FIATAL MŰSZAKIAK TUDOMÁNYOS ÜLÉSSZAKA XIX.

Kolozsvár, 2014. március 20–21.

TECHNOLÓGIAI PARAMÉTEREK HATÁSA A KIALAKULÓ SZEMCSEHATÁR SZERKEZETRE

THE EFFECTS OF THE PARAMETERS OF TECHNOLOGICAL PROCESSES ON THE FORMATION OF THE GRAIN BOUNDARY STRUCTURE

VARGA Péter

Óbudai Egyetem, Bánki Donát Gépész és Biztonságtechnikai Mérnöki Kar, Anyag- és Alakítástechnológiai Szakcsoport, 1081 Budapest, Magyarország, Népszínház u. 8., varga.peter@bgk.uni-obuda.hu

Abstract

The parameters of mechanical processes and following thermal treatments have great impact on the microstructure. The effects were examined using Cu-ETP pure copper specimens which were cold rolled and annealed in multiple steps. The evolution of the grain boundary character distribution (GBCD) is discussed using the data obtained from orientation microscopy. As regards the processing of the orientation data the coincidence site lattice theory was applied.

Keywords: EBSD, GBCD, CSL grain boundaries, copper, cold rolling, recrystallization

Összefoglalás

Az egymást követő mechanikai és termikus kezelések technológiai paraméterei jelentős hatással vannak a kialakuló mikroszerkezetre. Ezek hatásainak elemzése több ciklusban hidegen hengerelt és lágyított, Cu-ETP tiszta réz anyagú próbákon történt. A szemcseszerkezet, illetve a szemcsehatár szerkezet eloszlásának alakulását az orientációs mikroszkópia eszközeivel és az ún. coincidence site lattice (CSL) elmélet alkalmazásával vizsgáltam.

Kulcsszavak: EBSD, GBE, CSL, szemcsehatár, réz, hideghengerlés, lágyítás

1. Bevezető

Az egyre nagyobb érdeklődést az alacsony energiájú ún. $\Sigma 3^n$ ($n = 1, 2, 3$) CSL szemcsehatárok és kialakulásuk körülményei iránt a témában írt tanulmányok növekvő száma jelzi.

A $\Sigma 3^n$ szemcsehatárok kialakulásának kulcsfontosságú körülményeit vizsgálva többféle kísérleti módszer kerül alkalmazásra. A kezelések megegyeznek abban, hogy egymást követő képlékenyalakító és hőkezelő lépésből állnak, ezeket akár több ciklusban ismételve. Az alkalmazott képlékeny hidegalakító eljárások többségét alacsony és közepes (5-30%) alakítási mértékek jellemzik. A lágyítások hőmérséklete és ideje megválasztása során alapvetően két út járatos. Rövid idejű, magas – olvadásponthoz közeli – hőmérsékletű, illetve hosszabb idejű, az újrakristályosodási küszöböt éppen meghaladó hőmérsékletű lágyítás. Bizonyos esetekben

az alakításból és lágyításból álló kezelés egymás után többször (4-7) ismétlődik. Az említett paraméterek azok, melyek a szemcsehatár vándorlason, az újrakristályosodáson és a szemcsenövekedésen keresztül hatást gyakorolnak a speciális CSL határok kialakulására [1-7].

Jelen cikkben polikristályos Cu-ETP anyagú próbatesteken végzett vizsgálatok eredményei kerülnek tárgyalásra. A próbatesteken hideghengerléssel hoztam létre adott mértékű alakváltozást, amit újrakristályosító lágyítás követett. A képlékeny alakítás mértékének és a lágyítás hőmérsékletének megválasztásakor elsődleges szempont volt, hogy amennyiben lehetséges, azok minél közelebb essenek a feldolgozó ipari gyakorlatban alkalmazottakkal. A lágyítás idejének meghatározása úgy történt, hogy az újrakristályosodás biztosan végbemenjen a próbatestekben. A kezelések több ciklusra bontva is elvégzésre kerültek.

2. Kísérletek

A próbatesteken alkalmazott képlékeny alakváltozás mértékei $\lambda_0 = 1$, ill. 2 voltak. A lágyító hőkezelés paraméterei a következők voltak: $T = 600\text{ °C}$, $t = 10$ perc; illetve $T = 400\text{ °C}$, $t = 60$ perc. Négy féle eltérő kezelésű próbatest keletkezett:

- $\lambda_0 = 2$, $T = 600\text{ °C}$, $t = 10$ perc;
- $\lambda_0 = 2$, $T = 400\text{ °C}$, $t = 60$ perc;
- $\lambda_0 = 1$, $T = 600\text{ °C}$, $t = 10$ perc;
- $\lambda_0 = 1$, $T = 400\text{ °C}$, $t = 60$ perc.

A többciklusú kezelések esetén az összes alakváltozás minden esetben $\lambda_0 = 2$, ill. 1 volt. Tehát az egyes ciklusokban létrehozott alakváltozások a ciklusok számához ($m = 1, 2, 4, 8$) igazodva a λ_0 , $\lambda_0/2$, $\lambda_0/4$, ill. $\lambda_0/8$ értéket vették fel. A próbatestek lágyítása minden ciklus végén megtörtént. Így 16 féle, különböző kezelésen átesett próbatest keletkezett (1. táblázat).

