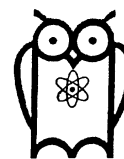




MISKOLCI EGYETEM
MŰSZAKI ANYAGTUDOMÁNYI KAR
TUDOMÁNYOS DIÁKKÖRI DOLGOZAT
3515 MISKOLC Egyetemváros



A 14016-os ferrites acél szemcsedurvulásának vizsgálata

Készítette:

Matusz Péter

Konzulensek:

Mekler Csaba

Dr. Kaptay György

Anyagtudományi Intézet
Bay Zoltán Alkalmazott Kutatási Közalapítvány – Nanotechnológiai
Kutatóintézet

2011. november

Tartalomjegyzék:

1	Bevezetés.....	3
2	Elméleti háttér	4
2.1	Szilárd fázis keletkezése olvadékból.....	4
2.2	Szemcsedurvulás	4
2.3	Fajlagos felület meghatározása	6
3	A megbízó cégtől kapott minta vizsgálata	7
3.1	A minta előkészítése.....	7
3.2	Csiszolás, polírozás, maratás.....	8
3.3	Optikai reflexiós mikroszkóp vizsgálat eredményei	8
4	A kísérlet kivitelezése	9
4.1	A hőmérséklettartomány megállapítása	9
4.2	Hőkezelési kísérlet	10
4.3	A kísérlet eredményei.....	11
4.4	További hőkezelési kísérletek	15
4.5	A további hőkezelési kísérletek eredményei	20
5	Réz penetráció hatása a szemcsedurvulásra	21
5.1	Forrasztás nélküli minták vizsgálata	21
5.2	Rézrel forrasztott minták vizsgálata	23
5.3	A réz forrasztással végzett kísérlet kiértékelése.....	25
6	A szemcsedurvulási modell ismertetése.....	26
7	A modell alkalmazása	27
8	Összefoglalás.....	29
9	Köszönetnyilvánítás	30
10	Irodalomjegyzék.....	31

1 Bevezetés

Mint tudjuk a mérnöki gyakorlatban az acélt, mint alapanyagot számos helyen alkalmazzák akár szerszámként, akár szerkezeti elemként, akár autóiipari alkatrészként stb.

Egy adott szerkezeti anyag mechanikai tulajdonságait több fontos tényező befolyásolja. Ilyen például a szemcseméret, a különböző ötvözők és azok mennyisége egy adott fémötvözetben belül. A TDK dolgozatban a 14016 jelzésű ferrites acélban jelentkező szemcsedurulás problémájával foglalkoztam a Bay Zoltán Alkalmazott Kutatási közalapítvány Logisztikai és Gyártástechnikai Intézetének Nanotechnológiai laboratóriumában, amely tényleges problémát okoz nemcsak a gyártás utáni teszteken, hanem a késztermék felhasználása során is.

Vizsgálatom fő területe a ferrites acél szemcsedurulásának a vizsgálata volt. A megbízó cégnél ez a jelenség komoly problémát okozott a keményforrasztás során. Így a tőlük kapott acéllemezekből mintadarabokat vágtam ki, vizsgáltam az alapacél szemcseméretét, majd az irodalomkutatás során összegyűjtött információk alapján fény derült arra, hogy a kísérletsorozatot mely hőmérséklet tartományban érdemes végezni. Ezeken a hőmérsékleteken különböző hőtartási időket alkalmaztam. A hőkezelt mintákat beágyazás után csiszolás, polírozás, majd maratás követte. Az így előkészített mintákat a Miskolci Egyetem Anyagtudományi Intézetében optikai reflexiós mikroszkóppal vizsgáltam meg.

Ezen felvételekből kiderült, hogy a ferrites acél jelentős szemcseméret növekedésen megy keresztül, tehát ezt valamilyen módon korlátozni kell. Mivel a cég az alapanyag megváltoztatását nem tervezte, így csak a hőmérséklet - idő különböző variációit alkalmazhattam megoldásként. Az optikai reflexiós vizsgálatok után egzakt, számszerű adatok kellettek, hogy ily módon is összehasonlíthatóak legyenek az eredmények. Az optikai reflexiós vizsgálatok kiértékelése során sikerült pontosítani, illetve meghatározni a hőmérséklet tartományt, ahol a szemcsedurulás megkezdődik, illetve a szemcsedurulás mechanizmusának egy formáját is sikerült megfigyelni a látottak alapján.

Így képessé váltunk arra, hogy a keményforrasztási technológia módosítására javaslatot tegyünk.

2 Elméleti háttér

2.1 Szilárd fázis keletkezése olvadékból

Ahhoz, hogy megértsük a szemcsék növekedésének mechanizmusát, előtte a kristály csírák keletkezését is tárgyalnunk kell. Első lépésben a kristálycsírák jönnek létre, majd ezek tovább növekszenek.

Egy fém atomjai olvadt állapotban egymáshoz képest folyamatos mozgásban vannak. Úgy is mondhatnánk, hogy egyik atom folyamatosan kicseréli a helyét a másikkal. Ez a jellegzetes mozgás mindaddig megmarad, amíg az olvadék el nem éri az olvadáspont közeli állapotot. Ekkor a fémolvadék viszkozitása jelentősen megnő, így az atomok már nem képesek olyan mozgásra, mint eddig. A hőmérséklet csökkenésével egyre több olyan góc keletkezik, amely további mozgásra nem képes. Az atomok a kinetikus energiájukat is elvesztik. Stabilis kristálygócok túlhűlés hatására jönnek létre.

Termodinamikailag bármely folyamat csakis abba az irányba mehet önként végbe, amely irányba μ kémiai potenciáljuk csökken, azaz minden folyamat az energiaminimumra törekszik. Így a csíráképződés megfelelő körülmények között (túlhűtés) egy önként végbemenő folyamatnak tekinthető. Ha a rendszerben a legkisebb kristálycsírák felülete A , n mol adott anyagból, ekkor a rendszerben a teljes szabadentalpia változás:

$$\Delta G = n(\mu_{sz} - \mu_f) + \gamma A \quad (1)$$

ahol μ_{sz} és μ_f a szilárd és folyadék fázis kémiai potenciálja, γ pedig a két fázis közötti felületi feszültség.

2.2 Szemcsedurvulás

Miután megjelentek a folyékony fázisban a kristálycsírák, a további növekedés a molekulák/részecskék egymásra rakódásával folytatódik. A folyamat szintén az energiaminimumra való törekvés szerint megy végbe.

