

## Záró szakmai beszámoló

a „*Acélok karbidkiválási folyamatainak vizsgálata; a szemcsehatárok és szemcseorientáció szerepe*” című, T048895 számú OTKA-projekthez

### 1. Ausztenites acélok vizsgálata

A kutatás első részében AISI 316 típusú ausztenites acélokat húzásnak és kisciklusú mechanikai fárasztásnak vetettünk alá. Azt vizsgáltuk, hogy az ilyen jellegű igénybevétel milyen hatással van a kialakuló szemcsehatár-szerkezetre.

A vizsgálatokat visszaszórtelektron-diffrakciós (Electron Back Scatterint Diffraction, EBSD) technikával végeztük Ennek a módszernek az az egyik nehézsége, hogy a minták vágásakor a felületen kialakuló sérült, eltorzult szerkezetű réteget el kell távolítani. A hagyományos mintaelőkészítési módszerek erre nem alkalmasak, ezért először azt vizsgáltuk meg, milyen technikával lehet a legjobb minőségű elektrondiffrakciót elérni.

Mivel az irodalom a kolloid szilikás mechanikus polírozást javasolja, mint általánosan működő módszert az EBSD-mérésekre történő előkészítéshez, ezért először így próbáltuk a mintákat előkészíteni. A csiszolást hagyományos módon végeztük 2400-as csiszolópapírig, majd 10 percig 0,5  $\mu\text{m}$ -es  $\text{AlO}_2$ -os polírozószerrel fényesítettük. Ekkor a minta felülete látszólag teljesen karcmentes lett. A polírozást 20 perces 0,05  $\mu\text{m}$ -es kolloid szilika szuszpenzióval folytatjuk. Ekkor mind szabad szemmel, mind fémmikroszkóp alatt a minta felülete karcmentesnek tekinthető, és nyoma sincs túlpolírozásnak. Ha az így előkészített mintát EBSD mérésnek vetettük alá, értékelhetetlen eredményeket (Kikuchi-ábrákat) kaptunk. Miután a tisztán mechanikai polírozás nem vezetett eredményre, a kolloid szilikás polírozás után enyhén megmarattuk a minták felületét. Fémmikroszkóppal vizsgálva a mikromaratott mintákat azt tapasztaltuk, hogy a felület zavaros lett, korrodált jelleget mutat, valamint erős karcok jelentek meg a maratás előtt szinte karcmentes csiszolaton. Ez csak akkor lehetséges, ha a szakirodalom eredményeivel szemben az ausztenites acélon kialakult a Beilby-réteg, mely a maratás előtt befedte a karcokat, és melynek egy részét a marószert eltávolította, a megmaradt része pedig zavarossá tette a szövetszerkezetet. Ekkor helyenként mérhető pontokat kaptunk, de EBSD mérésre továbbra is alkalmatlan volt a minta a hibás pontok nagy aránya miatt. Ezután 2 ciklusban tovább políroztuk és marattuk a mintákat. A folyamat végén a szövetszerkezet kitisztult, a karcok túlnyomórészt eltűntek, és a minta alkalmassá vált az orientációs mérés elvégzésére is. A mechanikai polírozás és a maratás kombinálásának sikerét valószínűleg nem az okozza, hogy a maratással láthatóvá téve a Beilby-réteget, addig polírozzuk a mintát, amíg a Beilby-réteget teljesen el nem távolítottuk. Ha ez igaz lenne, akkor a polírozási ciklusok összeadott idejét egy ciklusban elvégezve, ugyanerre az

eredményre kellene jutnunk. Mivel ez nem következik be, a maratás szerepe nem a Beilby-réteg láthatóvá tételében, hanem éppen annak eltávolításában a legfontosabb. Ez azt jelenti, hogy a réteget, melyet a polírozással szétkenünk a minta felületéből, a maratással eltávolítjuk. Tisztán maratást végezve, a minta nem lesz alkalmas az EBSD-mérés végrehajtására, mert először nem kapunk megfelelően értékelhető Kikuchi-ábrákat, majd túlmaródik a felület.

