

X. FIATAL MŰSZAKIAK TUDOMÁNYOS ÜLÉSSZAKA

Kolozsvár, 2005. március 18-19.

A σ -FÁZIS ÉS AUSZTENIT KÖZÖTTI ORIENTÁCIÓS KAPCSOLAT VIZSGÁLATA DUPLEX KORRÓZIÓÁLLÓ ACÉLOKBAN EBSD SEGÍTSÉGÉVEL

Berecz Tibor – Szabó Péter János

Summary – This paper studies the orientation relationship between the σ - and the well known γ -phase (austenite) forming in duplex stainless steels. A calculation method has been developed to determine the misorientation between these phases from the Nardo orientation relationship by EBSD measurements based on crystallographic methods. The angle of deviation from the Nardo orientation relationship on different ageing time increased.

Összefoglalás – A cikk a duplex korrozíóálló acélokban keletkező tetragonális szerkezetű σ -fázis és a jól ismert térben középpontos köbös γ -fázis (ausztenit) orientációs viszonyának feltárásával foglalkozik. Egy kristálygeometriai alapokon nyugvó számítási eljárást állítottunk fel, amellyel EBSD adatokból meghatározhatjuk a szóban forgó két fázis orientációjának eltérését a szakirodalom által megadott Nardo-féle orientációs kapcsolattól. A Nardo-féle orientációs kapcsolattól való eltérés a hőkezelési idő függvényében növekvő tendenciát mutat.

Bevezetés

A duplex korrozíóálló acélok egy különleges csoportját alkotják a korrozíóálló acélok családjának. Nevüket kettős, ausztenites (γ -fázis) és ferrites ($\alpha(\delta)$ -fázis) szövetszerkezetükről kapták, amelyben a két fázis aránya 50-50% körül mozog. Ez a különleges szövetszerkezet erős ötvözés eredménye alacsony karbontartalom mellett (**1. Táblázat**). A számos ötvözőelem további hatásaként nagyszámú és változatos kiválások jönnek létre. Ezen kiválások közül az egyik legjelentősebb a σ -fázis, egy kemény, rideg kiválás, amely a 650-1000°C hőmérséklettartományban keletkezik az γ/δ fázisok határán. Jelenléte ridegséget okoz és csökkenti a korrozíóállóságot [1], [2]. E munka célja a kristálytani kapcsolat tanulmányozása a σ - és γ -fázisok között.

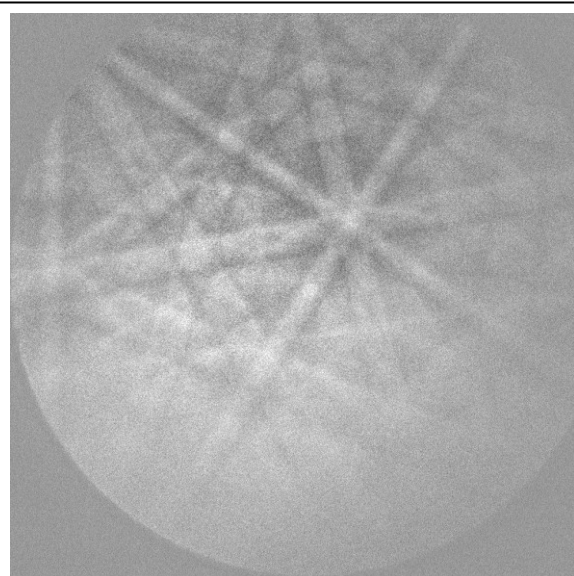
C [%]	Cr [%]	Ni [%]	Mo [%]	W [%]	Cu [%]	N [%]
max. 0,03	22-25	4-7	0-4	0-2	0-1,5	0,1-0,35

1. Táblázat
A duplex korrozíóálló acélok jellegzetes összetétele [1].

EBSD

Az EBSD (*electron back scatter diffraction*) egy olyan lehetőség a pásztázó elektronmikroszkópiában, amely által a visszaszórt elektronok segítségével az anyag mikrotextúrájáról az eddigieknél sokkal

