

Armco-vas speciális szemcsehatárainak vizsgálata EBSD-vel

Gaál Zoltán, Dr. Szabó Péter János, Dr. Ginsztler János

Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Anyagtudomány és Technológia Tanszék,
BME-MTA Fémtechnológiai Kutatócsoport

Összefoglalás

Armco-vas mintákon vizsgáltuk a termo-mechanikus kezelés hatását a speciális szemcsehatárokra. Háromfajta hőkezelést alkalmaztunk: újrakristályosító hőkezelést, ausztenitesítő hőkezelést és a kettő kombinációját. EBSD (Electron Back Scattered Diffraction) vizsgálatok kimutatták, hogy az alkalmazott termikus-mechanikus kezelések nem változtatták meg jelentős mértékben a szemcsehatárok típusait, de a szemcseméret és a szemcséken belüli deformáció számottevően változott a kezelések hatására.

1 Bevezetés

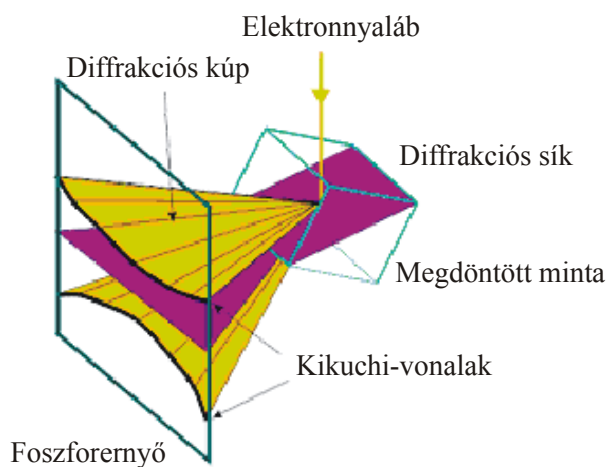
A szemcsehatár-technológiák (Grain Boundary Engineering - GBE) magába foglalják azokat az eljárásokat, melyek segítségével az ún. speciális és véletlenszerű szemcsehatárok arányát befolyásoljuk az anyag egyes tulajdonságainak (korrózióállóság, kúszásállóság és hegeszthetőség) javítása érdekében [1]. A szemcsehatár-szerkezet megváltoztatása céljából megnövelik a Coincident Site Lattice („egybeeső rácshely”) modell által jellemzett speciális orientációjú szemcsehatárok mennyiségét az anyagban [2,3].

A Coincident Site Lattice (CSL) határok speciális tulajdonságú szemi-koherens szemcsehatárok, melyeket az ún. Σ értékek segítségével jellemzünk. A CSL-határok azért speciálisak a kristályszerkezetben, mert ezeknél a szemcsehatár síkjában elhelyezkedő atomok egy meghatározott százaléka a határ mentén található mindkét szemcse kristályrácsának része, és gyakran speciális tulajdonságokat hordoznak. A Σ érték az egybeeső atomok arányát adja meg, pl. $\Sigma 5$ -ös határban minden ötödik atom fekszik a koherens kristálysíkban. Jelenleg köbös kristályszerkezetű anyagokban tudjuk vizsgálni a CSL-határokat orientáció leképezéses mikroszkópia (Orientation Image Microscopy - OIM) segítségével. A CSL-határok felismertetésénél tőrést használunk, melyet a $\Delta = K/\Sigma^n$ egyenlet ad meg. Az általánosan használt értékek a $K=15$ fok és $n=1/2$. Ez az ún. Brandon-kritérium [5], de ritkábban használatos az ennél szigorúbb, ún. Palumbo-kritérium is.

A legújabb szemcsehatár-szerkezeti vizsgálatok során bebizonyították, hogy a szemcsehatármenti jelenségek (szemcsehatár diffúzió, kiválások, korrózió, stb.) erősen függenek a határ környezetének kristályszerkezetétől és a szemcsehatár atomi szerkezetétől. Ezeket a jelenséget nikkal [6], nikkal ötvözetek [7] és ausztenites acélok esetében is tapasztalták [8,9].