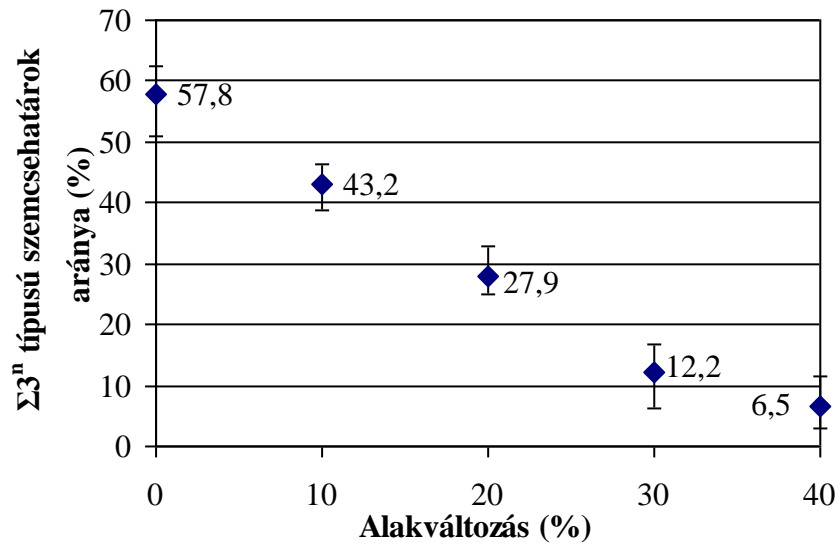
A mintaelőkészítési technika pontos kidolgozása után az ausztenites acélok szemcsehatárolajdonságait vizsgáltuk alakítás, hőkezelés, majd a kettő kombinációja (termomechanikus kezelés) hatására.

Egy korábbi, AISI 304 típusú acélon végzett kísérletek eredményeinek ismeretében elvégeztük a képlékenyalakítás hatásának vizsgálatát ugyanezen acél csökkentett széntartalmú típusain: AISI 304L (MSZEN10088/3-2005 szerint 1.4307) és AISI 316 (MSZEN10088/3-2005 szerint 1.4401) típusú acélon. A korábbi vizsgálatól eltérően hidegalakítást itt nem hengerlés, hanem 5, 10, 20, 30 és 40%-os nyújtás jelentette.

Az azonos kiindulási állapot elérése érdekében minden mintát kilágyítottunk (1050 °C-on 30 percig hőn tartottuk, majd vízben lehűtöttük) az alakítás előtt. A szakítógéppel végzett képlékenyalakítás után 12×10×10 mm-es darabokat vágunk ki a visszaszórtelektron-diffrakciós mérések céljára.

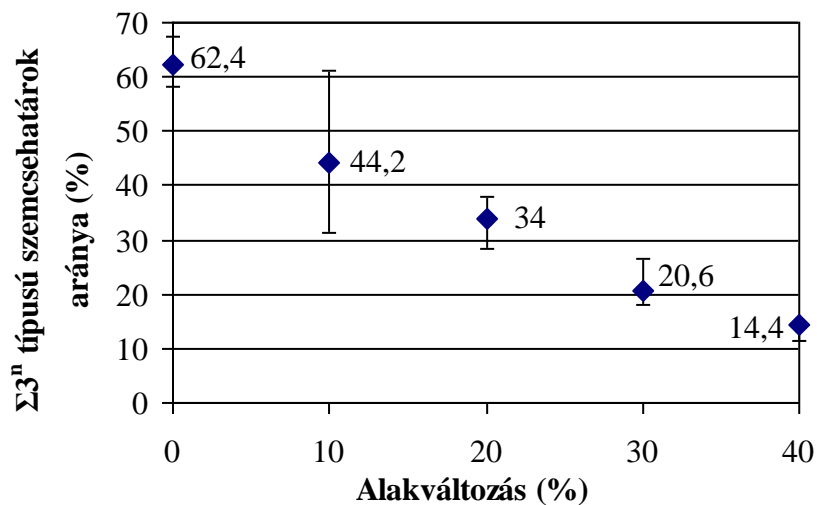
A polírozás-maratással előkészített mintákon 1000×500 μm-es felületet vizsgáltunk, 5 μm lépésközzel. A szemcséken belül megengedett legnagyobb orientációkülönbséget 5 fokra állítottuk, a legkisebb szemcseméretet pedig 5 pontban határoztuk meg. Nagyszögű szemcsehatárok közé a 15 foknál nagyobb orientációkülönbségű szemcsehatárokat soroltuk. A CSL-határok felismerésére a méréseknél a Brandon-kritériumot használtuk.

