

CSL-határok Armco-vasban

Gaál Zoltán, Dr. Szabó Péter János

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

Abstract

ARMCO iron samples were cold rolled and heat treated in order to investigate the effect of thermo-mechanical treatment on the special grain boundaries of the material. Annealed ARMCO iron samples were cold rolled up to different strains. There were three types of heat treatments: a recrystallization treatment, an austenitizing treatment and a combination of these two. EBSD-measurements (Electron Back Scattered Diffraction) were performed by a Philips XL-30 type scanning electron microscope supplied with an EDAX-TSL EBSD-system. It was found that thermo-mechanical treatment has only a marginal effect on the types of the boundaries in the BCC ARMCO iron, but grain size and the strain in the grain interior changed significantly. As the cold rolling was larger, the final grain size was lower, and the highest grain size was measured after recrystallization+austenitization, as the EBSD-measurements showed.

Összefoglalás

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

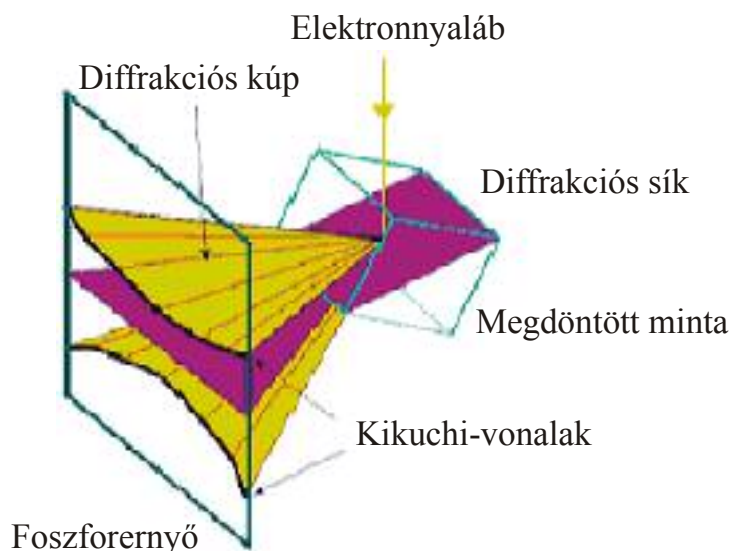
1. Bevezetés

A szemcsehatár-technológiák (Grain Boundary Engineering - GBE) magukba 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. 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].

A legújabb szemcsehatár-szerkezeti vizsgálatok során bebizonyították, hogy a szemcsehatár-menti jelenségek (szemcsehatár diffúzió, kiválások, korrózió, stb.) erősen függenek a határ környezetének kristályszerkezetétől és a szemcsehatár atomi szerkezetétől. Ezeket a jelenséget nikkkel [6], nikkkel 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 megdöntött 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 metszévonalai az ún. Kikuchi-vonalak, amelyek jellemzőek a minta kristályszerkezetére. Ezekből az adatokból a szemcsék és indirekt módon a szemcsehatárok tulajdonságai meghatározhatóak.



1. ábra

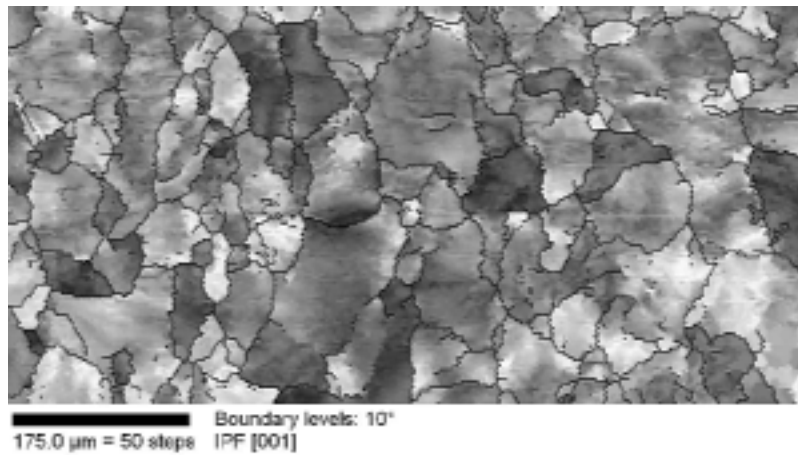
A visszaszórt elektron-diffrakció alapelve

