XIV. FIATAL MŰSZAKIAK TUDOMÁNYOS ÜLÉSSZAKA

Kolozsvár, 2009. március 26-27.

MECHANIKUS ÉS TERMIKUS KEZELÉSEK HATÁSA RÉZ PRÓBATESTEK SZEMCSEHATÁRAINAK TULAJDONSÁGAIRA

Szabó Péter János, Varga Péter

Abstract

The macroscopic properties of materials are strongly affected by the density and type of microstructural elements. The properties of the interfaces are correlated by the corrosion and creep behaviour of the material and have an influence on the precipitation processes. Random grain boundaries could be transformed into special boundaries (so called CSL boundaries) by thermomechanical processing with the objective of improving material properties. In this study pure copper samples were thermomechanically treated to enhance the frequency of special grain boundaries.

Key words:

CSL boundaries, corrosion, creep, EBSD, grain boundaries, grain orientation, heat treatment, mechanical treatment

Összefoglalás

Az anyagok makroszkopikus tulajdonságait (szilárdság, alakváltozókéesség) jelentősen befolyásolja mikroszkopikus szerkezetük. A szemcsék közötti határok tulajdonságai összefüggésben vannak az anyag kúszási, korróziós tulajdonságaival, illetve a kiválási folyamatokkal. A szemcsék orientációjára – és így a szemcsehatárok tulajdonságaira – a különböző termikus és mechanikus kezelések jelentős hatással vannak. A kezelések, a szemcsehatárok és az anyagtulajdonságok kölcsönhatásának ismeretében az alkatrészek tulajdonságai tervezhetőek lesznek. Munkánk során ipari tisztaságú réz próbatesten vizsgáltuk a különböző mechanikus és termikus kezelések hatásait a szemcsehatárok tulajdonságaira.

Kulcsszavak:

Alakítás, CSL határ, EBSD, hőkezelés, korrózió, kúszás, szemcsehatár, szemcseorientáció

1. Bevezetés

Az anyagok makroszkopikus tulajdonságai jelentősen függenek mikroszkopikus szerkezetüktől, a mikroszerkezeti elemek fajtáitól és eloszlásától. Ismert, hogy a szemcsehatárok – mint mikroszerkezeti elemek – tulajdonságai jelentős befolyással bírnak bizonyos mechanikai, korróziós, stb. tulajdonságokra.

Munkánk során vizsgáltuk, hogy mechanikus és azt követő termikus kezelések hatására miképp változnak a szemcsehatárok jellemzői és tulajdonságai egy adott anyagi térfogaton belül.

A méréseket ipari tisztaságú (99,95%) réz ötvözetten végeztük el, pásztázó elektronmikroszkópon végzett EBSD vizsgálatok segítségével.

2. A szemcsehatárok jelentősége, jellemzői

A szemcsék közötti határok szerkezete jelentős hatással van a szemcseközi tönkremenetekre, folyamatokra, úgymint a szemcseközi törés, a kúszás, a szemcsehatármenti feszültséghorrózió, a kifáradás hatására keletkező repedések és a kiválási folyamatok [1].

A szemcsehatárok szerkezetének és tulajdonságainak tanulmányozása során kiderült, hogy a szemcsehatárok legtöbb tulajdonsága erősen függ azok jellegétől és szerkezetétől. Ezen megfigyelések alapján merült fel a szemcsehatárok tervszerű megváltoztatásának gondolata a polikristályos anyagok tulajdonságainak javítására. Ezt úgy ismerjük, hogy *grain boundary engineering*, a szemcsehatár tudatos tervezése. Ennek segítségével olyan határfelületek hozhatók létre, melyek az adott kívánalmaknak megfelelő szerkezettel rendelkeznek, ami hatékony eszköz lehet a szerkezeti és működési tulajdonságok javítására.

A szemcsehatárokat feloszthatjuk kisszögű és nagyszögű határookra. A nagyszögű határokon belül megkülönböztethetünk általános és speciális nagyszögű határokat. Kísérletek igazolják, hogy a kisszögű és a speciális nagyszögű határok jóval kevésbé érzékenyek pl. a szemcsehatármenti feszültséghorrózióra, mint az általános nagyszögű határok.