Az 1. ábra az AISI 316 típusú húzási igénybevételnek kitett acél  $\Sigma 3^n$  szemcsehatárainak arányát mutatja meg a deformáció mértékének függvényében. A  $\Sigma 3^n$  típusú szemcsehatárok aránya csökkent a deformáció mértékének növekedésével (1. ábra).



1. ábra.  $\Sigma 3^n$  típusú szemcsehatárok aránya az AISI 316 típusú acélban a megnyúlás függvényében

A fenti kísérletet elvégeztük AISI 304L típusú acél esetében is: a 2. ábra a húzási igénybevételnek kitett acél  $\Sigma 3^n$  típusú szemcsehatárainak arányát mutatja meg a deformáció mértékének függvényében.

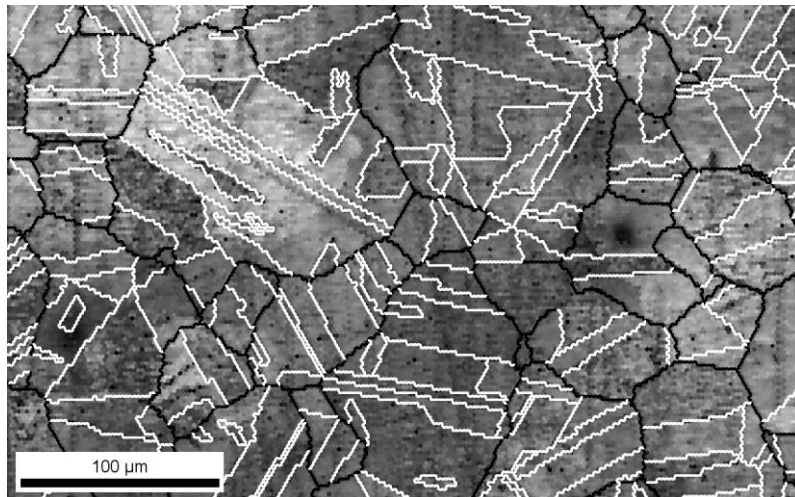


2. ábra.  $\Sigma 3^n$  típusú szemcsehatárok aránya az AISI 304L típusú acélban a megnyúlás függvényében

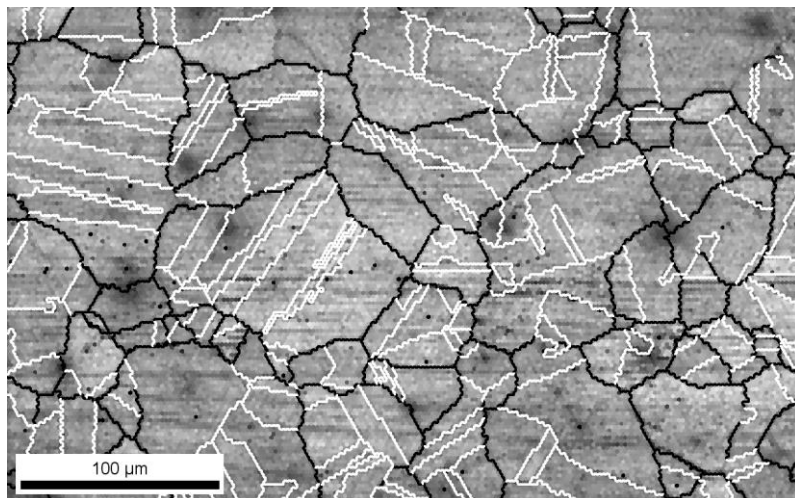
A húzott AISI 304L típusú minták vizsgálatakor a  $\Sigma 3^n$  típusú szemcsehatárok aránya csökkent a deformáció mértékének növekedésével, tehát hasonló eredményt kaptunk, mint korábban a hidegen hengerelt AISI 304 és a megnyújtott AISI 316 típusú acélminták esetében. Ha a húzott 304L és 316-os minták eredményeit a hengerelt 304-es acél eredményeivel összehasonlítjuk, látható, hogy mindhárom esetben csökkent a CSL-határok aránya a deformáció növelésével, de a csökkenés a húzott mintáknál nem volt olyan egyenletes, mint a hengerelt mintáknál. A CSL-határok arányának csökkenésére mindhárom esetben az