A már meglévő gócra úgy rakódnak rá az olvadékból kiváló szemcsék, hogy azok a lehető legtöbb kötéssel tudjanak kötődni a már meglévő relatíve nagy szemcséhez, biztosítva így a lehető legtöbb energia felszabadulást. [1]

Azzal, hogy a szemcse növekszik, csökkenti a teljes szabadentalpia változást a szemcsehatár-terület csökkentésével [5], de fontos tényező lehet a nagyobb energiájú határok helyettesítése a kisebb energiájúakkal is. Ha a növekedést egy ék alakú, dőlésszöget tartalmazó kristályon vizsgáljuk, akkor az a következő képlettel írható fel:

$$E = \gamma R \alpha \quad (2)$$

ahol γ a felületi feszültség R a hengeres felület sugara és α az ék szöge. A határ vándorlása a görbületi középpont felé a határ területének és ezzel energiájának csökkenését okozza. Az erő*távolság=energia összefüggés analógiájára egy látszólagos hatóerő képzelhető el a határon. A megfelelő P hajtóerő területegységenként [2]:

$$P = \frac{\gamma}{R} \quad (3)$$

Újabb kutatások szerint a szemcsedurvulás egyik legfontosabb paramétere, amely alapvetően meghatározza a további növekedésüket, a szemcsehatár mozgékonyasága, a határfelületi energiája [3-7], illetve a szemcsehatár görbülete [3]. A szemcsehatárok mozgékonyasága számszerűsíthető [4]. A szemcsehatár mozgékonyaság, illetve a görbülete a szemcsék növekedési sebességére is hatással van, amely a következő képletben is megmutatkozik:

$$v = \gamma_{gb} M_{gb} \kappa \quad (4)$$

ahol M_{gb} a szemcsehatár mozgékonyaság γ_{gb} a felületi feszültség, κ pedig a szemcsehatár görbülete; $\kappa = 1/r$ [3,6].

A szemcsedurvulás modellezésére három fajta módszert szoktak alkalmazni: vektor modellt, fázis mező modellt, illetve Monte Carlo Pott modellt. Ezen modelleknél mindig probléma az

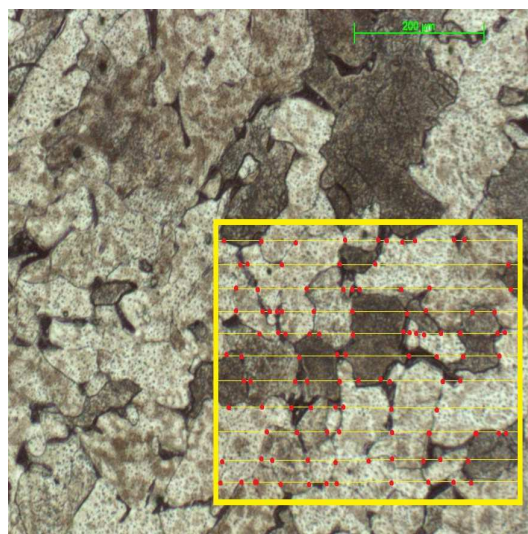
idő skála megnyújtása [6], törekedve arra, hogy egységnyi idő alatt a lehető legtöbb információt begyűjtsék a modellezés során.

Az itt említett modellek mellett Dr. Roósz András és munkatársai dolgoztak ki egy cella-automata modellt, amelyben az atomok sokasága egy cellát alkot és ezek a cellák egymás szomszédságába lépve egymással csökkentik, vagy éppen növelik a szabad energiájukat függően attól, hogy mely irányba történik az atomok ugrása [7]. Nyilván, ha a szabad energiája csökken a rendszernek az szemcseméret növekedéshez vezet.

2.3 Fajlagos felület meghatározása

A szemcsedurvulás mértékét valamilyen módszerrel számszerűsíteni kell, így a jelen dolgozatban a szemcsék méretét a fajlagos felület értékük kiszámításával tettük meg.

A fajlagos felület meghatározása a sztereológia egyik módszerének tekinthető. A meghatározása úgy történik, hogy egy szövetképre N darab L_T hosszúságú vonalat helyezünk, amelyen megszámoljuk, hogy a vonal hányszor metszette el szemcsehatárokat. Az összes metszésszám jele P_L . Így a kettő hányadosa megadja az egységnyi hosszúságra eső metszéspontok számát, amelyből következtetni lehet a szemcsék méretére. Ez a következő képlettel foglalható össze:



1. ábra A fajlagos felület mérésének elve

$$S_v = P_L / N * L_T, [\text{mm}^2/\text{mm}^3] = [1/\text{mm}] \quad (5)$$

Ebből következően, ha S_v (későbbiekben A_s -ként is jelölve) értéke kicsi, a szemcsék relatíve nagyok tekinthetők, ha ez az érték nagy a szemcsék kicsinek tekinthetők [8].

