FIATAL MŰSZAKIAK TUDOMÁNYOS ÜLÉSSZAKA

Kolozsvár, 2003. március 21-22.

A Fe-C-Mo SZINTERELT ANYAGOK SEM / EDS VIZSGÁLATA

Zsók János Csaba, Dr. Pálfalvi Attila

1.Összefoglaló

A dolgozat a szintereit alkatrészek pásztázó elektronmikroszkóp - SEM - mel való vizsgálatát, illetve az EDS-energiadisziperzív röntgenanalízis metodológiáját tárgyalja. Az EDS segítségével meghatározzuk az 1120 °C-on, illetve 1260 °C-on szintereit Fe-C-Mo alkatrészek koncentráció-térképeit, vagyis külön kivetítjük a Fe, illetve a Mo fázistérképeit.

2. Bevezető

A pásztázó elektronmikroszkóp olyan berendezés, amelyben jól fókuszált elektronnyalábbal végigpásztázzuk a vákuumban levő minta felületét és a mintából kilépő szekunder elektronokkal (vagy a mintából származó egyéb jelekkel, mint például visszaszórt elektronok) leképezzük a minta felszínét oly módon, hogy a mikroszkóp elektronnyalábjával szinkron működő katódsugárcső fényintenzitását a mintáról kapott jelel moduláljuk.

Jelen tanulmányban a pásztázó elektronmikroszkóp névvel a reflexiós üzemmódban, általában 25-30 KV gyorsítófeszültséggel dolgozó elektronmikroszkópokat illetjük. A nagyobb gyorsítófeszültségen dolgozó pásztázó elektronmikroszkópok, amelyek rendszerint vékony minták vizsgálatára szolgálnak, pásztázó transzmissziós elektronmikroszkóp elnevezéssel kerülnek tárgyalásra.

A pásztázó elektronmikroszkóp segítségével olyan plasztikus képek nyerhetők, amelyekhez hasonlót sem fénymikroszkóppal sem pedig transzmissziós elektronmikroszkóppal nem lehet előállítani. Kis nagyítások esetén a pásztázó elektronmikroszkóp mélységélessége elérheti a 3-4 mm-t is, szemben a fénymikroszkóp 1-10 μm -es mélységélességével. Nemcsak a mélységélesség, de a felbontóképesség tekintetében is a pásztázó elektronmikroszkóp javára billen a mérleg. Az átlagosnak mondható 5 nm-es felbontás a pásztázó elektronmikroszkóp szekunder üzemmódjában lényegesen jobb, mint a fénymikroszkóp 100-200 nm-es felbontóképessége.

3.Szekunder (SE) és visszaszórt (BSE) elektronkép

A pásztázó elektronmikroszkópban a gyorsított és fókuszált elektronnyaláb a minta (vizsgált alkatrész) anyagával kölcsönhatásban, egy úgynevezett gerjesztési térfogatban, egy sor az anyagra jellemző jelet hoz létre. Az 50 eV-nál kisebb energiájú elektronokat szekunder elektronoknak nevezik. Ezek nagyrésze onnan származik, hogy a besugárzó elektronnyaláb a minta atomjaival kölcsönhatásba lépve, leszakítja azok külső elektronhéjain leglazábban kötött elektronokat, a másik részét viszont kisenergiájú visszaszórt elektronok alkotják.

A szekunder elektronok a mintáról topográfiai információt hordoznak (2.ábra) és velük készíthetjük a legjobb felbontású képet, tekintettel arra, hogy kis energiájuk miatt kisebb mintafelületről származnak, mint a többi jel.

1.ábra Fe-C-Mo minta visszaszórt elektronokból formált SEM képe

2.ábra Fe-C-Mo minta szekunder elektronokból formált SEM képe

A minta felszínét elhagyó 50 eV-nál nagyobb energiájú elektronok tartoznak a visszaszórt elektronok csoportjába.. Szemben a szekunder elektronokkal, a felszíni geometriai (topográfiai) információkon kívül kémiai összetételi (kompozíciós) információt is hordoznak magukban (1.ábra). Ez teszi a visszaszórt elektronokat az elektronsugaras mikroanalízis fontos segédeszközzé. Ugyanis könnyebben ki tudjuk választani a szükséges terepet mikroelemzésre, ha előtte visszaszórt elektronképet készítünk a mintáról.

4. A kísérlet feltételei és a mintaelőkészítés elektronmikroszkópos vizsgálatra

A minták előállításához DP200-as hazai vasport használtunk amelyet az 1 .táblázatban feltüntetett összetétel szerint szénporral, illetve molibdénporral kevertünk. A keverék homogénizálásához 0,5% cinksztearátot használtunk. A fémporokat 600 MPa-on tömörítettük, majd a szintén az 1. táblázatban leírtak szerint, a kolozsvári Sinterom Rt.-ben 1120 °C - on a

szállítoszalagos ipari kemencében, illetve 1260 °C - on laboratóriumi csőkemecében szintereltük.

1. Táblázat A szinterelt anyagok összetétele

Az alapvaspor elnevezése	Adagolt porok		Szinterelési hőmérséklet	Szinterelési idő	Védőatmoszféra
	C (%)	Mo (%)			
DP200	0,5	0,85	1120 °C	30 perc	endogáz
DP200	0,5	0,85	1260 °C	30 perc	hidrogén

A kvantitatív SEM, illetve EDS analízishez az analizálandó minta felületének síknak és simának kell lennie. Ezért a mintát, ha önmagában nem kezelhető, beágyazzuk, csiszoljuk majd polírozzuk.