szolgáltat magyarázatot, hogy a képlékeny alakítás során a kisenergiájú rendezett szerkezetű CSL-határok egy része nagyobb energiájú, rendezetlen szerkezetű véletlenszerű határokká alakul.

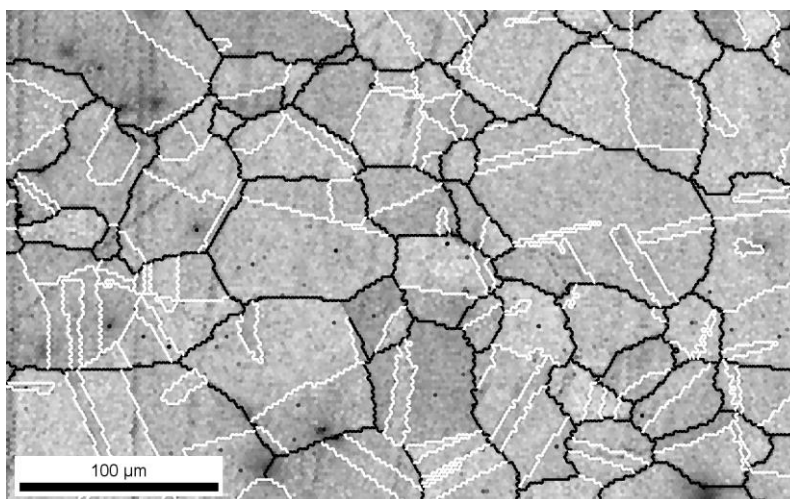
A képlékenyalakítás hatásának vizsgálata után a termomechanikus kezelések másik alkotóelemének, a hőkezelésnek a hatását kutattuk az AISI 304 típusú ausztenites acél esetében. A mintákat először 1050 °C-on kiizzítottuk, majd vízben lehűtöttük. Ezután 600 °C-ra felmelegítettük, majd különböző ideig hőn tartottuk őket. 15, 30, 60, 90, 120, ill. 150 perc elteltével kivetítettük a mintákat a kemencéből, és levegőn hűtöttük őket szobahőmérsékletre. Az EBSD mérések során maximum 10 fokos orientációkülönbséget engedték meg a szemcséken belül, a legkisebb szemcseméretet pedig 10 pontra állítottuk. Mindegyik mintánál 800×400 μm-es felületet vizsgáltunk 2 μm lépésközzel. A kapott szemcsehatár-szerkezet a 3. ábrán látható. Megfigyelhető a lágyítási ikrek nagy mennyiségben történő előfordulása a szemcsehatár-hálózatban.



3.a. ábra. A 30 percig hőn tartott minta szemcsehatár-szerkezete



3.b. ábra. A 90 percig hőn tartott minta szemcsehatár-szerkezete



3.c. ábra. A 150 percig hűtött minta szemcsehatár-szerkezete

Harmadik lépésként a termikus és mechanikus kezelések egymás utáni elvégzésének hatását vizsgáltuk. A változó paraméterek a ciklusszám, az alakváltozás mértéke és a hűtési idő volt. Az alábbi táblázatok mutatják a vizsgált minták tulajdonságait.

