



GÉPÉSZMÉRNÖKI KAR

Anyagtudomány és Technológia Tanszék

Speciális szemcsehatárok arányának módosítása acélokban

Tézisfüzet

Gaál Zoltán

okleveles gépészmérnök

Témavezető:

Dr. Szabó Péter János

egyetemi docens

BUDAPEST

2009

8. Tézisekhez nem kapcsolódó közlemények

- [9] **Gaál, Z.**, Szabó, P.J., Ginsztler, J., Horganyzott acéllemezek intermetallikus rétegeinek vizsgálata elektronmikroszkóppal, Kohászat, Országos Magyar Bányászati és Kohászati Egyesület, 136. évf. **5** (2003) 183-187
- [10] **Gaál, Z.**, Szabó, P.J., Die kontrollierte Veränderung der Korngrenzeigenschaften Frühlingsakademie, Wissenschaftliche Mitteilungen der 17. Frühlingsakademie, Budapest (2005) 37-41 (ISBN 963866973x)
- [11] Ginsztler, J., Szabó, P.J., **Gaál, Z.**, Szemcsehatár-vizsgálat pásztázó elektronmikroszkópban, Gépgyártás, XLV. 5. (2005) 9-13 (ISSN 0016-8580)
- [12] Ginsztler, J., Szabó, P.J., **Gaál, Z.**, Measuring techniques and their applications in damage analysis, Proceedings of Fifth Conference on Mechanical Engineering, Budapest (2006) CD-ROM (ISBN9635934653)
- [13] **Gaál, Z.**, Szabó, P.J., Ginsztler, J., Szemcsehatár-kutatások ausztenites acélokban, Konferenciakiadvány (OGÉT 2006 XIV. Nemzetközi Gépész Találkozó), Marosvásárhely (2006) 135-138 (ISBN109737840100)
- [14] Prohászka, J., **Gaál, Z.**, A rugalmassági határ szórásának oka, Gép, LVII. évf. **11** (2006) 25-28
- [15] **Gaál, Z.**, Szabó, P.J., A termomechanikus kezelés hatása a szemcsehatárookra, Műszaki Szemle **38** (2007) 118-122 (ISSN14540746)

Az értekezés bírálatai és a védésről készült jegyzőkönyv a későbbiekben a Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem Gépészmérnöki Karának Dékáni Hivatalában megtekinthetők.

7. A tézispontokhoz kapcsolódó tudományos közlemények

- [1] **Gaál, Z., Szabó, P.J.**, Effect of thermo-mechanical treatment on the grain boundaries of Armco-iron, Proceedings of Fourth Conference on Mechanical Engineering, Vol.1., Budapest, (2004) 72-76 (ISBN9632147480)
- [2] **Gaál, Z., Szabó, P.J.**, Die Effekte der thermo-mechanischen Behandlungen auf die speziellen Kerngrenzen, Wissenschaftliche Mitteilungen der 16. Frühlingsakademie, Budapest (2004) 31-34 (ISBN9638669705)
- [3] **Gaál, Z., Szabó, P.J., Ginsztler, J.**, Armco-vas speciális szemcsehatárainak vizsgálata EBSD-vel, Anyagok Világa, 5. évf. **1** (2004) (ISSN15860140)
- [4] **Gaál, Z., Szabó, P.J.**, CSL-határok Armco-vasban, Műszaki Szemle **26** (2004) 25-28 (ISSN14540746)
- [5] **Gaál, Z., Szabó, P.J., Ginsztler, J.**, A minta-előkészítés hatása a visszaszórt elektron-diffrakció képminőségére AISI 304-es acéltípus esetében, Anyagok Világa, VII. évf. **1** (2007) (ISSN15860140)
- [6] **Gaál, Z., Szabó, P.J.**, Evolution of Grain Boundaries in Austenitic Stainless Steels; Materials Science Forum **537-538** (2007) 355-361 (ISSN 0255-5476)
- [7] **Gaál, Z., Szabó, P.J., Ginsztler, J.**, Evolution of Special Grain Boundaries in Austenitic Stainless Steels, Materials Science Forum **589** (2008) 19-24 (ISSN02555476)
- [8] **Gaál, Z., Szabó, P.J., Ginsztler, J.**, AISI 304 típusú acél szemcsehatárainak tudatos módosítása, Műszaki Szemle (2008) 136-140 (ISSN14540746)