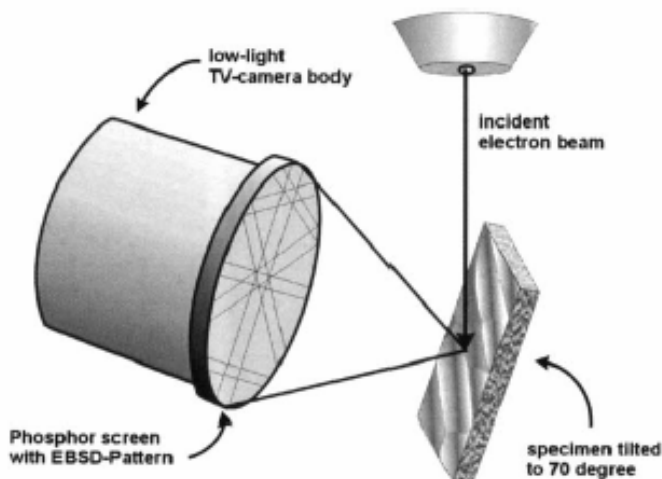
A visszaszórt elektron diffrakció (EBSD) egy olyan mikroszerkezet-vizsgálati módszer, amelynek segítségével diffrakciós adatokat nyerhetünk tömbi mintákból, pásztázó elektronmikroszkópban. Pontosabban lehet vele a mikroszerkezeti paramétereket meghatározni, mint bármely más leképező módszerrel (pl. a szemcsék méretét és alakját, a szemcsehatárok orientációját és típusát). A pásztázó elektronmikroszkópban 70 fokban megdőntött minta felületén áthatoló elektronok a Bragg-törvény szerint diffraktálódnak. A diffraktált elektronok diffrakciós kúpok (ún. Kossel-kúpok) mentén hagyják el a minta felületét (1. ábra). A diffrakciós

kúpoknak a fluoreszkáló ernyővel képzett metszésvonalai az ún. Kikuchi-vonalak, amelyek jellemzőek a minta kristályszerkezetére.

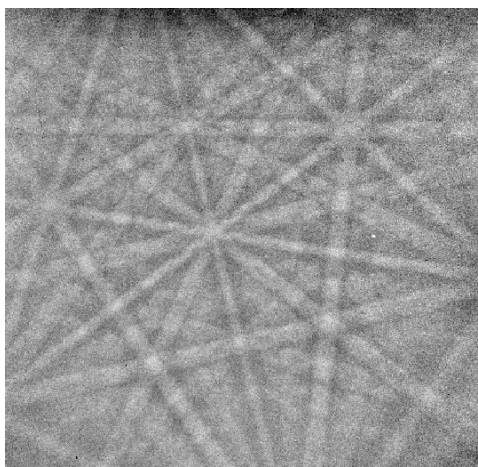


1. ábra: A visszaszórt elektron-diffrakció alapelve.

A Kikuchi-vonalak alkotják az EBSD detektorán a Kikuchi-ábrákat (**2. ábra**), amelyet az EBSD-hez kapcsolt számítógép szoftvere a kijelzőn a kezelő számára minden pontban megjelenít (**3. ábra**). Ezekből az adatokból a szemcsék és indirekt módon a szemcsehatárok tulajdonságai meghatározhatóak.