1. táblázat. A képlékenyalakítási-hőkezelési stratégiák paraméterei

Lágyítási hőmérséklet ($T\text{ [°C]}$) és idő ($t\text{ [min]}$)	600 10		400 60	
Összes alakváltozás ($\lambda_0\text{ [-]}$)	2	1	2	1
Ciklusok száma (m)	1, 2, 4, 8			

A mikroszerkezeti és orientációs adatok gyűjtése és elemzése a pásztázó elektronmikroszkópia EBSD (elektron diffrakciós) berendezésével, illetve orientációs képalkotó (OIM) szoftver segítségével történt.

Az elektrtopolízott próbatesteken a vizsgálati terület $300 \times 350\text{ }\mu\text{m}$ méretű volt 250-szeres nagyítás mellett. Minden területen 30537 pont került azonosításra $2\text{ }\mu\text{m}$ -es lépésközzel. Az elektronmikroszkóp beállításai a következők voltak. Gyorsítófeszültség: 25 kV, munkatávolság: 13 mm, spot méret: 6.

Amennyiben két szomszédos szemcse orientáció különbsége meghaladta a 15° -ot, az őket elválasztó szemcsehatárt nagyszögűnek tekintettem. A szemcsehatárok közül a $\Sigma 3^n$ ($n = 1, 2, 3$) értékeket lettek speciális (CSL) határként definiálva. A szemcseméret meghatározásakor az ikerhatárok és a vizsgált területből kifutó szemcsék nem lettek figyelembe véve.

3. Eredmények

Az 1. ábrán látható diagramok tartalmazzák a vizsgálat eredményeit. A diagramokon látható jelölők a számolt értékeket reprezentálják. Az ezeket összekötő vonalak csupán a könnyebb tájékozódást segítik, nem trendeket jelölnek.

1. ábra. A szemcseméret és a különböző típusú szemcsehatárok mennyiségének alakulása az alkalmazott ciklusok számának függvényében

Azon próbatestek esetén, ahol az összes alakváltozás $\lambda_0 = 2$ volt, a speciális szemcsehatárok aránya a ciklusok számának emelkedésével nő. A $\lambda_0 = 1$ összes alakváltozást szenvedett próbatestek esetén a CSL határok arányának maximuma van 4 és 8 ciklus között (1. c diagram).

Amennyiben a CSL szemcsehatárok mennyiségét a nagyszögű szemcsehatárokhoz viszonyítjuk (1. d diagram) (figyelmen kívül hagyva tehát a kisszögű határokat), $m = 4-8$ esetben csökkennek a CSL aránybeli különbségek $\lambda_0 = 2$ és $\lambda_0 = 1$ összes alakváltozást szenvedett próbatestek között.

4. Értékelés

A vizsgálatok eredményeiből úgy tűnik, a CSL szemcsehatárok mennyiségének tekintetében létezik egy optimális ciklusszám. Amennyiben az összehasonlítás alapja a lépésként elszenvedett alakváltozás (1. táblázat), fény derül arra, hogy a CSL szemcsehatárok aránya az alakítás mértékétől függ.

1. táblázat. A CSL szemcsehatárok aránya a ciklusonkénti alakváltozás függvényében

	Ciklusonkénti alakváltozás (λ_0 [-])	Összes alakváltozás (λ_0 [-])			
		$\lambda_0 = 2$		$\lambda_0 = 1$	
		T = 600°C	T = 400°C	T = 600°C	T = 400°C
Ikerhatárok nélküli CSL szemcsehatárok aránya az összes nagyszögű szemcsehatárhoz [%]	2	55.26	48.40	-	-
	1	53.60	58.69	58.08	58.64
	1/2	63.97	67.30	67.11	71.25
	1/4	71.91	80.77	79.24	78.77
	1/8	-	-	60.24	70.29

Teljes újrakristályosodást feltételezve a lágyítások során alkalmazott közepes (az újrakristályosodási határhőmérséklet és az olvadáspont tekintetében) hőmérsékleteken a keletkező CSL határok mennyiségében nincs jelentős eltérés.

5. Következtetések

- A CSL határok mennyisége az egyes lépésekben elszenvedett alakváltozástól függ (teljes újrakristályosodást feltételezve).
- A CSL szemcsehatárok aránya az alakváltozás mértékétől függően maximummal rendelkezik.
- A hőkezelések paramétereinek csekély hatása van a speciális határok kialakulására.

Irodalom

- [1] O. V. Mishin, V. Y. Gertsman, G. Gottstein: *Distributions of orientations and misorientations in hot-rolled copper*, Materials Characterization 38, 1997, 39-48 oldal
- [2] V. Randle, Y. Hu, M. Coleman: *Grain boundary reorientation in copper*, J Mater Sci 43, 2008, 3782-3791 oldal
- [3] V. Randle, M. Coleman: *A study of low-strain and medium-strain grain boundary engineering*, Acta Materialia 57, 2009, 3410-3421 oldal
- [4] C. A. Schuh, M. Kumar, W. E. King: *Analysis of grain boundary networks and their evolution during grain boundary engineering*, Acta Materialia 51, 2003, 687-700 oldal
- [5] S. Xia, B. Zhou, W. Chen: *Effect of single-step strain and annealing on grain boundary character distribution and intergranular corrosion in Alloy 690*, J Mater Sci 43, 2008, 2990-3000 oldal
- [6] C. B. Thomson, V. Randle: *"Fine tuning" at $\Sigma 3^n$ boundaries in nickel*, Acta Mater. Vol. 45 No 12, 1997, 4909-4916 oldal
- [7] V. Randle, R. Jones: *Grain boundary plane distributions and single-step versus multiple-step grain boundary engineering*, Materials Science and Engineering A 524, 2009, 134-142 oldal