1. A kutatások előzménye

A megnövelt korrózióállóságú fém alkatrészek létrehozása, kitűnő kifáradásnak vagy kúszásnak ellenálló fémek kifejlesztése nagy kihívást jelent az anyagtudománnyal foglalkozó kutatók számára. A speciális tulajdonságokat ki lehet alakítani az ötvözetek összetételének, a szemcseméretnek, a hideg- és melegalakítás mértékének, a textúrának, a lágyítási hőmérsékletnek és időnek a tudatos változtatásával. Az utóbbi évtizedek kutatási eredményei alapján világossá vált, hogy a két szemcsét elválasztó szemcsehatár minősége döntő hatással van (elsősorban) a korróziós, kúszási és kiválási tulajdonságokra [Gleiter 1972] [Ginsztler 1987][Shimada et al 2002].

Viszonylag régóta léteznek modellek a különleges geometriával rendelkező „speciális” szemcsehatárok leírására, melyek közül a leggyakrabban használt a CSL-modell, azaz koincidienciárács-modell [Bollmann 1970][Chadwick 1976]. Újabban bebizonyították, hogy az anyagtulajdonságok javítására lehetőséget kínál az anyagban lévő szemcsehatárok szerkezetének tudatos megváltoztatása a speciális szemcsehatárok segítségével. Nemzetközileg a Grain Boundary Engineering (GBE) névvel jelölik azokat az eljárásokat, technológiákat, amelyek az anyagok tulajdonságainak a szemcsehatárok tudatos módosításával történő befolyásolására, javítására irányulnak [Watanabe 1984][Fang 2008].

Az első tudományos eredmények publikálása erős vitákat váltott ki, és sok esetben megkérdőjelezték a GBE létjogosultságát [Goodhew 1980]. Mára a technológiák – egyelőre meglehetősen ritka – ipari alkalmazása meggyőzte a tudományos világ nagy részét [Was 1998]. Az ipari alkalmazások jelenléte ellenére nem ismert teljes mértékben az empirikus módon kialakított technológiák hatásmechanizmusának mikroszerkezeti magyarázata, és nyilvánvaló, hogy az anyagtulajdonságok ilyen módon történő befolyásolásának lehetőségei még nincsenek kiaknázva. A szemcsehatár módosító technológiák hatékonyabb felhasználásához több információra van szükségünk az anyagban az eljárások alkalmazása során lejátszódó folyamatokkal kapcsolatban.

Az ausztenites acélok felhasználása során gyakori probléma a szemcsehatármenti korrózió és a szemcsehatármenti repedések megjelenése az anyagban, például hegesztésnél vagy tartósan nagy hőmérsékleten üzemelő, besugárzásnak kitett berendezések esetében [Bödök 1997]. Az

elmúlt évtizedekben kimutatták, hogy minden, szemcsehatárhoz kötődő jelenség – így a szemcsehatármenti korrózió is – erősen függ a szemcsehatár szerkezetétől [Lehockey 2004]. A szemcsehatár-szerkezet tudatos módosításának elengedhetetlen feltétele, hogy statisztikai értékelésre alkalmas mennyiségű információt tudjunk gyűjteni az alkalmazott eljárások eredményeinek vizsgálatakor. A szemcsehatárok vizsgálata közvetve már viszonylag régóta lehetséges optikai mikroszkóp, röntgen diffrakció valamint egyéb ismert eljárások segítségével, de a vizsgálati módszerek produktivitása, végrehajtásuk körülményessége nem tette lehetővé a szükséges adatmennyiség megszerzését.

