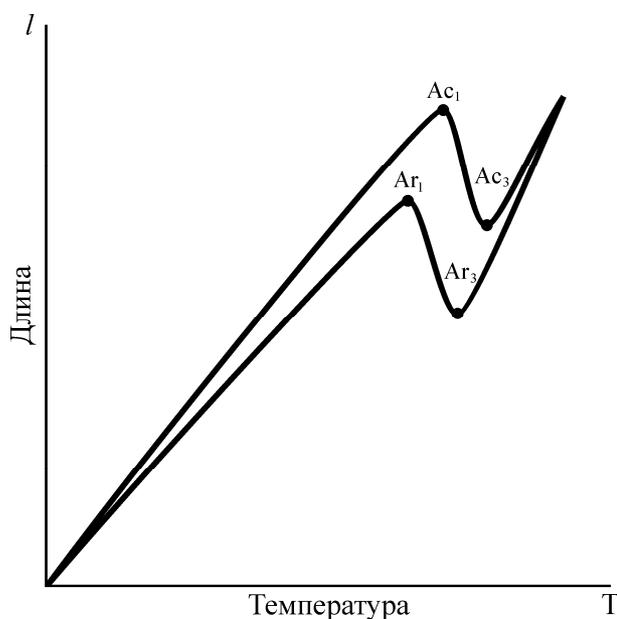


Рисунок 2 - Дилатометрическая кривая нагрева и охлаждения доэвтектоидной стали

При нагреве выше точки  $Ac_3$ , когда превращение закончится, нагреваемый образец удлинится с иным (большим) коэффициентом расширения

ния ( $\alpha_1$ ), соответствующим коэффициенту расширения  $\gamma$ -железа или аустенита

$$l_4 = \alpha_1 \Delta T .$$

В результате на кривой расширения при температурах, соответствующих переходу от  $l_1$  к  $l_3$  и от  $l_3$  к  $l_4$ , наблюдаются перегибы, как показано на рисунке 2.

Критические точки могут быть определены непосредственно по дилатометрической кривой, без дополнительных построений. Сравнение критических точек при нагреве и охлаждении показывает их заметное различие, т. е. температурный гистерезис.

### 1.3 Изучение фазовых превращений

Количественный анализ объемных эффектов фазовых превращений обычно проводится по дилатограммам закаленных сталей, показанных на рисунке 3. Для этого проводят касательные в точках начала и окончания фазовых превращений, методом половинного отрезка определяют величину изменения линейного размера образца ( $\Delta l$ ) с учетом масштаба и вычисляют значение объемного эффекта по формуле

$$\Delta V = \frac{3 \cdot \Delta l}{l} ,$$

где  $l$  - исходная длина образца.