Minta jele	A mintákon elvégzett termomechanikus kezelések
1C25	Hengerlés (25%); hőkezelés (1050 °C, 30 perc)
2C25	Hengerlés első szakasza; hőkezelés (1050 °C, 30 perc); hengerlés második szakasza; hőkezelés (1050 °C, 30 perc) /teljes alakváltozás: 25%/
1C50	Hengerlés (50%); hőkezelés (1050 °C, 30 perc)
2C50	Hengerlés első szakasza; hőkezelés (1050 °C, 30 perc); hengerlés második szakasza; hőkezelés (1050 °C, 30 perc) / teljes alakváltozás: 50%/

1. táblázat. A minták jelölése és a rajtuk elvégzett termomechanikus kezelések. A hőkezeléseket minden esetben vízűtés követte.

Minta jele	A mintákon elvégzett termomechanikus kezelések
TM0	Hengerlés; /teljes alakváltozás: 25%/
TM5	Hengerlés első szakasza; hőkezelés (1050 °C, 5 perc); hengerlés második szakasza; hőkezelés (1050 °C, 5 perc) /teljes alakváltozás: 25%/
TM10	Hengerlés első szakasza; hőkezelés (1050 °C, 10 perc); hengerlés második szakasza; hőkezelés (1050 °C, 10 perc) /teljes alakváltozás: 25%/
TM15	Hengerlés első szakasza; hőkezelés (1050 °C, 15 perc); hengerlés második szakasza; hőkezelés (1050 °C, 15 perc) /teljes alakváltozás: 25%/

TM20	Hengerlés első szakasza; hőkezelés (1050 °C, 20 perc); hengerlés második szakasza; hőkezelés (1050 °C, 20 perc) /teljes alakváltozás: 25%/
TM30	Hengerlés első szakasza; hőkezelés (1050 °C, 30 perc); hengerlés második szakasza; hőkezelés (1050 °C, 30 perc) /teljes alakváltozás: 25%/

2. táblázat. A minták jelölése és a rajtuk elvégzett termomechanikus kezelések.  
A hőkezeléseket minden esetben vízhűtés követte.

A vizsgálatok elvégzése után a következő megállapítások tehetők:

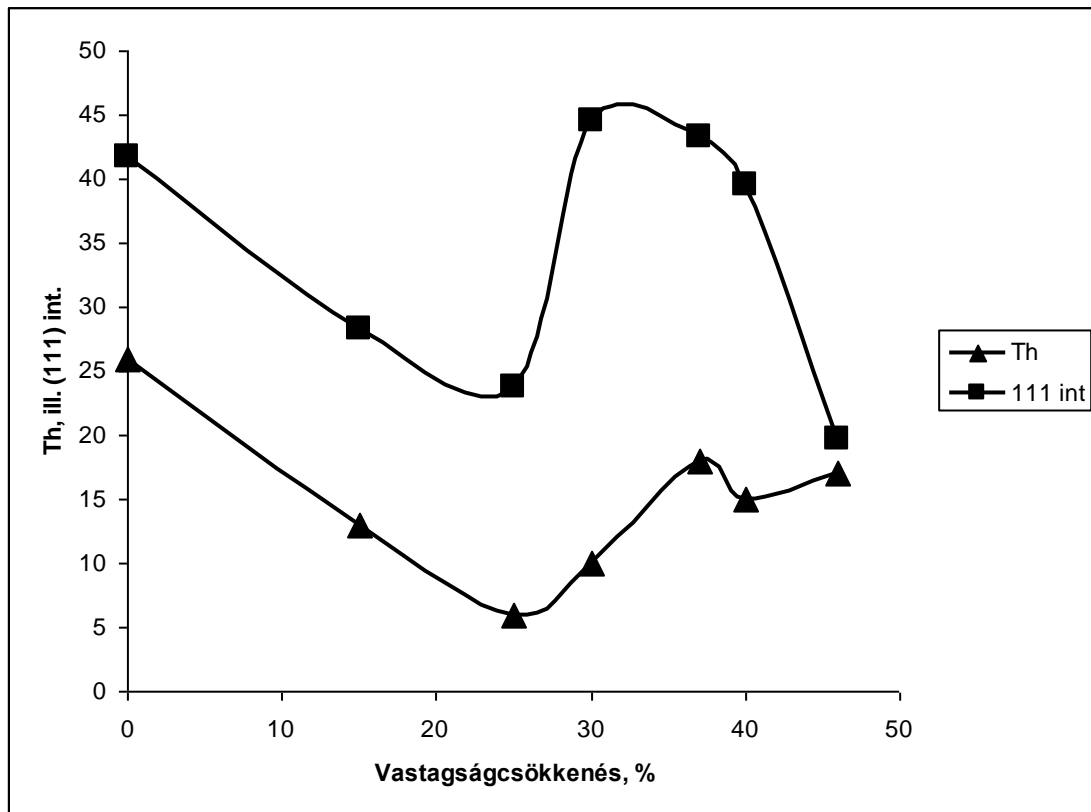
A különböző idejű hőkezelést (5-30 perc; 1050 °C; majd vízhűtés), de egyformán 25% alakváltozást tartalmazó kétciklusú termomechanikus kezelés után az AISI 304 típusú acélban a CSL-határok részaránya független az alkalmazott hőkezelés időtartamától. A koherens ikerhatárok aránya a hőkezelés idejének növelésével nő, de a véletlenszerű szemcsehatárok mennyisége lényegesen nem változik. Az öt perces hőkezelést tartalmazó termomechanikus kezelés esetében a legnagyobb a CSL-határok és a koherens ikerhatárok arányaiból képzett különbség (35,2%) és az olyan tripla kapcsolódási pontok aránya (5,5%), amelyeknél a véletlenszerű szemcsehatár-szerkezet megszakad. Gazdaságossági szempontból ezért a rövidebb idejű hőkezelés a célravezető, ha a szemcsehatár mentén terjedő folyamatokkal szembeni ellenálló képesség szempontjából előnyös szemcsehatár-szerkezet kialakítása a cél.