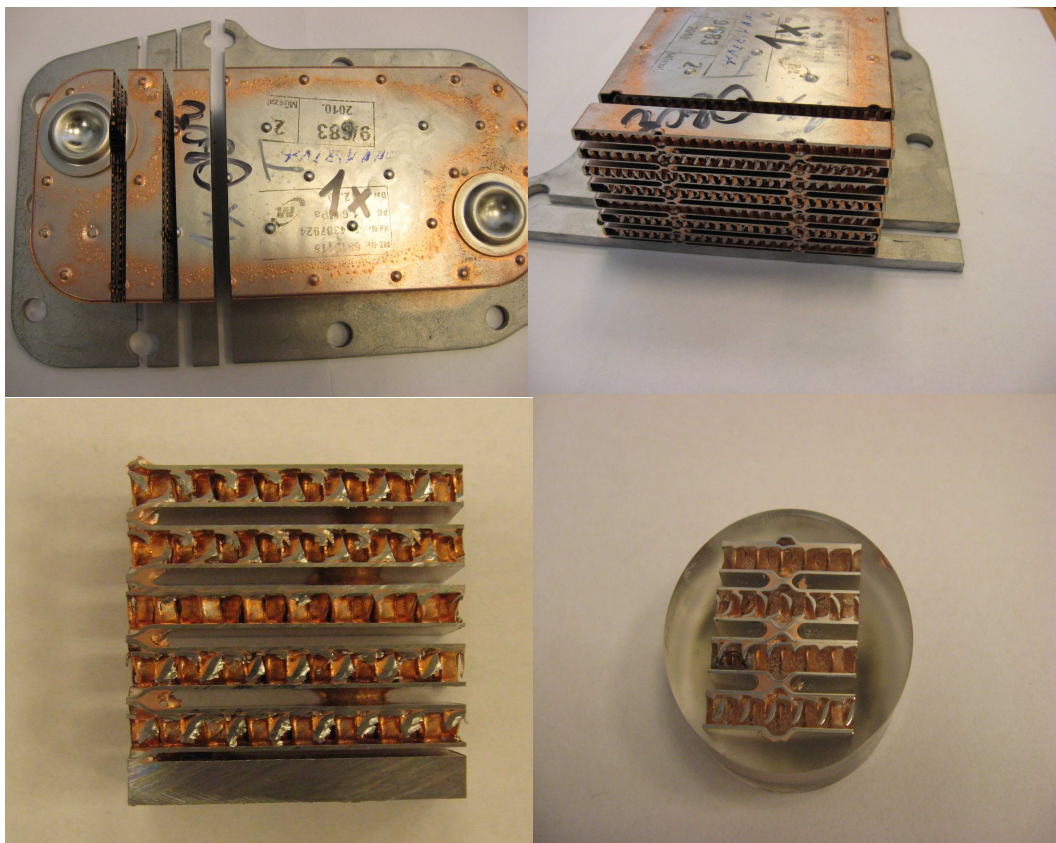
3 A megbízó cégtől kapott minta vizsgálata

A megbízó cég azzal a problémával kereste meg intézetünket, hogy a technológia alkalmazása során az alapanyag jelentős szemcsedurvuláson megy keresztül. Így ennek mélyebb vizsgálatát kérték. A feladat a hőmérsékletköz feltérképezése volt, ahol esetlegesen a szemcsék növekedése megkezdődhet.

Így a kapott alapanyagot feldolgoztuk, ami munkadarabból való minta kivágását, beágyazását, csiszolását, polírozását jelentette.

3.1 A minta előkészítése

Az adott ábrán (2. ábra) látható, ahogyan a kapott munkadarabot részekre vágunk. A részekből beágyazható méretű mintákat metakril - metakrilát gyantába ágyasztuk.



2. ábra A mintaelőkészítés folyamata

3.2 Csiszolás, polírozás, maratás

Beágyazást követően a csiszolást 120, 320, 1000-es vásznon végeztem folyamatos vízöblítéssel.

Ezután a polírozást 3 és 1 μm -es vásznon végeztem, gyémánt szuszpenziót/folyadékot használva a polírozáshoz.

A maratást 20 ml királyvízzel végeztem 6 másodpercig, majd azonnal leöblítettem folyó vízzel, desztillált vízzel, majd alkohollal. Ezután megszáritottam a mintát.

3.3 Optikai reflexiós mikroszkóp vizsgálat eredményei

Megfelelő előkészítést követően optikai reflexiós mikroszkópos vizsgálatokat végeztem (3. ábra). Ennek eredményét a következő kép (4. ábra) szemlélteti.



3. ábra Zeiss – Imager.M1m



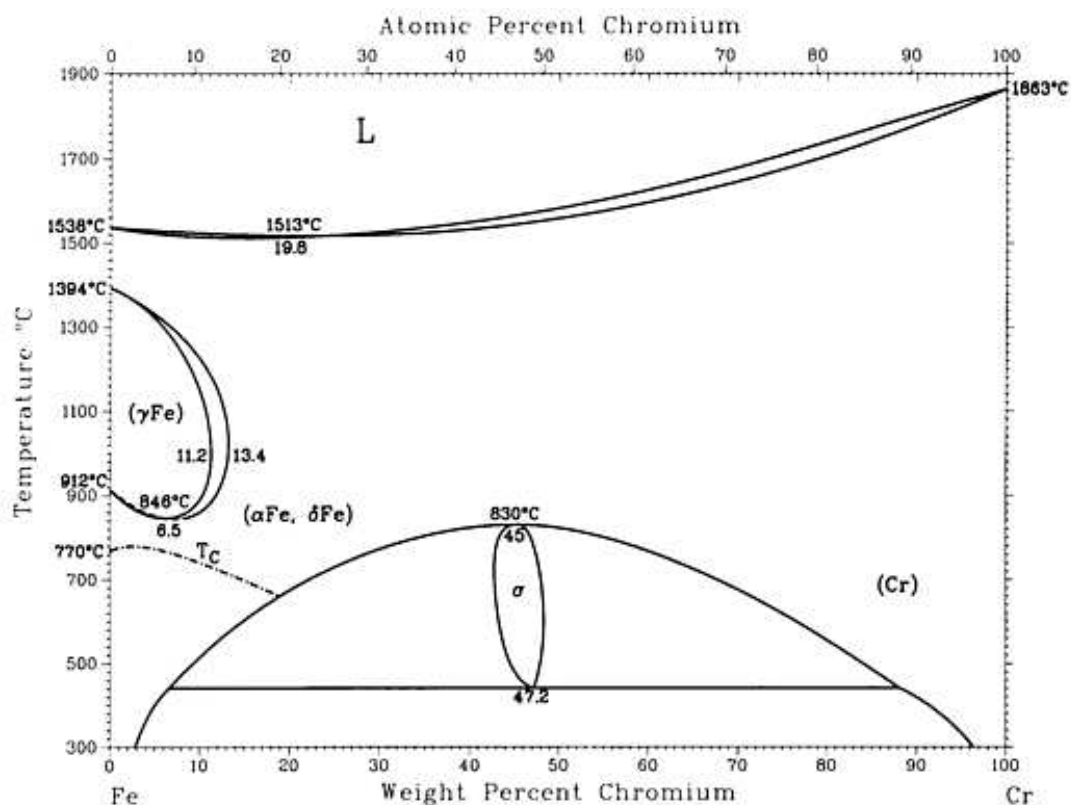
4. ábra Egy rézzel forrasztott minta 200x-os nagyításban

A 4. ábrán látható, hogy a szemcsék mérete jelentős, eléri akár a 200 μm-es szemcsenagyságot is, amely a technológia szempontjából nem elfogadható. Egy kettős sáv is megfigyelhető a lemezvastagság (0,5 mm) mentén, egy kisebb szemcsékből álló a lemez két szélén, illetve egy nagy szemcsékből álló réteg a lemez közepén. Ebből a következő kísérletsorozatot tudtuk összeállítani, amelyet a következő pontban (4-es pont) taglalok.