A szinterelt mintáink beágyazásához hőre keményedő anyagot, illetve epoxigyantát használtunk. Beöntő formaként vettünk egy olyan átmérőjű és magasságú csövet, amely a mintatartóba beleillik. A mintát a vizsgálandó lapjával lefele fordítva rátettük egy üveglapra, rátettük az öntőformát, majd ráöntöttük a folyékony beágyazó anyagot.

A csiszolást illetve a polírozást a következőképpen végeztük:

- csiszolás 120, 280, 360, illetve 500-as dörzspapírral,
- polírozás az alumíniumoxid vizes szuszpenziója segítségével,
- felületi kezelés 2%-os nital oldattal.

5. Energiadiszperzív röntgenanalízis (EDS)

A beeső elektronnyaláb hatására keletkező karakterisztikus röntgensugárzást energia szerint felbontva az energidiszperzív röntgenspektrumokhoz jutunk. A felbontást egy lítiummal adalékolt Si-detektorral végezzük. Az egyes elemek relatív koncentrációját a hozzájuk tartozó görbék alatti területek arányaiból számíthatjuk ki.

Az EDS legnagyobb előnye, hogy a minta egy tetszőlegesen kiválasztott területének, esetleg egyetlen pontjának az összetételét meghatározhatjuk.

A.) *Pont illetve területelemzés:* meghatározhatjuk a minta egyetlen pontjának, illetve területének az összetételét.

A 6. ábrán egy Fe-C-Mo 1120 °C-on szintereit minta SEM felvétele, és a 3. ábrán a minta felületén végzett EDS területanalízis eredménye látható. A 9. ábrán látható egy Fe-C-Mo 1260 °C-on szintereit minta SEM felvétele, és a 4. ábrán a minta felületén végzett EDS területanalízis eredménye. Tehát amint az EDS eredmények is mutatják 1120 °C-os szinterelés esetében: 98,69% Fe és 1,31%Mo, illetve 1260 °C-os szinterelés esetében 99,01% Fe és 0,99%Mo azt bizonyítja, hogy a molibdénnek a vasban való diffúziója nagyon gyors és ez a szinterelési hőmérséklettel nő. A szénnek az ötvözött acél anyagában való diffúzióját nagyban elősegíti a molibdén jelenléte.

3.ábra EDS elemzés az 1120 °C-on szinterelt minta felületén

4.ábra EDS elemzés az 1260 °C-on szinterelt minta felületén

B.) *Térképanalízis.* Ha minden egyes mintapontban végrehajtottunk egy EDS pontelemzést, akkor lehetséges az úgynevezett koncentráció-térképek elkészítése, amellyel kimutathatók a diffúzió mértéke illetve a helyi dusulások.

6.ábra Fe-C-Mo ötvözet SEM képe, 1120°C-os szinterelés

7.ábra A vas fázistérképe, 1120 °C-os szinterelés 8.ábra A molibdén fázistérképe, 1120 °C-os szinterelés

Egy a Budapesti Műszaki Egyetemen alkalmazott módszer segítségével, sikerült a Fe-C-Mo ötvözet elemeit különböztetni, és ezáltal külön csak a vas, illetve a molibdén fázis eloszlásait feltérképezni. Tehát a 6-os ábrán levő 1120 °C-on szinterelt minta vas, illetve molibdén fáziseloszlásai a 7. és a 8. ábrán , illetve a 9-es ábrán levő 1260 °C-on szinterelt minta vas, illetve molibdén fáziseloszlásai a 10. és 11. ábrán vannak feltüntetve. A HTS, illetve a magas hőmérsékleten való szinterelés esetében a minta ötvöző elemeinek diffúziója egyenletesebb és a struktúrája homogénebb mint az 1120 °C-on szinterelt minták esetében .

A molibdénnek nagyon fontos szerepe van az ausztenit átalakulásában a mintadarabok szabadon végbement lehűlésénél, ugyanis egy bizonyos koncentráció túllépése esetén ez meggátolja a perlit kialakulását, amely a bénit kialakulásához vezet. A 0,5%-os szén esetében csak 0,5-0,6% molibdén alatt találunk ferrit-perlit struktúrát, ezen mennyiség fölött a bénit kialakulása jellemző, amely magas szilártságot biztosít az anyagoknak.

9.ábra Fe-C-Mo ötvözet SEM képe, 1260 °C-os szinterelés

10.ábra A Fe fázistérképe, 1260 °C-os szinterelés

11.ábra A Mo fázistérképe, 1260 °C-os szinterelés

A fentebb említett módszerek (SEM, EDS) segítségével lehetőség nyílik az anyagtudományban új mikroelemzések elvégzésére.

Külön köszönetünket fejezzük ki a BME - Mechanikai és Anyagtechnológia Tanszékének a kísérleti vizsgálatok elvégzéséhez nyújtott támogatásért.

Szakirodalom:

1. Pozsgai Imre, A pásztázó elektronmikroszkópia és elektronsugaras mikroanalízis alapjai, Budapest, 1994.
2. * * * Pásztázó elektronmikroszkópia - gyakorlati útmutató, a BME - Mechanikai Technológia és Anyagszerkezzettani Intézetének kiadásában.
3. Zsók János Csaba, Cercetari experimentale legate de obtinerea unor materiale sinterizate feroase slab aliate pentru industria constructiilor de masini, UTCN, 1999.

Zsók János Csaba, okleveles gépészmérnök, doktorandusz Kolozsvári Műszaki Egyetem
Munkahelyi cím: SC Draexlmaier Románia Kft., Satu Maré, str.Vulturului Nr.34, RO-3900, Tel: 0261-706116,
Orthoni cím: Satu Maré str.Avram Iancu Nr.52, RO-3900, Tel. 0261-737824