Forradalmi változást az automatizált orientációmeghatározó készülék kifejlesztése hozott ezen a téren, amikor a visszaszórtelektron-diffrakció elvén működő készülékkel (EBSD) felszerelt pásztázó elektronmikroszkópot mutattak be, amellyel a korábbi módszerekhez képest nagyobb területeken, jobb felbontással és sokkal gyorsabban lehetett mikroszerkezetvizsgálatot végrehajtani [Randle 1993]. Az így nyert információt felhasználhatjuk a tudatos anyagtervezés során, hiszen pl. megfelelő termomechanikus kezelés után az anyagban megjelenő speciális szemcsehatárok aránya megnövekedhet, ami különleges tulajdonságokat eredményezhet (pl. kúszás- ill. korrózióállóság) [Spigarelli 2003][Tsurenkawa 2006].

2. Szakirodalmi hivatkozások

- [Bollmann 1970] Bollmann, W., Crystal Defects and Crystalline Interfaces, Springer Verlag, Berlin (1970)
- [Bödök 1997] Bödök, K., Az ötvözetlen, gyengén és erősen ötvözött szerkezeti acélok korrózióállósága, különös tekintettel azok hegeszthetőségére, Budapest (1997)
- [Chadwick 1976] Chadwick, G.A., Smith, D.A., Grain boundary structure and properties, Academic Press, London (1976)
- [Fang 2008] Fang, X., Zhang, K., Guob, H., Wang, W., Zhoua, B., Materials Science and Engineering A **487** (2008) 7
- [Ginsztler 1987] Ginsztler, J., A tartós hőmérsékletnek és változó feszültségnek kitett acélokban végbemenő változások és ezek élettartam-csökkentő hatása mérséklésének

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.

A tézishez tartozó közlemények: [7][8]

6. Az eredmények hasznosítása

Az automatizált EBSD-készülék megjelenésével az utóbbi két-három évtizedben jelentős erőfeszítések történtek a szemcsehatár-technológiák fejlesztésére, amelyek segítségével javított makroszkopikus tulajdonságú anyagok állíthatók elő. A kifejlesztett technológiák közül manapság már többet sikerrel alkalmaznak az ipari acéltermelésben. Minden kutatási eredmény, amely közelebb visz az adott célra optimális technológia megtalálásához, magában hordozza a gyakorlati alkalmazás lehetőségét. A kutatásaim során vizsgált, széles körben felhasználásra kerülő ausztenites acélok tulajdonságjavításának komoly gazdasági jelentősége van. Az értekezésben bemutatott termomechanikus kezelés lehetőséget nyújt az AISI 304 típusú acél szemcsehatármenti károsodásokkal szembeni tulajdonságainak javítására. A szemcsehatár-módosító technológiák eredményességének vizsgálatához lehetőség és szükség van különböző korróziós és mechanikai vizsgálatok végrehajtására. A technológia fejlesztéséhez azonban szükség van a gyorsan, megbízhatóan végrehajtható és összehasonlítható eredményeket adó anyagvizsgálati módszerre, amelyet az EBSD-s vizsgálat testesíthet meg. Az értekezés a minta-előkészítésre és a kiértékelésre vonatkozó téziseivel elősegíti a visszaszórtelektron-diffrakciós módszer hatékonyabb alkalmazását a technológia-fejlesztések során.

vető elektrolitos polírozással adódnak ($I_{Q_{\text{át}}}$: 175), míg tisztán mechanikus csiszolással és polírozással a darabok még extrém hosszú minta-előkészítést követően sem adnak kielégítő eredményt ($I_{Q_{\text{át}}}$: 36,7).