4 A kísérlet kivitelezése

4.1 A hőmérséklettartomány megállapítása

Későbbi konzultációk során kiderült, hogy az alapanyag 18% króm tartalmú ferrites acél, amelynek szemcsedurvulása tényleges problémát okoz nemcsak a gyártása, ellenőrzése, hanem a késztermék felhasználása során is. A következő ábra (5. ábra) a vas- króm állapotábrát mutatja be [9].

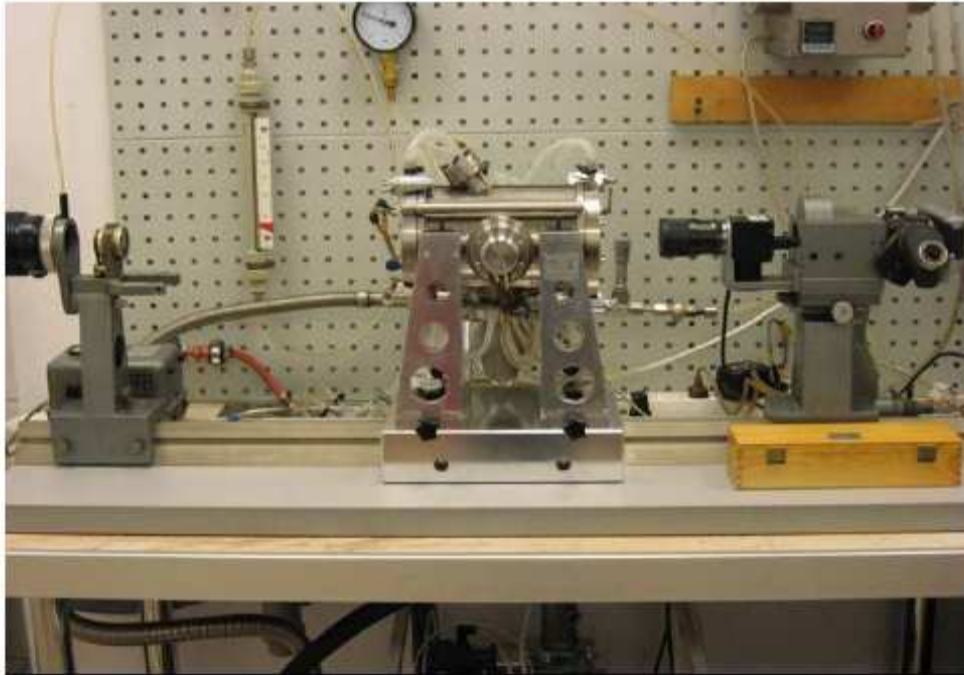


5. A vas – króm binér fázisdiagramja [9]

A diagramot megvizsgálva arra a következtetésre jutottam, hogy a vizsgálatot 700°C körül érdemes elkezdni a hőkezelési kísérleteket, ha azt akarjuk, hogy az esetleges szigma fázis kiválások ne zavarják meg a mérésünket.

4.2 Hőkezelési kísérlet

A hőkezelést 10^{-4} mbar nyomáson vákuum csőkemencében (6. ábra) végeztem, titán szivacs jelenléte mellett. A vákuumnak azért van fontos szerepe, mert az oxidáció nagy hőmérsékleten jelentős károkat tud okozni és gyakorlatilag a minta vizsgálhatatlanná válik. A titán szivacs jelentősége, hogy a rendszerben maradt oxigént kizárjuk a rendszerből.

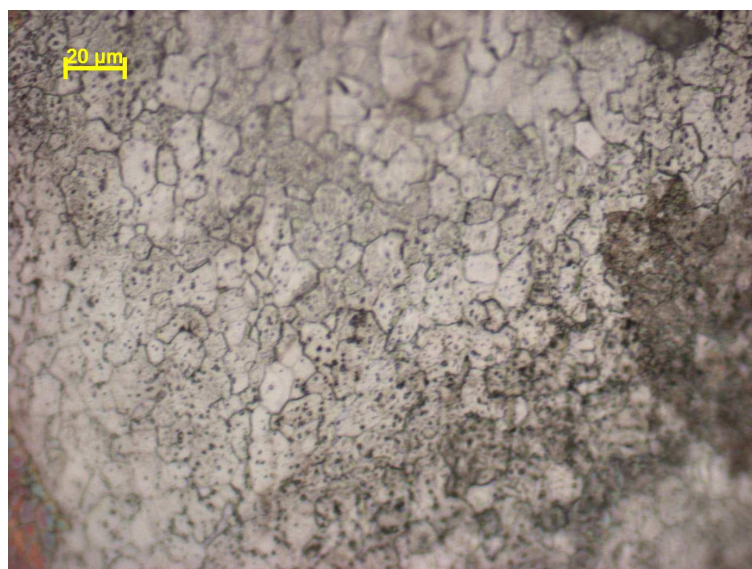


6. ábra A vákuum csőkemence

A mérést először 700 - 1100°C-os hőmérséklettartományban végeztem két lépcsőben 1 órás hőtartással, a hőkezelt mintákat a 3. 2 fejezet szerint előkészítettem, majd a 3. 3 fejezet szerint optikai reflexiós vizsgálatokat végeztem.

4.3 A kísérlet eredményei

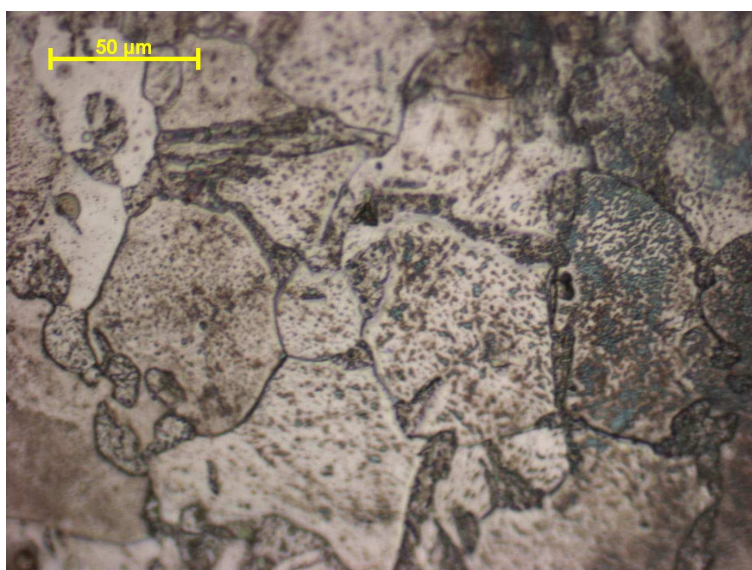
A hőkezelt mintákat a 7-12. ábrasorozat szemlélteti .