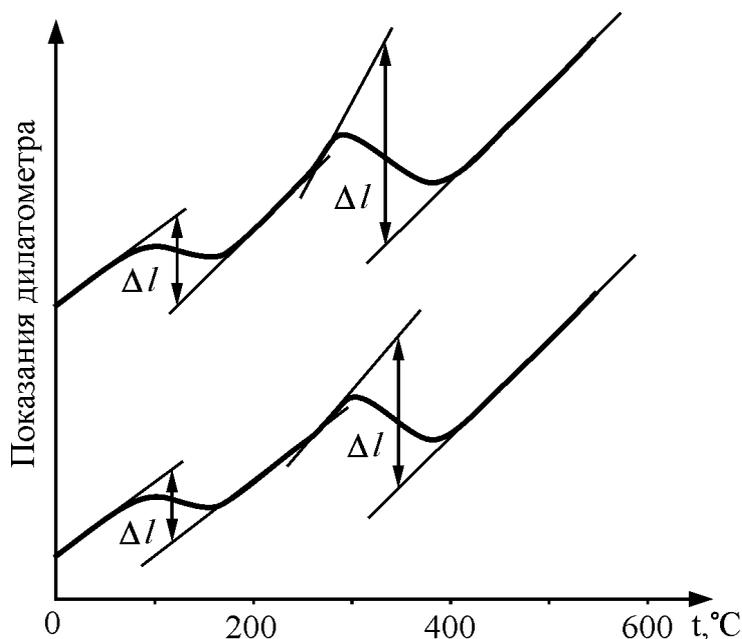


Рисунок 3 – Дилатограммы закаленной стали

Дилатометрические исследования процессов, протекающих при отпуске закаленной углеродистой стали выявляют три температурных интервала изменения длины образцов: уменьшение при 70-150 °С, увеличение при 150-300 °С и снова уменьшение длины при 300-400 °С. Соответствующие превращения при отпуске называются первым, вторым и третьим. Так как исходной является структура, состоящая из мартенсита и аустенита, а удельный объем мартенсита выше, чем у аустенита, то при превращении мартенсита объем будет уменьшаться (сжатие образца). Таким образом первое и третье превращения связаны с изменениями состояния мартенсита, а второе – с изменением состояния аустенита.

Первая стадия распада при отпуске заключается в выделении углерода из мартенсита, при этом наряду с твердым раствором исходной концентрации по углероду, в котором не произошло выделение карбидов, появляется мартенсит, содержащий значительно меньше углерода. В процессе первого превращения при отпуске закаленной стали образуется  $\epsilon$ -карбид с гексагональной плотноупакованной решеткой.

На второй стадии отпуска основным процессом является распад остаточного аустенита. Продуктом распада остаточного аустенита является гетерогенная смесь, состоящая из пересыщенного  $\alpha$ -твердого раствора и карбидной фазы.

При третьем превращении происходит полный дораспад мартенсита и подрастание цементитных пластин.

## **2 Приборы для дилатометрического анализа**

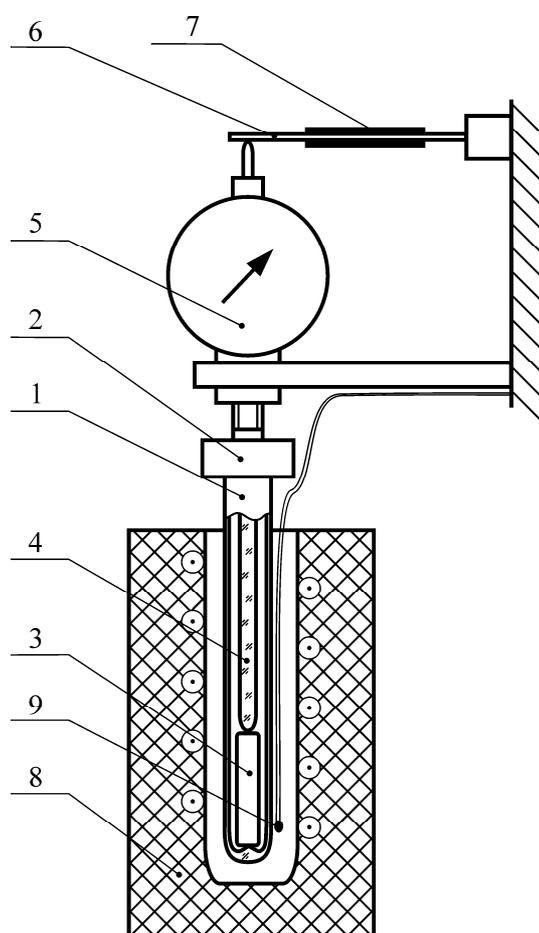
Для регистрации изменений длины применяют различные методы и приборы - дилатометры - механические, оптические и электрические. В первых из них линейное перемещение фиксируется с помощью индикатора или пера на диаграммной бумаге, находящейся на вращающемся барабане, во втором - либо непосредственно различными компараторами, катетометрами или микроскопами, либо с использованием оптического рычага, когда поступательное движение от расширения образца преобразуется во вращательное, фиксируемое по перемещению светового блика на шкале.

