XVI. FIATAL MŰSZAKIAK TUDOMÁNYOS ÜLÉSSZAKA

Kolozsvár, 2011. március 24–25.

A MARADÓ ALAKVÁLTOZÁS HATÁSA A DC04EK MINŐSÉGŰ ACÉLOK PIKKELYESEDÉSI HAJLAMÁRA

FÁBIÁN Enikő Réka

Abstract

The cold deformation effects on the hydrogen permeability were studied on four annealed enamel-grade steel sheets. Depending on the ferrite grains orientation the normalized hydrogen permeation times increase or decrease after low deformation degrees. Blisters appear on the steel sheets surfaces, where the hydrogen atoms are adsorbed and absorbed. Increasing the deformation degree the blisters sizes increase. Certain blister diameter can become 2-3 mm, if the deformation degree is very high.

Key words:

hydrogen, low carbon steel, cold deformation, enamel

Összefoglalás

Hidegen hengerelt és lágyított, zománcozási célra gyártott acéllemezeket képlékenyen alakítva, előfordulhat, hogy a kezdeti alakváltozások hatására a normált hidrogén áthatolási idő csökken, részben a ferritszemcsék orientációjának változása következtében. Lágyított állapotban hosszú normált hidrogénáthatolási idejű (nagy T_H értékű) acéloknál, a T_H érték az alakváltozás mértékével nő.

Ha a zománcozási célra gyártott acélok felületén atomos hidrogént fejlesztünk, az részben diffundál, részben csapdázódik a belépő felületen hólyagosodást okozva. A hólyagok mérete az acél alakíthatóságának mértékével nő. Erőteljes alakváltozások után néhány hólyagnál az alapterület átmérője akár 2-3 mm-t is eléri.

Kulcsszavak:

hidrogén, hideg alakítás, lágyacéllemez, zománc

1. Bevezetés

Ismert tény, hogy a zománcozott termékek pikkelyesedését a zománcozás során az acéllemezbe abszorbeálódott és diffundáló, majd az acéllemez/zománc határfelületen megjelenő és rekombinálódott hidrogén váltja ki. Úgy a gyakorlatban, mint a szakirodalomban némi ellentmondásossággal találkozunk a pikkelyesedés és alakíthatóság kapcsán. Albert P. [1] szerint pikkely az edények kevésbé megmunkált részein keletkezik; ugyanakkor gyakran előfordul, hogy az erőteljesebben alakított részekben, külső hajlatokban jelenik meg a pikkely. Alexandru P [2] A3 típusú (STAS 9485-80) (acéllal végzett kísérletei során úgy találta, hogy miközben 0-10 % alakváltozás utáni zománcozáskor nem keletkezett pikkely, 20-40 %-os alakítás után pikkelyesedett a lemez. A zománcipari szakemberek tapasztalták, hogyha egy elvileg pikkelyálló lemezt erőteljesen alakítanak, a nagyon erőteljesen alakított részen pikkelyek jelennek meg, miközben irodalmi adatok szerint [3-5] a szívasban is és az acéloknál is az alakítás mértékének növekedésével egyre több hidrogén csapdázódik.

Az ötvöztelen, kis karbontartalmú acéllemezek pikkelyesedési hajlamának minősítésére elsősorban a hidrogénáthatolás mérőszámát (a T_H értéket) veszik alapul. A pikkelyállóság érdekében, ezeknél az a-

céllemezeknél $T_H = \frac{t_0}{d^2} \geq 6,7$ kell legyen [EN10209:1996, MSZEN10209:2000], ahol t_0 - a hidrogén áthatolási ideje [min], d a lemez vastagsága [mm].

2. Kísérleti anyag, kísérleti technika

A kísérleteimhez hagyományos kétoldalú zománcozásra alkalmas, kis karbon tartalmú, alumíniummal csillapított acéllemezt használtam, melynek vegyi összetételét az 1. táblázatban láthatjuk.

1. táblázat. A vizsgált acéllemezek vegyi összetétele

Acélminőség/ vastagság	C	Mn	Si	P	S	Cu	Ni	Cr	Al	N	Fe
DC04EK/ 1,5mm	0,035	0,33	0,007	0,012	0,009	0,02	0,02	0,03	0,051		többi
DC04 EK / 1mm	0,029	0,27	0,01	0,007	0,017	0,03	0,03	0,05	0,039	0,0054	többi
DC04EK/ 0,99mm	0,04	0,219	0,008	0,011	0,009	0,026	0,02	0,021	0,042	0,0046	többi
DC04EK / 0,6 mm	0,05	0,21	0,008	0,016	0,012	0,05	0,026	0,037	0,038		többi

Az acélokat LD konverterben állították elő, majd a folyamatos öntött brammákat hatállványos meleg hengerson hengerelték és nagy hőmérsékleten csévélték. A melegen hengerelt lemezeket pácolás után hidegen hengerelték, gáztüzelésű harangkemencében laza tekercsben lágyították és dresszírozták. A szállítási állapotú lemezekből kimunkált 40×210 mm-es mintalemezeket quatro hengerállványon, illetve ZWICK Z050 típusú számítógép vezérlésű univerzális szakítógépen alakítottam tovább.