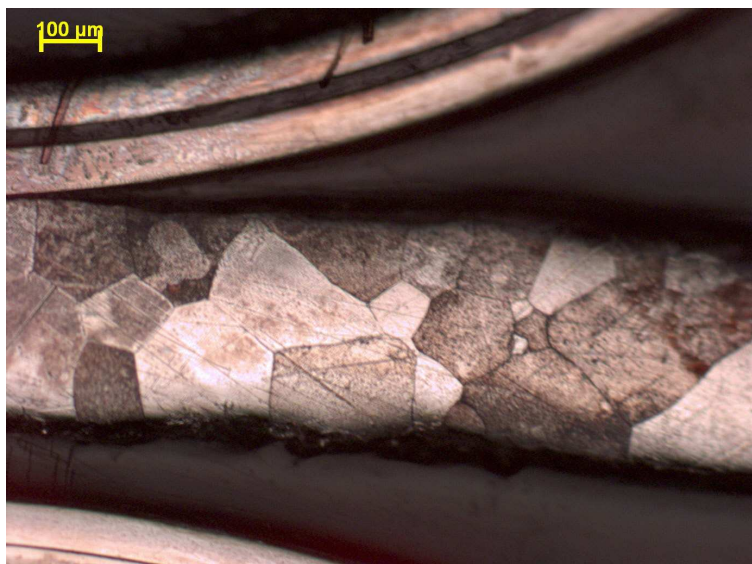
7. ábra 700°C-on hőkezelt darab 200x-os nagyításban



8. ábra 800°C-on hőkezelt darab 200x-os nagyításban



9. ábra 900°C-on hőkezelt darab 200x-os nagyításban



10. ábra 1000°C-os darab 100x-os nagyításban



11. ábra Az 1050°C-os darab 100x-os nagyításban.



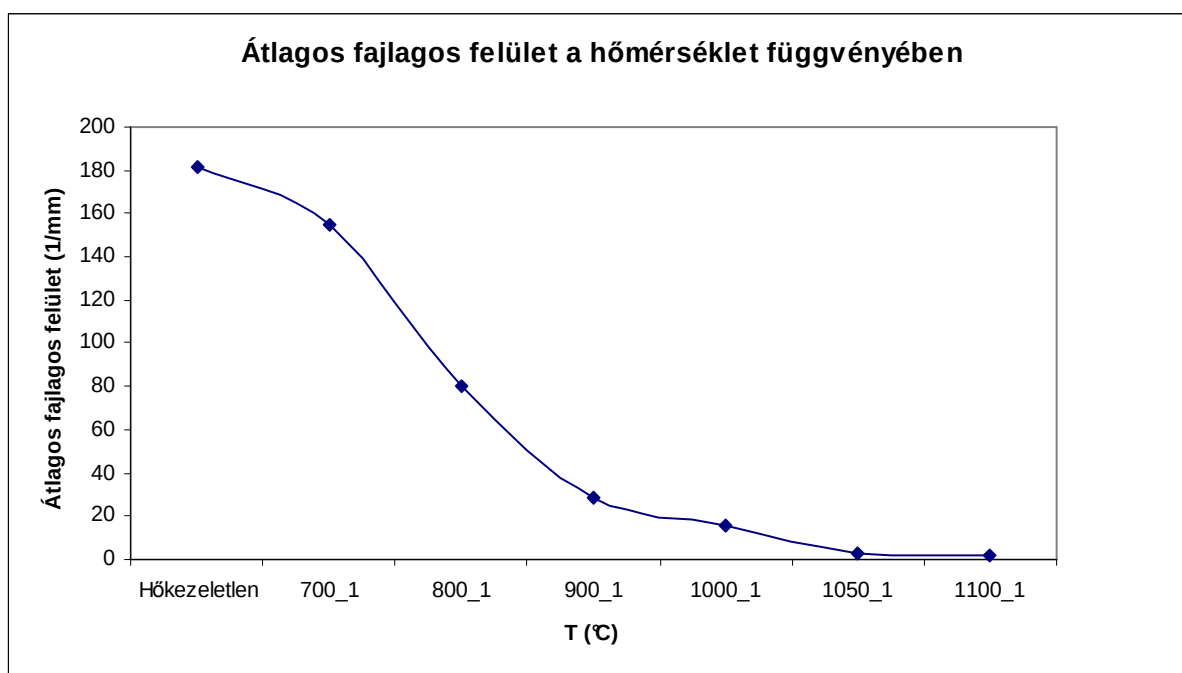
12. ábra 1100°C-os darab 50x-os nagyításban

Mint ahogy azt a fentiekben említettem, egy meghatározott módszerrel fajlagos felület (2.3-as fejezet) értékeket számoltam. A mért eredményeket az 1. táblázatba foglaltam össze. Itt kiemelném a hőkezeletlen értéket a viszonyítás miatt. Az első táblázat az első lépcsőben 1 órán át hőntartott darabok mért értékekeit mutatja:

1. táblázat Az átlagos fajlagos felület értékek a hőkezelési hőmérsékleteken

Minta neve	T°C	t (óra)	Nagyítás	Átlagos fajlagos felület (1/mm)
Hőkezeletlen	20	0	100x	182
700_1	700	1	200x	155
800_1	800	1	200x	80
900_1	900	1	200x	29
1000_1	1000	1	100x	16
1050_1	1050	1	100x	3
1100_1	1100	1	50x	2

Az értékeket diagramban is ábrázoltam (13. ábra), látható, hogy a fajlagos felület értéke erősen csökken a hőmérséklet emelkedésével.