Существует несколько конструкций, дилатометров, когда линейное перемещение преобразуется в электрический сигнал, например с помощью фотоэлектрических или электронных ламповых устройств, а также различных датчиков - тензометрических, индукционных или емкостных. На основе таких преобразователей созданы автоматические дилатометры с программным управлением и дилатометры для фиксирования быстропротекающих процессов при скоростном нагреве или охлаждении.

Дилатометры снабжены средствами контроля температуры образцов, а иногда и устройствами, задающими определенную программу нагрева (охлаждения) или изотермической выдержки. Для определения температур в дилатометрах используют термопары, а во многих конструкциях - дила-

тометрические пирометры, т. е. образцы-эталоны, характеризующиеся плавным изменением коэффициента расширения при нагреве или охлаждении. По величине расширения (сжатия) эталона можно точно определить их температуру.

Достоинством таких дилатометрических пирометров является безинерционность и более точная оценка температуры образца, нагреваемого в тех же условиях, что и эталон, поскольку он фиксирует температуру не в какой-либо одной точке, а усредненную по всей длине образца. Дилатометрические пирометры (или эталоны) являются неотъемлемой частью так называемых дифференциальных дилатометров, в которых одновременно фиксируется расширение эталона и разность расширений эталона и исследуемого образца.



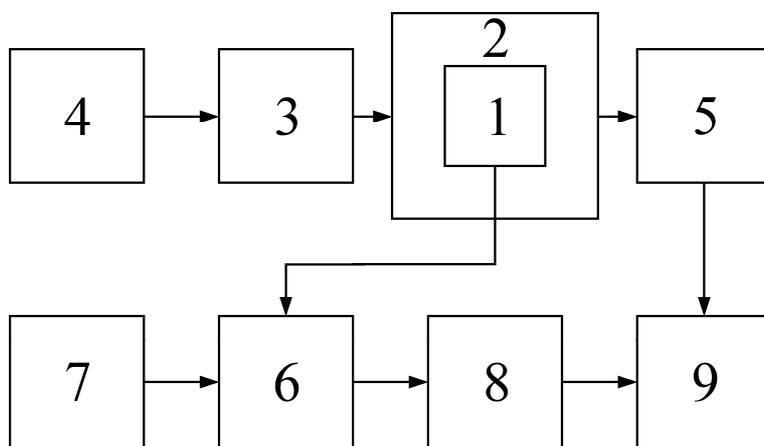
1 – кварцевая трубка, 2 – втулка, 3 – образец, 4 – кварцевый стержень, 5 – индикатор часового типа, 6 – эластичная пластина, 7 – тензодатчики, 8 – нагревательная печь, 9 – термопара

Рисунок 4 – Головка дилатометра

### 3 Устройство дилатометра

Прибор для дилатометрического анализа состоит из головки (собственно дилатометра), изображенного на рисунке 4, и регистрирующего аппарата. В головке имеется запаянная с одного конца кварцевая трубка 1, прочно закрепленная в металлической втулке 2. В трубке помещается образец 3, имеющий форму цилиндрического стержня диаметром 4 мм и длиной 30 мм. Образец упирается в запаянный конец кварцевой трубки и кварцевый стержень 4, перемещение которого передается на индикатор часового типа 5 и эластичную пластину 6, с наклеенными на неё тензодатчиками 7. Перемещение образца вызывает изменение электрического сигнала снимаемого с тензодатчиков. Температура образца изменяется при помощи нагревательной печи 8 и регистрируется термопарой 9, находящейся в непосредственной близости к образцу.

Дилатометр работает по простой схеме. Блок-схема дилатометра показана на рисунке 5. Нагрев образца осуществляется электрической печью, скорость нагрева может изменяться. Сигнал с тензодатчиков, регистрирующих величину перемещения образца, передается через усилительное устройство на вертикальную координату самописца. Температура нагрева образца регистрируется по горизонтальной координате самописца. Таким образом, двухкоординатный самописец осуществляет запись кривой в координатах расширение образца – температура. Масштаб записи по вертикали составляет 660:1. Температура измеряется термопарой хромель-алюмель (ХА), пользуясь градуировочной таблицей 2.