A vizsgálati lehetőségek miatt a szemcsehatárok jellemzése jórészt geometriai modellekkel történik. Tulajdonságaikra következtethetünk a két szomszédos szemcse geometriai jellemzőiből, a kristályrácsok orientáció különbsége alkalmas a szemcsehatárok szerkezetének osztályozására [1].

Az ún. speciális szemcsehatárok a véletlenszerű határoktól eltérő tulajdonságainak magyarázata azok szerkezetében, pontosabban az általuk elválasztott szemcsék orientáció eltérésének speciális helyzetében keresendő. Ha két, egymással szomszédos kristályrácsot képzeletben úgy folytatunk, hogy egymásba érjenek, akkor előfordulhat, hogy egyes atomok mindkét rács részei lesznek (egybeesnek). Ha ezeket az atomokat egy új kristályrácsnak tekintjük, akkor az ún. *coincidence site lattice*-hoz (CSL), jutunk. A két szemcsét ebben az esetben ennek a CSL-nek egy adott kristálytani síkja választja el egymástól [2]. A CSL modellben az egybeeső rácsponatok sűrűségének reciprokát egy adott Σ értékkel jelölik. A két szemcsét elválasztó határt speciális (CSL) határnak nevezzük, amennyiben $\Sigma \leq 29$ [3, 4].

A szemcsék orientációjának feltérképezése ma már viszonylag egyszerűen, gyorsan és pontosan elvégezhető. A módszer lényege a kristálytani síkokról visszaszórt elektronok felfogása, megjelenítése. Ez pásztázó elektronmikroszkópon elvégezhető a visszaszórt elektronok detektálásával. A módszer ezért a visszaszórt elektrondiffrakció (*electron backscatter diffraction*, EBSD) nevet kapta.

3. Szemcsehatárok alakulásának vizsgálata réz ötvözetben

Kísérleteink során elektrolit-réz (Cu-ETP, EN 13601) szalagokat kezeltünk hengerléssel és azt követő magas hőmérsékletű lágyítással.

1. táblázat. A próbatestek kezelésének paraméterei (A 3 és 6-os minta esetén az alakítást három, a 4-es minta esetén öt lépésben végeztük, a hengerlések között a megadott paraméterekkel hőkezelve.)

minta	alakítási mérték [%]	lágútás
1	10	800°C, 10min
2	67	800°C, 10min
3	67 (3x31)	800°C, 10min
4	67 (5x20)	800°C, 10min
5a	67 (3x31)	800°C, 2min
5b		800°C, 4min
5c		800°C, 6min

Az EBSD mérések során 350x350µm-es területen vizsgáltuk a minták szemcséinek orientációit. Ezek ismeretében egy adatfeldolgozó szoftver segítségével meg tudtuk határozni a vizsgált területen lévő szemcsehatárok típusát.

A mérések és számolások során a $\Sigma 3^n$ ($\Sigma 3$, $\Sigma 9$, $\Sigma 27$) CSL határok mennyiségét értékeltük, mivel ezek különösen alacsony energiával rendelkeznek, és ennél fogva a különböző folyamatok csak igen lassan vagy egyáltalán nem mennek végbe rajtuk. Mivel az ikerhatárok $\Sigma 3$ típusú CSL határok, viszont a szemcsehatármenti károsodások és kiválások lefolyására nincsenek közvetlen hatással, ezért mennyiségüket levontuk az egyéb CSL határok arányából.