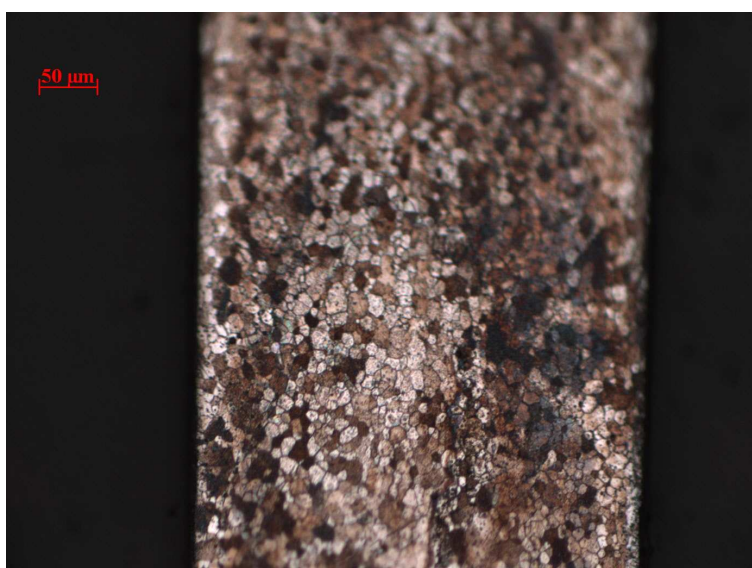


13. ábra Az átlagos fajlagos felület a hőmérséklet függvényében.

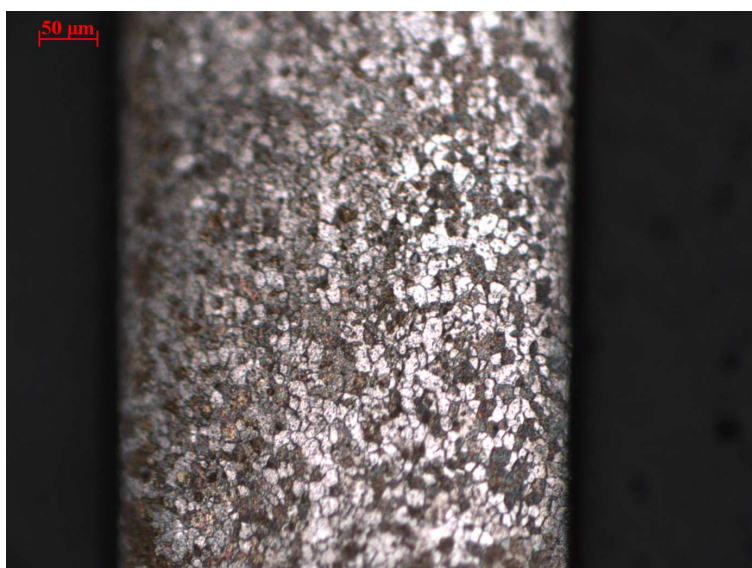
A mérésből az a következtetés vonható le a látottak alapján, hogy a kísérletet 700 - 800°C-os hőmérséklet tartományban kell folytatni, mert ott jelentősen látszódik a szemcsenövekedés kezdetleges nyoma.

4.4 További hőkezelési kísérletek

Folyamatos alapanyag ellátás mellett a kísérleteket a 6. ábrán szereplő vákuumkemencében 10^{-4} mbar csökkentett nyomást tartva a 4.3 fejezet kísérleti eredményeiből kiindulva 2 és 4 órás hőkezelést végeztem 700°C, 750°C, illetve 800°C-on. A hőkezelt mintákat a 3.2-es fejezet szerint előkészítettem, majd a 3.3 fejezet szerint optikai reflexiós mikroszkópos vizsgálatokat végeztem. A fajlagos felület értékeket a 2.3 fejezetben taglaltak szerint határoztam meg. Az eredményeket a 2. táblázatban összefoglaltam és grafikusán ábrázoltam a 21. ábrán.



14. ábra A 700°C 2 órás darab 200x-os nagyításban



15. ábra 700°C 4 órás darab 200x-os nagyításban



16. ábra 750°C 2 órás darab 200x-os nagyításban
(ez azért érdekes része a mérésnek, mert a minta egyik végén 50-100 μm -es szemcsék láthatók, a minta másik végén pedig csak 50 μm alatt)



17. ábra 750°C 2 órás darab 200x-os nagyításban (50 μm alatti szemcsék)



18. ábra 750°C 4 órás darab 200x-os nagyításban



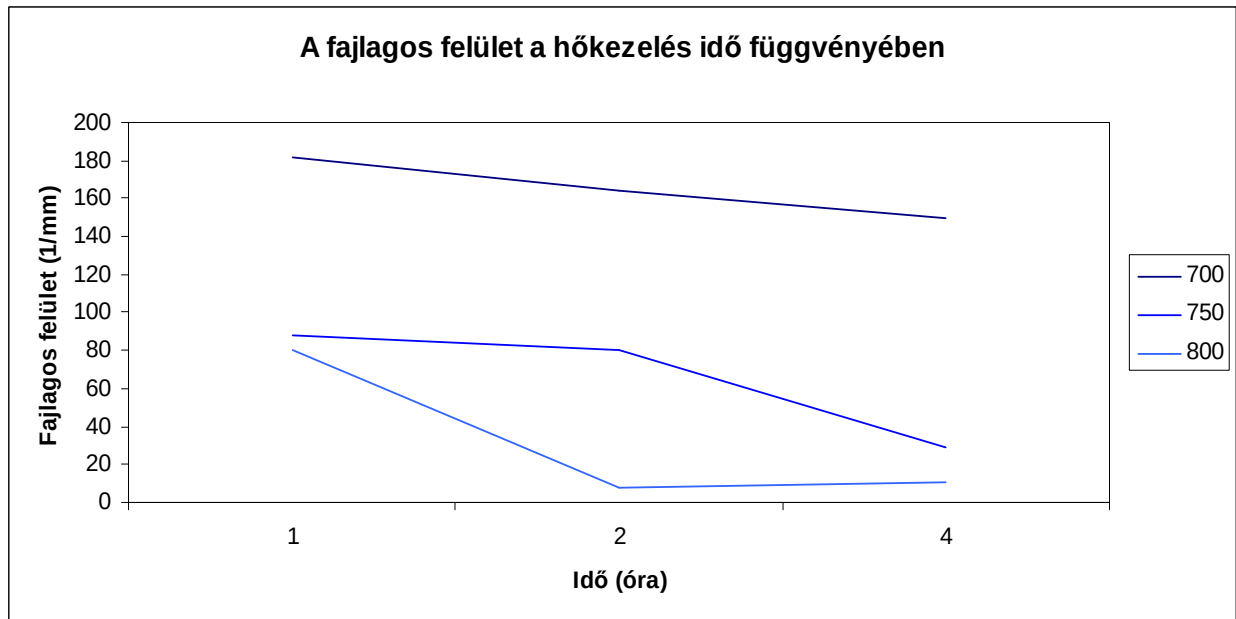
19. ábra 800°C 2 órás darab 100x-os nagyításban