1 – образец, 2 – нагревательное устройство, 3 – блок питания нагревательного устройства, 4 – блок управления тепловым режимом, 5 – устройство для измерения температуры, 6 – устройство для измерения перемещения, 7 – блок питания тензодатчиков, 8 – усилитель электрического сигнала, 9 – двухкоординатный самописец

Рисунок 5 - Блок-схема дилатометра

Таблица 2 - Значения т.э.д.с. термопары ХА (свободные концы при 0°С)

°С	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90
	Т.э.д.с., мВ									
0	0,000	0,397	0,798	1,203	1,611	2,022	2,436	2,850	3,266	3,681
100	4,095	4,508	4,919	5,327	5,733	6,137	6,539	6,939	7,338	7,737
200	8,137	8,537	8,938	9,341	9,745	10,151	10,560	10,969	11,381	11,793
300	12,207	12,623	13,039	13,456	13,874	14,292	14,712	15,132	15,552	15,974
400	16,395	16,818	17,241	17,664	18,088	18,513	18,938	19,363	19,788	20,214
500	20,640	21,066	21,493	21,919	22,346	22,772	23,198	23,624	24,050	24,476
600	24,902	25,327	25,751	26,176	26,599	27,022	27,445	27,867	28,288	28,709
700	29,128	29,547	29,965	30,383	30,799	31,214	31,629	32,042	32,455	32,866
800	33,277	33,686	34,095	34,502	34,909	35,314	35,718	36,121	36,524	36,925
900	37,325	37,724	38,122	38,519	38,915	39,310	39,703	40,096	40,488	40,879

### ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

1. Подготовить прибор для проведения испытания.
2. Провести испытания на стальных образцах с разным содержанием углерода, в отожженном и закаленном состоянии.
3. Определить средний коэффициент линейного расширения в интервале температур.
4. Определить истинный коэффициент линейного расширения.
5. Определить температуру критических точек при нагреве и охлаждении стали.
6. Определить величину фазовых превращений при отпуске стали.

### ЛИТЕРАТУРА

1. Лившиц Б.Г., Крапошин В.С., Линецкий Я.Л. Физические свойства металлов и сплавов. М. «Металлургия», 1980. 320 с.
2. Материаловедение. Методы анализа, лабораторные работы и задачи. Геллер Ю.А., Рахштадт А.Г. М.: Metallurgy, 1983, 384 с.
3. Превращения при отпуске стали. Белоус М.В., Черепин В.Т., Васильев М.А. М., «Металлургия», 1973, 232 с.
4. Черепин В.Т. Экспериментальная техника в физическом материаловедении. Киев, Изд-во «Техніка», 1968, с.196.

Методическое указание  
к лабораторной работе по дисциплинам «Механические и физические свойства материалов» и «Методы исследования материалов и процессов» для студентов направления 551600 «Материаловедение и технология новых материалов» и специальности 120800 «Материаловедение в машиностроении» очной и заочной форм обучения

Составитель: Н.Л. Венедиктов, к.т.н., доцент

Подписано к печати  
Заказ №  
Формат 60x90 1/16  
Отпечатано на RISO GR 3750

Бум. писч. № 1  
Уч.- изд. л.  
Усл. печ. л.  
Тираж 50 экз.

---

**Издательство «Нефтегазовый университет»**  
Государственное образовательное учреждение высшего профессионально-  
го образования  
«Тюменский государственный нефтегазовый университет»  
625000, г. Тюмень, ул. Володарского, 38  
Отдел оперативной полиграфии издательства «Нефтегазовый университет»  
625000, г. Тюмень, ул. Володарского, 38