A vizsgálati minták szövetszerkezetét, felületét Leica MEF 4 típusú fénymikroszkóppal vizsgáltam. Ferritszemcsék orientációjának, a kis és nagyszögű szemcsehatároknak a vizsgálata Philips XL-30 pásztázó elektronmikroszkópra szerelt EDAX-TSL-el történt

A minták hidrogénáthatolási idejét 40×70 mm-es mintalemezekon a Bay Zoltán Anyagtudományi és Technológiai Intézetben kifejlesztett DIPERMET–H berendezéssel mértem. Elektrolitként vizes kén-sav oldatot (60 ml/l H_2SO_4) használtam, amelyhez 0,5 g/l As_2O_3 -ot és 0,3 g/l $HgCl$ -ot adagoltam. Az áramerősség 1,25 mA/cm² volt.

3. Vizsgálati eredmények és azok értékelése

Az alakváltozások mértékének összehasonlíthatóságának céljából ϕ_0 az összehasonlító alakváltozást vettem alapul:

$$\phi_0 = \frac{\sqrt{2}}{3} \sqrt{(\phi_x - \phi_y)^2 + (\phi_y - \phi_z)^2 + (\phi_z - \phi_x)^2} \quad (1)$$

ahol ϕ_x a hengerlés irányú-, ϕ_y keresztirányú, ϕ_z pedig a vastagság irányú tényleges alakváltozás.

Az acéllemezek szövetszerkezetét ferrit és masszív karbidok jellemezték. Az acélszalagok zárványtartalma nem volt számottevő. A karbidok mérete, eloszlása és jellegzetes helyzete a ferritszemcsékhez viszonyítva az 1 ábrán látható.

A hidrogénáthatolás idejének vizsgálata során azt tapasztaltam, hogy a DC04EK/1mm lágyított állapotú lemeznél a T_H érték 20 perc/mm² fölöttinek adódott, a szórás minimális volt. Alakítás hatására a hidrogénáteresztő képesség mérőszáma folyamatosan nőtt függetlenül attól, hogy a későbbi alakítások,

1. ábra. Szállítási állapotú DC04EK minőségű acéllemez szövetszerkezete nitállal való maratás után
a) DC04EK/1,5 mm b) DC04EK/1 mm c) DC04EK/0,99 mm d) DC04EK/0,6 mm

az eredeti hideghengerműi alakításoknak megfelelően, hossz vagy kereszt irányban történtek-e az eredeti alakítási irányokhoz viszonyítva. (2. a) ábra). A kezdeti alakváltozások után a T_H érték szórása minimális, nagy szórás csak az erőteljes alakváltozásoknál volt tapasztalható, akár csak az irodalmi adatokban [6]. A DC04EK/1,5mm jelű lemeznél a kezdeti alakváltozások után a rövid normált hidrogén áthatolási idő csökkent, majd nőtt; a szórás nem jelentős (2. b) ábra). Hasonló jelenséget tapasztaltak Martinez és társai [6] hidegen alakított szín vasban.

A DC04EK/0,99mm-es lemeznél valamint a DC04EK/0,66mm-es lágyított állapotban a T_H értékeknek relatív nagy volt a szórása, egyes mért értékek a nem megfelelőségi tartományba estek. Kismértékű alakítások után a T_H érték szórása nem volt jelentős. Bizonyos mértékű alakváltozások után előfordult, hogy rövidebb T_H érték adódott, mint kisebb alakváltozás után. A jelenség előfordult húzott és hengerelt mintalemezeknél is (2.b) ábra).

2. ábra A hidegalakítás hatása a hidegen hengerelt és lágyított acéllemez hidrogénáthatolási idejére
a) kezdeti nagy T_H érték b) kezdeti kis és közepes T_H érték

A legerőteljesebb eltérés a DC04EK/099 mm-es lemeznél adódott: $\phi_t=0.21$ alakváltozás után a T_H érték átlagosan 12.7min/mm² volt, ami $\phi_t=0.34$ után a T_H érték 6.2min/mm²-re csökkent, miközben a keménysége nőtt (3. ábra). Megvizsgálva a hengerlési felülettel párhuzamosan a ferritszemcsék orientációs eloszlását azt tapasztaltuk, hogy $\phi_t=0-0,5$ között, ahol a T_H érték lecsökkent, a (111) orientációjú ferritszemcsék mennyisége is csökkent (4. ábra).