2. Vizsgálatok

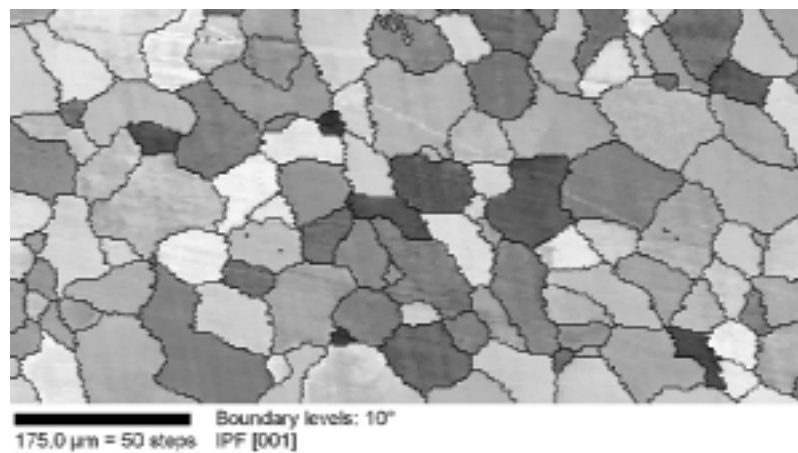
Lágyított Armco-vas mintákat hidegen hengereltünk különböző mértékben. A különböző minták vastagságcsökkenése 12%, 23% ill. 53% volt. Ezután az egyik sorozat mintát 950° C-on 10 percen át ausztenitesítettük, egy másik mintasorozatot 870 °C-on 60 perces újrakristályosító hőkezelésnek vettünk alá, míg a harmadik sorozatot ausztenitesítettük az újrakristályosító hőkezelés után (azaz 870 °C-on 60 percen át újrakristályosítottuk, levegőn lehűtöttük, majd 950° C-on 10 percig hőkezeltük). A mintákból 10x10x3 mm-es darabokat vágunk kivizsgálatok 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 termo-mechanikus kezelésnek alávetett minták esetében a CSL-határokat a szemcséken belüli adatokból határozták meg. 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 pólusábra térkép látható a hidegen hengerelt mintáról (53%-os alakváltozás mellett) a 2a ábrán. Meg kell azonban jegyezni, hogy az inverz pólus ábrák színes térképek, a különböző orientációjú tartományoknak megfelelően különböző színekkel. 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 2b ábrán 53%-osan alakított újrakristályosított minta inverz pólusábrája látható.



a.



b.

2. 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 termo-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 termo-mechanikus kezelések és a speciális határok mennyisége között, ami azt jelenti, hogy a TTK Armco vas nem érzékeny a termo-mechanikus kezelésekre a szemcsehatár-szerkezet szempontjából.

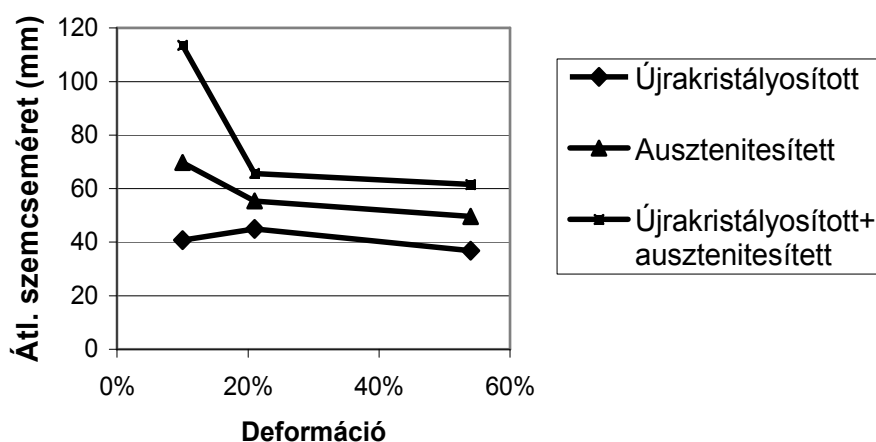
CSL-határok részaránya különböző mértékű hideghengerlés és hőkezelés után

1. táblázat

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

Ezzel szemben a termo-mechanikus kezelések befolyásolták a szemcseméretet. A 3. 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.

Átlagos szemcseméret



3. ábra

*Átlagos szemcseméret alakulása
különböző hőkezelések után a deformáció függvényében*

4. Konklúzió

Armco-vas mintákon vizsgáltuk a termo-mechanikus kezelés hatását a különleges szemcsehatárokra. 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 a termo-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.