20. ábra 800°C 4 órás darab 100x-os nagyításban

2. táblázat Az átlagos fajlagos felület értékek különböző hőmérsékleteken

T (°C)	Id ő (h)	Nagyítás	Fajlagos felület érték (1/mm)
700	1	200x	182
	2	200 x	164
	4	200 x	150
750	1	200x	88
	2	200 x	80
	4	200 x	29
800	1	200x	80
	2	200 x	8
	4	200 x	11



21. ábra Az átlagos fajlagos felület értékei a hőkezelési idő függvényében

4.5 A további hőkezelési kísérletek eredményei

Mint az a fentiekben is látszik, hogy a hőmérséklet emelkedésével a fajlagos felület értékek egyre kisebbek, azaz nő a szemcseméret. Ezt úgy éri el az anyag, hogy a szemcsék csökkentik a fajlagos felületüket, azaz összenőnek.

Szignifikáns változás 750°C-on látható a 2 órás daraboknál, ahol egy mintadarabban az 25 μm – 100 μm szemcseméret megtalálható. Ez arra enged következtetni, hogy a szemcsedurvulás ezen a hőmérsékleten, esetleg 10-15°C-al alacsonyabb hőmérsékleten indul meg.

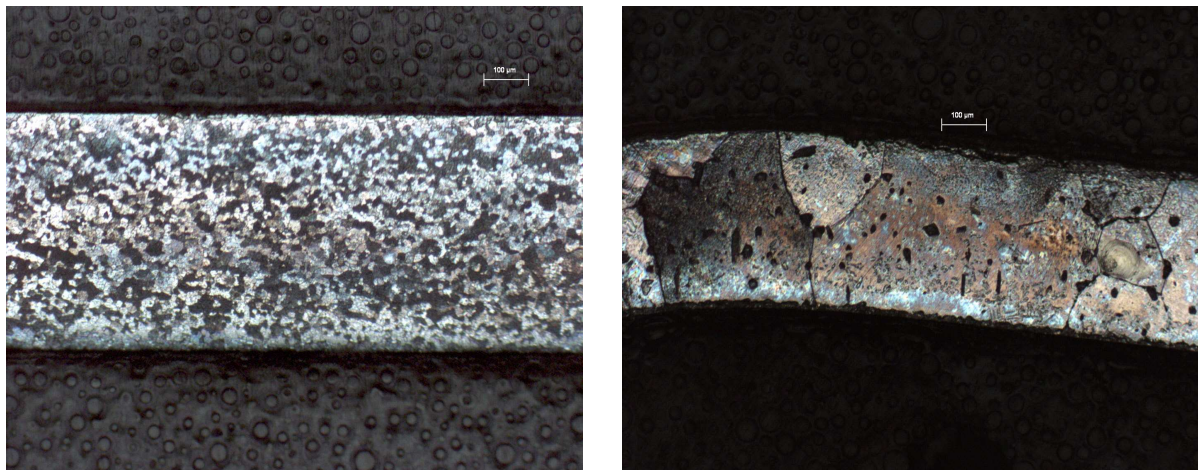
A 750°C 2 és 800°C 1 órán át hőntartott darabok közt fellelhető az a különbség, hogy a hőntartás során kialakul a mintadarabban két réteg. Egy nagyobb szemcsékből álló réteg a vizsgált lemez szélein és egy kisebb szemcsékből álló réteg a lemez közepén. A szemcsedurvulás gyakorlatilag a lemez széléről indul meg és a szemcsék növekedésével a kisebb szemcsékből álló középső réteg a lemez közepén fokozatosan elvékonyodik.

5 Réz penetráció hatása a szemcsedurvulásra

5.1 Forrasztás nélküli minták vizsgálata

A kísérletsorozat során felkeltette a figyelmünket a 4. ábrán feltüntetett minta. Egy olyan feltételezésem állt elő, mely szerint a kettős réteg kialakulását a réz penetráció okozhatja, meggátolva a lemez szélein a szemcsenövekedést és oda, ahova nem penetrált a réz, ott folytatódik a szemcsék növekedése.

Ezen feltételezés alapjául ismételt hőkezelési kísérleteket végeztünk. A megbízó cég technológiai idejét tekintettük hőkezelési időnek, de rézzel való keményforrasztást nem alkalmaztunk. Így az elkészült hőkezelt mintákból a 3.1-es és 3.2-es fejezet szerint előkészítettük, majd a 3.3 fejezetben leírtak szerint optikai reflexiós mikroszkópos vizsgálatokat végeztünk. A forrasztás nélküli mintát összevetettük egy hőkezeletlen mintával.



22. ábra Hőkezeletlen és hőkezelt, forrasztás nélküli minták (bal oldali (hőkezeletlen) 100x-os, jobb oldali (hőkezelt) 200x-os nagyításban; scalebar: 100µm)

Mivel a valóságban nem a szemcsék méretét mértük, hanem fajlagos felületét (A_s) számoltuk, ezért a következő képlettel számoltuk az átlagos szemcseméretet, feltételezve, hogy a szemcsék nem aszimmetrikusak, hanem gömb - esetleg kocka alakúak:

$$D = \frac{6}{A_s} \quad (6)$$

Ha például $A_s = 156 \dots 208 \text{ 1/mm}$, akkor az (6) egyenletből $D = 29 \dots 38 \text{ mikron}$. Körülbelül ennyire adódik a kiindulási ferrit átlagos szemcsemérete.

A cég maximum 3 „forrasztási/hőkezelési ciklust” engedélyez. Ezeket a mintákat szintén a technológiai idő szerint hőkezeltük 1-szer, 2-szer, 3-szor.