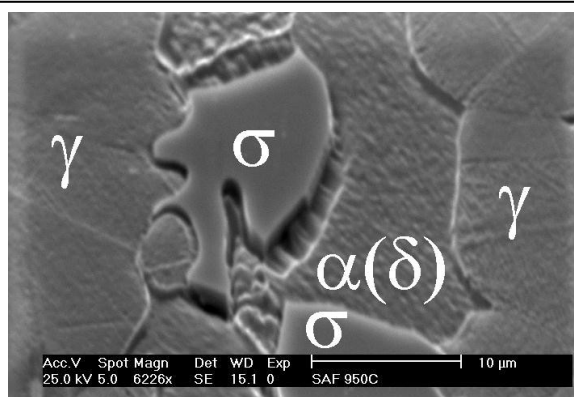
pontosabb és nagyobb mennyiségű információt nyerhetünk, mint más eljárásokkal előtte. Az EBSD úgy működik, hogy a mintáról visszaszórt elektronok a vizsgált anyag rácsszerkezetétől függő, egyenes vonalakból álló mintázatot hoznak létre: ezeket Kikuchi-vonalaknak nevezzük (**1. ábra**). A szoftver a kristálysíkokat jelző Kikuchi-vonalak helyzetéből határozza meg, hogy hol milyen fázisok találhatók. Az EBSD által meghatározható a különböző fázisok egyes szemcséinek orientációja, és az adott területről orientációs térkép is készíthető. Az EBSD vizsgálatokhoz a BME Anyagtudomány és Technológia Tanszék Philips XL30 típusú pásztázó elektronmikroszkópját és a hozzá tartozó EDAX-TSL EBSD berendezést használtuk.



1. ábra
Ausztenitről származó Kikuchi-vonalakból álló EBSD-mintázat.

A minták előkészítése

A vizsgálatokhoz hidegen hengerelt majd lágyított SAF2507 típusú duplex korrózióálló acélból készített mintákat alkalmaztunk, amelyeket 900°C-on hőn tartottunk 200, 500, 1000, 5000 mp időtartamokra, és a hőntartásokat levegőn történő hűtés követte. Ahhoz, hogy megfelelően jó minőségű Kikuchi-vonalakat kapjunk, a mintákat a szokásos metallográfiai előkészítésen túl 0,02 µm névleges méretű SiO₂ részecskéket tartalmazó pasztával políroztuk, majd sósavas rézszulfát (4g CuSO₄, 20ml HCl, 20ml H₂O) oldatban marattuk. A



2. ábra
σ-fázis az α(δ)- és γ-fázisok határán egy pásztázó elektronmikroszkópi felvételen.

marószer a különböző fázisokat különböző mértékben és más kristálytani irányok mentén marja, ezért közöttük kontraszt figyelhető meg, ami lehetővé teszi, hogy az egyes fázisokat a pásztázó elektronmikroszkóp visszaszórt elektron (*BSE – Back Scatter Electron*) üzemmódjában is azonosíthassuk (**2. ábra**).

A γ/σ fázisátalakulás kristálygeometriai leírása

A σ- és γ-fázisok közötti kristálytani kapcsolatot a szakirodalom szerint a Nenno-féle orientációs viszony írja le, amely a következő alakban írható [8]:

$$(111)_{\gamma} \parallel (001)_{\sigma} \text{ illetve } [\bar{1}01]_{\gamma} \parallel [110]_{\sigma}.$$

Ez a kapcsolat matematikai alakban is felírható a mátrixalgebra segítségével. Ennek alapja, hogy két azonos helyzetű kockát kétszeri forgatással a Nenno-féle összefüggésnek megfelelő helyzetbe hozunk. Az

első elforgatás szöge: 54,74° és tengelye az $[\bar{1}10]$ irány (3. ábra). A második elforgatás szöge 210°, tengelye pedig az $[111]$ irány (vagyis az eredeti kocka testátlója – 4. ábra).

A forgatási tengelyek és az elforgatási szögek segítségével a forgatási mátrixok felírhatók a [3] szerint.