2. táblázat. Az egyes mintákon mért és számolt tulajdonságok értékei

	1	2	3	4	5a	5b	5c
Átlagos szemcseméret [µm]	26.09	24.62	18.44	19.67	31.87	27.80	29.58
Átlagos szemcseméret (iker nélkül) [µm]	32.21	27.76	22.46	25.69	32.82	38.12	38.97
CSL arány ($\Sigma 3$, $\Sigma 9$, $\Sigma 27$) [%]	69.60	40.95	53.25	59.75	15.75	62.03	60.67
$\Sigma 3$ [%]	55.03	36.65	45.25	50.50	15.25	52.50	51.73
$\Sigma 9$ [%]	10.17	3.05	5.55	6.60	0.35	6.57	6.03
$\Sigma 27$ [%]	4.73	1.23	2.40	2.70	0.15	2.90	2.87
iker arány [%]	29.60	19.00	23.30	30.15	1.00	32.63	31.00
CSL/iker	2.31	2.24	2.33	2.02	16.39	1.95	2.00
(CSL-iker)/random [%]	40.83	22.38	31.00	30.70	15.65	30.73	30.80

4. Következtetések

A jelentősen eltérő alakváltozás esetén (10%, 67%, 1, 2-es minta) kitűnik, hogy a szemcseméret változatlansága mellett a kisebb alakváltozást szenvedett próbatest jóval több CSL határt tartalmaz, viszont a CSL/iker határ arány megegyezik mindkét esetben, így az ikerhatárok nélkül vett CSL határok aránya is magasabb.

Megállapítható, hogy a többlépcsős kezelések eredményeként (2, 3, 4-es minta) a CSL határok aránya jelentősen nő az ikerhatárok arányának változatlansága mellett. Ebből következően az ikerhatárok nélkül vett CSL határok aránya szintén javul, ha az alakítás több lépcsőben végezzük.

A 800 °C-os lágyítás idejét 2, 4, 6 perc között változtattuk (5a, b, c minta). A szemcseméret alig változott a hőntartás idejének függvényében. A négy és hat perces hőkezelésnek kitett próbatestek jellemzői gyakorlatilag megegyeznek egymással, a két percig hőkezelt darab értékei viszont jelentősen eltérnek azokétól, jóval kevesebb CSL- és ikerhatárt tartalmaz. Az eredmények alapján valószínűsíthető, hogy a hosszabb ideig tartó hőntartás (természetesen a szekunder rekrisztallizáció elkerülésével) ideje nem befolyásolja jelentősen a keletkező eltérő szemcsehatárok arányát.

Irodalom

- [1] Y. Pan, B. L. Adams, T. Olson, N. Panayotou: *Grain-boundary struture effects on intergranular stress corrosion cracking of alloy X-750*, Acta Mater. Vol. 44, No. 12, (1996) pp. 4685-4695
- [2] Szabó Péter János: *A visszaszórt elektrondiffrakció alkalmazása az anyagvizsgálatban*, BKL-Kohászat 2004/5., pp. 39-44
- [3] Sadahiro Tsurekawa, Shinya Nakamichi, Tadao Watanabe: *Correlation of grain boundary connectivity with grain boundary character distribution in austenitic stainless steel*, Acta Materialia 54 (2006), pp. 3617-3626]
- [4] E. M. Lehigh, G. Palumbo: *On the creep behaviour of grain boundary engineered nickel*, Materials Science and Engineering, A237 (1997), pp. 168-172
- [5] Réger M, Takács S, Réti T: *Modellierung der Rekristallisationskinetik von Weichstahl In: & (ed.) 6. Konferenz Metallkundliche Probleme der Werkstoffentwicklung; Modellierung metallkundlicher Prozesse, 13. bis 15. September 1989 in Freiberg, Freiberg: Bergakademie, 1990. pp. 153-168*

Szabó Péter János, Ph.D., egyetemi docens

Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Gépészmérnöki Kar, Anyagtudomány és Technológia Tanszék

1111, Magyarország, Budapest, Goldmann tér 3.

Tel. / Fax: +36-1-4633252 / +36-1-4633250

E-mail: szpj@eik.bme.hu

Varga Péter, gépészmérnök, intézeti mérnök

Budapesti Műszaki Főiskola, BGK, AGI, Anyag- és Alakítástechnológiai Szakcsoport

1081, Magyarország, Budapest, Népszínház u. 8.

Tel. / Fax: +36-1-6665402 / +36-1-6665494

E-mail: varga.peter@bgk.bmf.hu