A tézishez tartozó közlemény: [5]

3. Tézis

Az AISI 304 típusú ausztenites acél orientációs térképeinek kiértékelésénél a csak a szemcsehatár környezetében elhelyezkedő pontok orientációját figyelembe vevő kiértékelő algoritmusnál lényegesen pontosabb eredményt szolgáltat a szomszédos szemcsék átlagorientációjának felhasználásával számoló módszer. Ennek oka a szemcsehatár közelében intenzíven jelentkező rácstorzulás, melynek befolyása a szemcse átlagos orientációra elhanyagolható, de a szemcsehatár közelében elhelyezkedő pontok orientáció-meghatározásában jelentős hibát okoz. A vizsgált minták esetében a szemcsehatár torzító hatása 2 μm -es mérési lépésköz esetén a szemcsehatártól számított harmadik mérési pontokban már nem jelentkezik.

A tézishez tartozó közlemény: [6]

4. Tézis

A CSL-határok és a koherens ikerhatárok arányaiból képzett különbség jobban tükrözi a szemcsehatár-szerkezet jóságát, mint a CSL-határok aránya önmagában. Ezt a véletlenszerű szemcsehatárok hálózatának szakadozottsága is bizonyítja azzal, hogy a szakadozottság mértéke a különbség értékének változását követi (nem pedig a CSL-határok arányának változását).

A tézishez tartozó közlemények: [7][8]

5. Tézis

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**

anyagszerke-zettani háttere, MTA, Doktori disszertáció, Budapest, 1987

- [Gleiter 1972] Gleiter, H., Chalmers, B., Prog Mater Sci **16** (1972) 1
- [Goodhew 1980] Goodhew, P.J., Smith, D.A., Scr Metall **14** (1980) 59
- [Lehockey 2004] Lehockey, E.M., Brennenstuhl, A.M., Thompson, I., Corrosion Science **46** (2004) 2383-2404
- [Randle 1993] Randle, V., The Measurement of Grain Boundary Geometry, Electron Microscopy in Materials Science Series, London (1993)
- [Shimada 2002] Shimada, M., Kokawa, H., Wang, Z.J., Sato, Y.S., Karibe, I., Acta Materialia **50** (2002) 2331
- [Spigarelli 2003] Spigarelli, S., Cabibbo, M., Evangelista, E., Palumbo, G., Materials Science and Engineering A **352** (2003) 93-99
- [Was 1998] Was, G.S., Thaveepringsriporn, V., Crawford C.D., JOM, **50** (2) (1998) 44
- [Watanabe 1984] Watanabe, T., Res. Mech. **11** (1984) 47

3. Célkitűzések

Kutatásaim célja egyrészt az eddigieknél részletesebben elemezni a szemcsehatár-módosító technológiák működését mikroszerkezeti szinten, másrészt kísérleti eredmények publikálásával elősegíteni a gyakorlati alkalmazások kiszélesítését, ezért a következő célkitűzéseket fogalmaztam meg:

- ⇒ a termomechanikus kezelés hatásának vizsgálata a térben középpontos köbös szerkezetű acél szemcsehatár-szerkezetére
- ⇒ az AISI 304 típusú acélnál célravezető minta-előkészítési módszer bemutatása ill. a minta-előkészítésnek az elérhető képminőségre gyakorolt hatásának illusztrálása
- ⇒ az összetett termomechanikus kezelés részfolyamatainak az AISI 304 típusú ausztenites acél szemcsehatár-szerkezetére gyakorolt hatásának nyomon követése és bemutatása

- ⇒ olyan termomechanikus kezelés kifejlesztése az AISI 304 típusú acél szemcsehatárainak módosítására, mely hatékonyan tudja növelni a kedvező tulajdonságú CSL-határok arányát az anyagban, javítva ezzel a szemcsehatármenti károsodási folyamatokkal szembeni ellenállását
- ⇒ a szemcsehatárok vizsgálata során végrehajtott mérési és kiértékelési eljárás tökéletesítése, a mérési paraméterek optimalizálásával a mérési bizonytalanság csökkentése érdekében