Az eredő elforgatást a két forgatási mátrix szorzataként kapjuk:

$$\underline{\mathbf{R}} = \underline{\mathbf{R}}_2 \underline{\mathbf{R}}_1 \quad (1)$$

Mivel esetünkben egy térben középpontos köbös rendszerű kristály (ausztenit) alakul át tetragonális kristályrendszerbe (σ -fázis), ezért a kristályrács deformációjával is számolni kell. Ezt az ún. deformációs mátrixszal vesszük figyelembe, amelyet a megfelelő rácsparaméterek hányadosaiból képezünk (2. Táblázat):

$$\underline{\mathbf{D}} = \begin{bmatrix} \eta_1 & 0 & 0 \\ 0 & \eta_1 & 0 \\ 0 & 0 & \eta_2 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} a_\gamma/a_\sigma & 0 & 0 \\ 0 & b_\gamma/b_\sigma & 0 \\ 0 & 0 & c_\gamma/c_\sigma \end{bmatrix} \quad (2)$$

A deformációs mátrixot felhasználva a Nenno-féle orientációs viszony a következő alakban írható:

$$\underline{\mathbf{N}} = \underline{\mathbf{D}} \underline{\mathbf{R}} \quad (3)$$

A σ - és γ -fázisok közötti kristálytani kapcsolat így a következő mátrixegyenlettel írható fel:

$$\underline{\mathbf{N}} \underline{\mathbf{S}}_i \underline{\mathbf{M}}_\sigma = \underline{\mathbf{S}}_j \underline{\mathbf{M}}_\gamma$$

Ahol:

- $\underline{\mathbf{S}}$ az egyes kristályrendszerek szimmetriáit kifejező mátrixok. A térben középpontos köbös rendszer szimmetriája 24-, a tetragonális rendszer szimmetriája 8-szoros. Vagyis: $i=1 \dots 24$, és $j=1 \dots 8$.
- $\underline{\mathbf{M}}$ az egyes szemcsék orientációját kifejező mátrixok.

Fázis	Rácsparaméter (pm)			Rácstípus
$\alpha(\delta)$ (ferrit)	270	270	270	fkk
γ (ausztenit)	360	360	360	tkk
σ -fázis	879	879	454	tetragonális

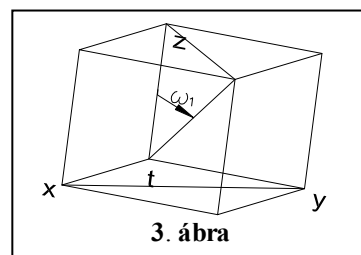
2. Táblázat

A ferrit, ausztenit és σ -fázis főbb kristálytani jellemzői [2].

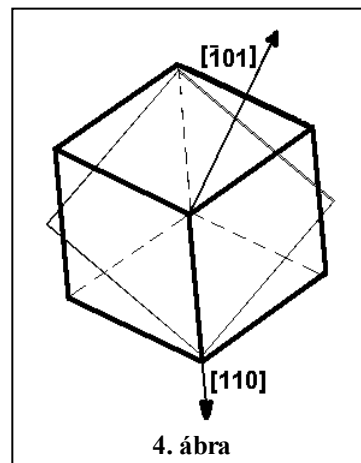
Kísérletek

Meghatározzuk EBSD segítségével közvetlenül egy σ -szemcse orientációját kifejező orientációs mátrixot. Ezek után kiszámítjuk a szomszédos γ -szemcse lehetséges orientációit (szintén mátrix alakban), ami a szimmetriák miatt $24 \times 8 = 192$ lehetséges eredményt ad. Ezekből az orientációs mátrixokból kiszámítjuk az orientációkat, amelyeket összevetünk a γ -szemcsére vonatkozó mért értékekkel az alábbi mátrixegyenlet szerint:

$$\underline{\mathbf{M}}_\gamma = \underline{\mathbf{S}}_\gamma^{-1} \underline{\mathbf{N}} \underline{\mathbf{S}}_\sigma \underline{\mathbf{M}}_\sigma \quad (5)$$