Vizsgálataink során azt tapasztaltuk, hogy ha bevonat nélküli acéllemez felületén hidrogént fejlesztünk, az a felület, amely közvetlenül érintkezett az atomos hidrogén szolgáltató közeggel, hólyagosodott. A lemez „kilépő” oldalán sem szabad szemmel, sem mikroszkópos vizsgálattal semmiféle változást nem lehetett megállapítani a még több órán át tartó hidrogénfejlesztés után sem. A hólyagok mérete jelentősen nőtt az alakváltozás mértékével. Az erőteljes alakításon átesett lemeznél néhány hólyag

3. ábra A hidegalakítás hatása a DC04EK/0,99 minta hidrogénáthatolási idejére és a keménységre

4. ábra A hidegalakítás hatása a hidrogénáthatolási időre és a ferrit szemcsék orientációs eloszlására a DC04EK/0,99 mm -nél

átmérője a 2-3 mm-t is elérte (5. ábra).

Azt, hogy a hólyagosodás csak az abszorbeáló felület közelében jön létre, magyarázzák az irodalomban talált adatok, melyek szerint a felület alatti részben sokkal nagyobb a hidrogén koncentrációja [7-8], mint az anyag közepén. Jiang szerint [9] a hidrogén a vas felületi helyeit jobban „preferálja”, mint a belsejét.

A kísérletek magyarázatul szolgálhatnak azon jelenségre, hogy 20-40 %- mérnöki alakváltozásoknak kitett acélminta miért

pikkelyesedhetett [2]. Ugyanakkor, ha a zománcozni kívánt termék a fritt felvitele előtt közvetlen, jelentős alakváltozást szenvedett, beégetés során a hidrogén a frittből bediffundál az acélba, ahol jelentős mértékű hólyagosodást okozhat, és a közben megszilárduló zománc a termék felületén károsodhat, pikkelyesedhet.

5. ábra. Hólyagossá vált acéllemezzész (phi_t=2,712)
a) felületi makrofelvétel b) keresztmetszet

Irodalmi hivatkozás

- [1] Albert Péter Pál: *Tűzzománcozás*, Műszaki könyvkiadó, Budapest, 1975; 30. oldal
- [2] Alexandru P.: *Deformarea plastică a tablelor din otel pentru emailare si tendinta de formare a defectelor de tip „solzi de peste” in stratul de email*, Metalurgia 2005/3, 16. oldal
- [3] M. Nagumo, K. Takai, N. Okuda: *Nature of Hydrogen Trapping Sites in Steels Induced by Plastic Deformation* - Journal of Alloys and Compounds 293-295 (1999)
- [4] K. Kiuchi, R.B. McLellan: *The solubility and diffusivity of hydrogen in well-annealed and deformed iron*, Perspectives in Hydrogen in Metals, Pergamon Press, 1986 p. 29-52
- [5] Hideki Hagi: *Diffusion coefficient of Hydrogen in Iron without Trapping by Dislocations and Impurities*, Materials Transactions, JIM, Vol.35, No.2 1994 pp.114
- [6] M. Martinez-Madrid, S.L. I Chan, J.A. Charles: *Hydrogen occlusivity and embrittlement in iron - effect of grain structure and cold work*, Mat. Sci. and Tech., VI, p.456 /1985
- [7] T. Zakroczymski: *Electrochemical Determination of Hydrogen in Metals*, Journal of Electroanalytical Chemistry 475 (1999) 86
- [8] U. Hadam és T. Zakroczymski: *Absorption of Hydrogen in Tensile Strained Iron and High-Carbon Steel Studied by Electrochemical Permeation and Desorption Techniques*, International Journal of Hydrogen Energy 34 (2009) 2458
- [9] D. E. Jiang, Emily A. Carter: *Diffusion of Interstitial Hydrogen Into and Through bcc Fe from First Principles*, Physical Review B 70, 064102 (2004) ;064102-5

Fábián Enikő Réka, egyetemi tanársegéd

Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Anyagtudomány és Technológia Tanszék
1111 Budapest, Bertalan Lajos u 7. MT épület
Tel: +36-1-463 2836 E-mail: fabianr@eik.bme.hu