## 2. Ferrites acélok vizsgálata

A térben középpontos köbös szerkezetű Armco-vason végrehajtott 0-53% hidegalakítást és újrakristályosító hőkezelést tartalmazó termomechanikus kezelések során elért legnagyobb mért CSL-határ részarány (7,6%) töredéke a felületen középpontos köbös szerkezetű ausztenites acélok esetében tapasztaltaknak. Ennek legfőbb oka az ausztenites acélra jellemző újrakristályosítási vagy lágyítási ikrek megjelenésének hiánya, de a különbség még akkor is jelentkezik, ha az ausztenites acéloknál a hőkezelés során keletkezett koherens ikerhatárokat nem vesszük figyelembe, csak az egyéb speciális szemcsehatárokat. Az Armco-vas speciális szemcsehatárainak aránya független a végrehajtott termomechanikus kezeléseknél alkalmazott képlékenyalakítás mértékétől és a hőkezelés típusától.

Ezután zománcozható acélminőségeket vizsgáltunk, melyek egyik legfontosabb mérhető paramétere a hidrogén-átbocsátási képesség. Ha ez az érték nagy, akkor a lemezen áthaladó hidrogén buborékokat képez a zománcreteg és a lemez között, melynek következtében a zománcreteg felpikkelyesedik. Vizsgálataink során azt vizsgáltuk, hogy a lemez hengerlése

során kialakuló textúra és a hidrogén-átbocsátási tényező hogyan viszonyul egymáshoz. Arra az eredményre jutottunk, hogy a hengerlés során kialakuló (111) textúra intenzitása szoros kapcsolatban van a hidrogén-átbocsátási tényezővel, amint ezt a 4. ábra is mutatja. az ábrán a vízszintes tengelyen a hengerlés által okozott vastagságcsökkenés látható százalékban, a függőleges tengelyen pedig a hidrogén-átbocsátási tényező illetve az (111) textúra intenzitása látható.



4. ábra

A hengerlés mértéke, és a hidrogén-átbocsátási tényező, valamint az (111) textúra intenzitása

Fenti eredményeink arra sarkallnak minket, hogy bár az OTKA-projekt lejárt, a kutatást tovább folytassuk. A továbbiakban a hengerlést egyéb paraméterek mellett is el kívánjuk végezni, illetve összefüggést szeretnénk találni a karbidok összetöredezése és az orientáció között.