4. Vizsgálati módszerek

Kutatásaim során a szemcsehatár-szerkezet módosítását célzó kezelések hatását vizsgálom visszaszórtelektron-diffrakciós berendezés segítségével. Az értekezésben bemutatott visszaszórtelektron-diffrakciós méréseket Magyarország eddig egyetlen EBSD-berendezésével, a Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem Anyagtudomány és Technológia Tanszékén végeztem. A TSL típusú EBSD-készülék egy Philips XL-30-as pásztázó elektronmikroszkópra van felszerelve, amely wolfram katóddal rendelkezik. Az EBSD egy olyan mikroszerkezet-vizsgálati módszer, amelynek segítségével diffrakciós adatokat nyerhetünk tömbi mintákból, pásztázó elektronmikroszkópban. A vizsgált pontok egyedi orientációjának meghatározásával orientációtérkép készíthető a mintákról, amely indirekt módon lehetőséget biztosít a szemcsehatárok geometriájának számítására, ezzel a minta szemcsehatár-szerkezetének vizsgálatára.

Kísérleteim során megvizsgálom a különböző termomechanikus kezeléseket hatását a térben középpontos köbös szerkezetű Armco-vas szemcsehatár-szerkezetére. Kidolgozom az AISI 304 típusú acél EBSD-vizsgálatához célravezető minta-előkészítési módszert és bemutatom a minta-előkészítésnek az elérhető képminőségre gyakorolt hatását. Meghatározom a speciális szemcsehatárok arányainak változását a deformáció függvényében, hidegen hengerelt AISI 304 típusú acél esetében. Megvizsgálom a hőn tartás időtartamának hatását a hőkezelésnek kitett AISI 304 típusú acél speciális szemcsehatárait. Hideghengerlésből és hőkezelésből álló termomechanikus eljárásnak alávetett AISI 304 típusú acél minták esetében vizsgálom az alkalmazott ciklusszám, az alakítás mértéke és a hőn tartási idő változtatásának hatását a szemcsehatár-szerkezetre. Vizsgálati eredményekkel illusztrálom, hogy a mérési adatok kiértékelésekor használt beállítások erősen befolyásolják a kapott eredményeket, ezután

meghatározom az optimális kiértékelési beállításokat a mérési eljárás tökéletesítése érdekében.

5. Új tudományos eredmények

Az értekezés elkészítése során Armco-vas és AISI 304 típusú acélok szemcsehatárainak tudatos – a CSL-határok arányának növelésére irányuló eljárások segítségével történő – módosításával és azok visszaszórtelektron-diffrakciós vizsgálatával foglalkoztam. A CSL-határok előnyösebbek a szemcsehatármenti károsodási folyamatok szempontjából, így kedvezőbb tulajdonságú anyagok fejleszthetők ki arányuk növelésével. Az elvégzett kutatások és vizsgálatok alapján az alábbi következtetéseket vontam le:

1. Tézis

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.**

A tézishoz tartozó közlemények: [1][2][3][4]

2. Tézis

Az AISI 304 típusú ausztenites acél visszaszórtelektron-diffrakciós vizsgálatának segítségével készíthető képminőségterkép bizonyítja, hogy a mechanikai csiszolás és polírozás deformáció-, és nem vágás jellegű megmunkálás. A mechanikai polírozás során a minta felszínén kialakuló Beilby-réteg gátolja az egyedi pontokról kapott diffrakciós kép kiértékelését, így rontja a képminőség értéket. A réteg maratás és polírozás többszöri ismétlésével eltávolítható, és a képminőség érték növekedése ($IQ_{\text{át}}$: 67,5; 105,2; 119,9) egyértelműen követi a deformált réteg eltűnését. A legjobb képminőség értékek mechanikus csiszolást kö-