2. ábra: A Kikuchi-ábra leképezése



3. ábra: Kikuchi-ábra

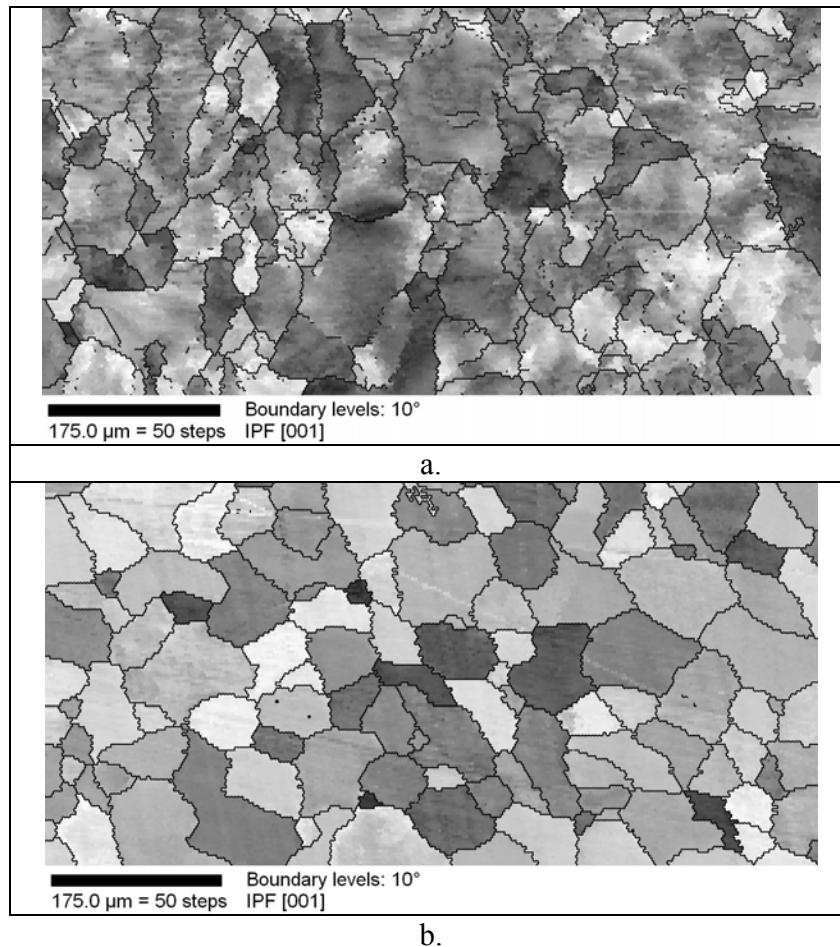
2 Vizsgálatok

Lágyított Armco-vas mintákat hidegen hengereltünk különböző mértékben. A különböző minták vastagságcsökkenése 12%, 23% ill. 53% volt. Ezután az egyik sorozat mintát 950° C-on 10 percen át ausztenitesítettük, egy másik mintasorozatot 870 °C -on 60 perces újrakristályosító hőkezelésnek vettünk alá, míg a harmadik sorozatot ausztenitesítettük az újrakristályosító hőkezelés után (azaz 870 °C -on 60 perces újrakristályosítottuk, levegőn lehűtöttük majd 950° C-on 10 percig hőkezeltük). A mintákból 10x10x3 mm-es darabokat vágunk ki vizsgálatok céljából. A hagyományos mintaelőkészítés után (csiszolás és polírozás) a mintákat a Beilby-réteg eltávolítása céljából 0.02 μm -es finomságú kolloid-szilika segítségével 20 percig políroztuk. A mintákon EBSD vizsgálatokat végeztünk egy EDAX-TSL EBSD-rendszerrel felszerelt Philips XL-30 típusú pásztázó elektronmikroszkóppal.

3 Mérési eredmények és értékelés

Ahogy az előbbieken már említettük, az EBSD vizsgálat leképezi az anyag kristályszerkezetét, így a szemcsehatárok tulajdonságait indirekt módon lehet meghatározni. A termikus-mechanikus kezelésnek alávetett minták esetében a CSL-határok a szemcséken belüli adatokból kerültek meghatározásra. A szemcse definíciója EBSD analízis esetében teljesen különbözik a konvencionális metallográfiában használatos definíciótól. EBSD vizsgálat esetében a felhasználó definiálja azt a minimális orientációkülönbséget, mely felett a berendezés az egyes tartományokat különböző szemcséknek tekinti. Egy másik, a felhasználó által definiált kritikus jelentőséggel bíró paraméter a legkisebb szemcseméret, mely azt a minimális képpontszámot adja meg, melyet külön szemcsének tekinthet a szoftver. Ezeket a definíciókat használva, 10 fokos minimális orientációkülönbséget és 20 pixeles minimális szemcseméretet beállítva készült inverz pólusára térkép látható a hidegen hengerelt mintáról (53%-os alakváltozás mellett) a **4a ábrán**. Meg kell azonban jegyezni, hogy az inverz pólus ábrák színes térképek, a különböző orientációjú tartományoknak megfelelően különböző színekkel, de mivel jelen vizsgálatban a szemcsék pontos orientációja nem játszik fontos szerepet, csak az ábra fekete-fehér transzformáltját tüntettük fel. A transzformáció ellenére megfigyelhető, hogy a szemcséken belül az orientáció

változik, ami arra utal, hogy a nagy deformáció miatt szubszemcsék alakultak ki a szemcséken belül. A **4b ábrán** 53%-osan alakított újrakristályosított minta inverz pólusábrája látható.