3. ábra

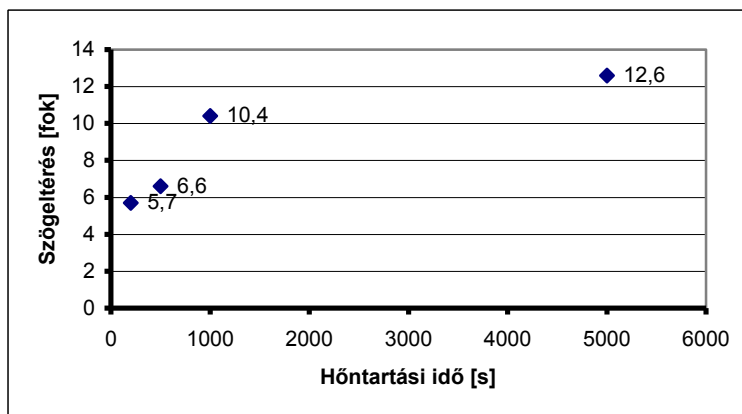


4. ábra

Eredmények

Az egyes hőntartási időtartamoknál a Nenno-féle orientációs kapcsolattól való eltéréseket a **1. Diagram** tartalmazza. Azt kaptuk eredményül, hogy a valódi (mért) orientáció eltér az ideálistól (a számítottól), és a hőkezelési idő függvényében a következő tendenciát mutatja: minél hosszabb a hőkezelés időtartama, annál nagyobb az ideálistól való szögeltérés.

Az eltérések fő oka a σ -fázis torzult a rácsszerkezete lehet. Ezt megerősíti az a tény is, hogy az EBSD sokkal kisebb biztonsággal ismeri fel a σ -fázist, mint a ferritet vagy az ausztenitet. Ezt közvetlenül igazolják a fázis- és orientációs térképeken levő fekete területek, amelyeket az EBSD nem tudott beazonosítani.



1. Diagram
Szögeltérések Nenno-féle orientációs kapcsolattól különböző hőntartási időtartamokon.

IRODALOMJEGYZÉK

- [1] Bődök Károly: Az ötvözetlen, gyengén és erősen ötvözött szerkezeti acélok korrózióállósága, különös tekintettel azok hegeszthetőségére; Corweld, Bp., 1995.
- [2] R. N. Gunn: Duplex stainless steels; Abington Publishing, Cambridge, Egyesült Királyság, 1997.
- [3] H. Schumann: Kristálygeometria és a fémek rácstranzformációi; Műszaki Könyvkiadó, Bp., 1985.
- [4] H. –J. Bunge: Texture Analysis in Materials Science; Butterworth, London, Egyesült Királyság, 1982.
- [5] H. K. D. H. Bhadeshia: Geometry of Crystals; The Institute of Metals, London, Egyesült Királyság, 2001.
- [6] V. Randle: Microtexture Determination and Its Applications; Bourne Pr., Bournemouth, Egyesült Kir., 1992.
- [7] V. Randle: The Measurement of Grain Boundary Geometry; Inst. of Phys. Publ., London, Egyesült Kir., 1993.
- [8] S. Nenno, M. Tagaya, Z. Nishiyama; Trans. Jpn. Inst. Met., 3 (1962) 82-94.
- [9] M. G. Glavicic, P. A. Kobryn, T. R. Bieler, S. L. Semiatin; Mat. Sci. and Eng., A346 (2003) 50-59.
- [10] T. H. Chen, J.R. Yang; Mat. Sci. and Eng., A311 (2001) 28-41.
- [11] M. Humbert, N. Gey; Appl. Cryst., 35 (2002) 401-405.
- [12] Dong-Woo Suh, Joo-Hee Kang, Kyu Hwan Oh, Hu-Chul Lee; Scripta Materialia, 46 (2002) 375-378.
- [13] Yutaka S. Sato – Hiroyuki Kokawa; Scripta Materialia, 40 , No. 6, pp. 659-663, 1999.

Berecz Tibor¹ – **Dr. Szabó Péter János** / doktorandusz – PhD, egyetemi docens
Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Gépészmérnöki Kar, Anyagtudomány és Technológia Tanszék
H-1111 Budapest, Goldmann György tér 3.
Telefon¹: +36-1/463-2175; Fax: +36-1/463-3250; E-mail¹: berecz.tibor@freemail.hu