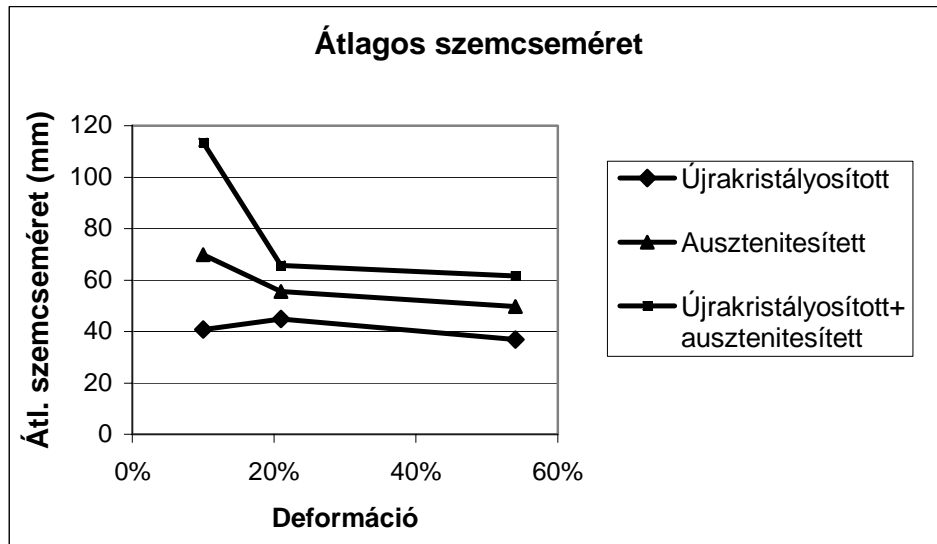
4. ábra: Inverz pólus ábra fekete-fehér transzformáltja az a.) hidegen alakított minta; b.) újrakristályosított minta esetében.

Az **1. táblázat** tartalmazza a speciális (CSL) határok részarányát a különböző termikus-mechanikus kezelések után. A részarányok számításakor a CSL-határok hosszát osztottuk a szemcsehatár-hálózat teljes hosszával. A táblázat adatai alapján látható, hogy nincs határozott kapcsolat a termikus-mechanikus kezelések és a speciális határok mennyisége között, ami azt jelenti, hogy a TTK Armco vas nem érzékeny az alkalmazott termikus-mechanikus kezelésekre a szemcsehatár-szerkezet szempontjából.

Hőkezelés típusa	Hideghengerlés, magasságcsökkenés, [%]			
	0	12	23	53
<i>hőkezeletlen</i>	--	--	--	1.6
<i>újrakristályosított</i>	--	6.3	2	3.9
<i>ausztenitesített</i>	--	0.6	1.9	7.6
<i>újrakristályosított + ausztenitesített</i>	--	0.9	1.5	1.5

1. táblázat: CSL-határok részaránya különböző mértékű hideghengerlés és hőkezelés után

Ezzel szemben a termikus-mechanikus kezelések befolyásolták a szemcseméretet. A **5. ábra** mutatja a szemcseméret alakulását a különböző hőkezelések esetén, a hideghengerlés okozta alakváltozás mértékének függvényében. Megfigyelhető, hogy az alakváltozás növelésével a végső szemcseméret kisebb lett, és a legnagyobb szemcseméret az újrakristályosítás+ausztenitesítő hőkezelés után tapasztalható.



5. ábra: Átlagos szemcseméret alakulása különböző hőkezelések után a deformáció függvényében

4 Következtetés

Armco-vas mintákon vizsgáltuk a termikus-mechanikus kezelés hatását a különleges szemcsehatárookra. Megfigyeltük, hogy a kezelés nem volt jól definiálható összefüggésben a CSL-határok részarányával a mintákban, de jelentősen befolyásolta az átlagos szemcseméretet. A vizsgálatok alapján úgy tűnik, hogy a térben középpontos szerkezetű vas nem érzékeny az alkalmazott termikus-mechanikus kezelésre a szemcsehatár-szerkezet szempontjából.

IRODALOM

- [1] W. E. Ritz, JOM, 1998 February, pp. 39.
- [2] M. L. Kronberg, F. H. Wilson, Trans AIME 185 (1949) 501.
- [3] H. Grimmer, W. Bollmann, D. H. Warrington, Acta Crystallog. A30 (1974) 599.
- [4] OIM Analysis Manual. TSL-EDAX, 2001.
- [5] Electron Backscatter Diffraction in Materials Science, ed. A. J. Schwartz, M. Kumar, and B. L. Adams, Kluwer Academic/Plenum Publishers 2000.
- [6] G. Palumbo, K. T. Aust, Acta Metal Mater 38 (1990) 2343.
- [7] P. Lin, G. Palumbo, U. Erb, K. T. Aust, Scripta Metal Mater 33 (1995) 1387.
- [8] M. Shimada, H. Kokawa, Z. J. Wang, Y. S. Sato, I. Karibe, Acta Mater 50 (2002) 2331.
- [9] M Kumar, A. J. Schwartz, W. E. King, Acta Mater.