A 3.1-es és 3.2-es fejezet a forrasztatlan mintákat előkészítettük, majd a 3.3 fejezet szerint megvizsgáltuk és a 2.3 fejezetben említett módszerrel fajlagos felület értékeket számoltunk. A 3. táblázatból is látszik, hogy a szemcsék már az első hőkezelés után is egy nagyságrendet durvultak.

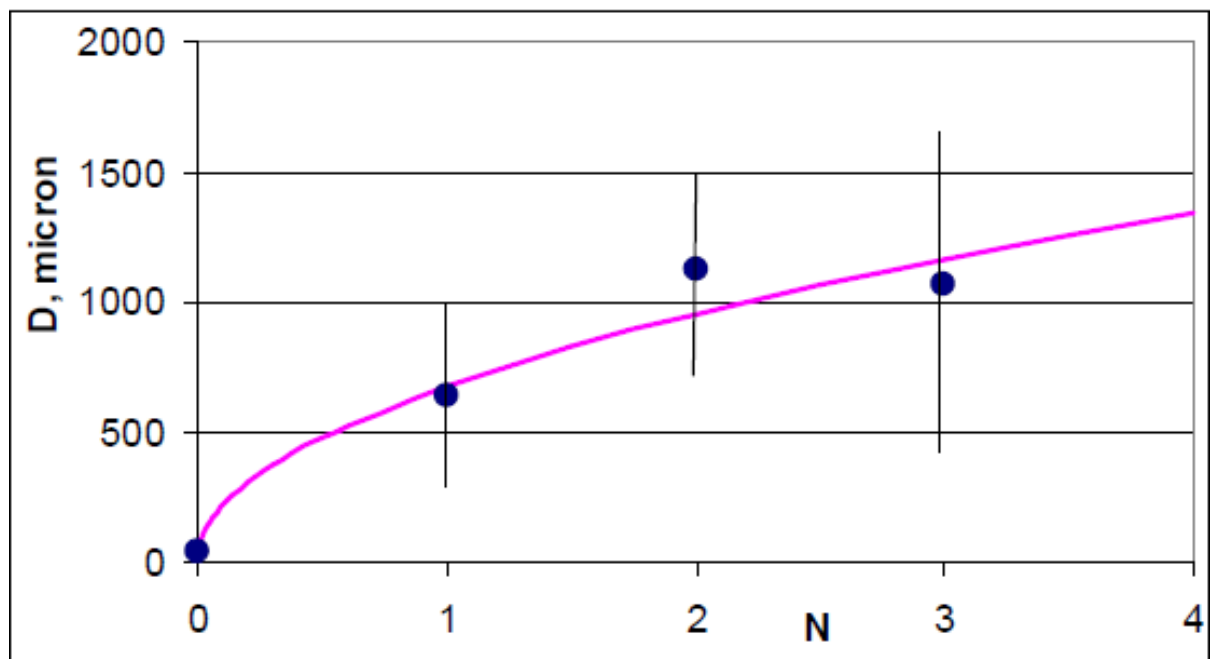
3. táblázat Az átlagos szemcseméret az egyes forrasztási ciklusokban

Forrasztási ciklusok száma	Fajlagos felület, 1/mm	Átlagos szemcseméret, μm
0	156...208	29...38
1	6...22	270...1000
2	4...8	750...1500
3	3,6...12,8	450...1666

Feltételeztük, hogy a szemcsedurvulás sebességét a diffúzió határozza meg. Mivel minden „forrasztási” ciklus azonos program szerint valósult meg, innen a szemcseméret ciklus-szám függésére a következő képlet adódik:

$$D = \sqrt{D_0^2 + k \cdot N} \quad (7)$$

(7) ahol D_0 a kiindulási átlagos szemcseméret (33,5 mikron), D az aktuális, N „forrasztási” ciklus-számhoz tartozó szemcseméret (mikron), k – félempírikus paraméter, ami a legkisebb négyzetek módszerével az 3. táblázat adatiból: $k \approx 461 \mu\text{m}^2$. Az eredményeket a 23. ábrán találhatók. Láthatjuk, hogy a kísérleti adatok nagy szórása ellenére a (7) egyenlet helyesen reprodukálja a szemcseméret változás trendjét.

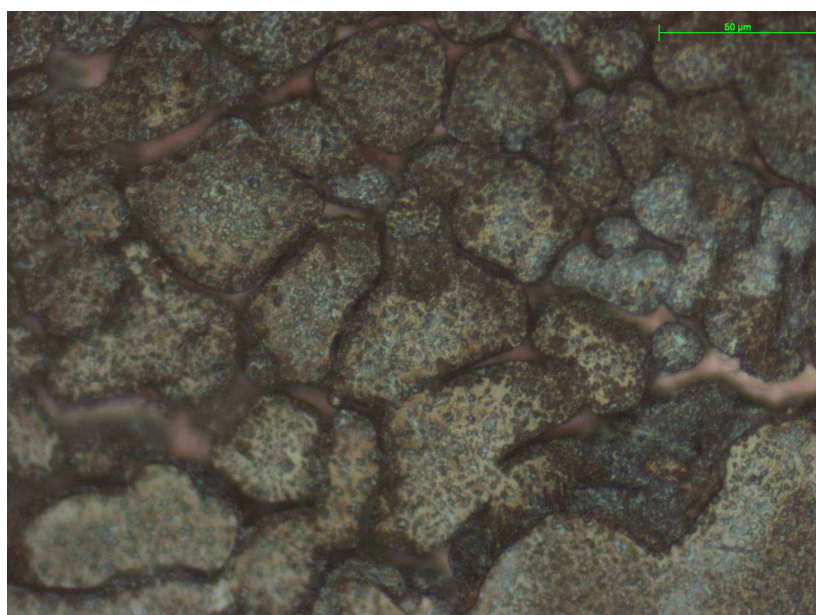


23. ábra A forrasztás nélküli minták szemcseméretének változása a forrasztási ciklus függvényében.

(pontok: Kísérleti adatok, 3. táblázat; vonal: számított értékek a (7) egyenlet szerint)

5.2 Rézzel forrasztott minták vizsgálata

Az előző fejezetben (5.2 fejezet) felhívtam a figyelmet a réz penetrációjára. A 24. ábrán jól látható, hogy a réz egy fizikai gátat szab a szemcsék növekedésére.

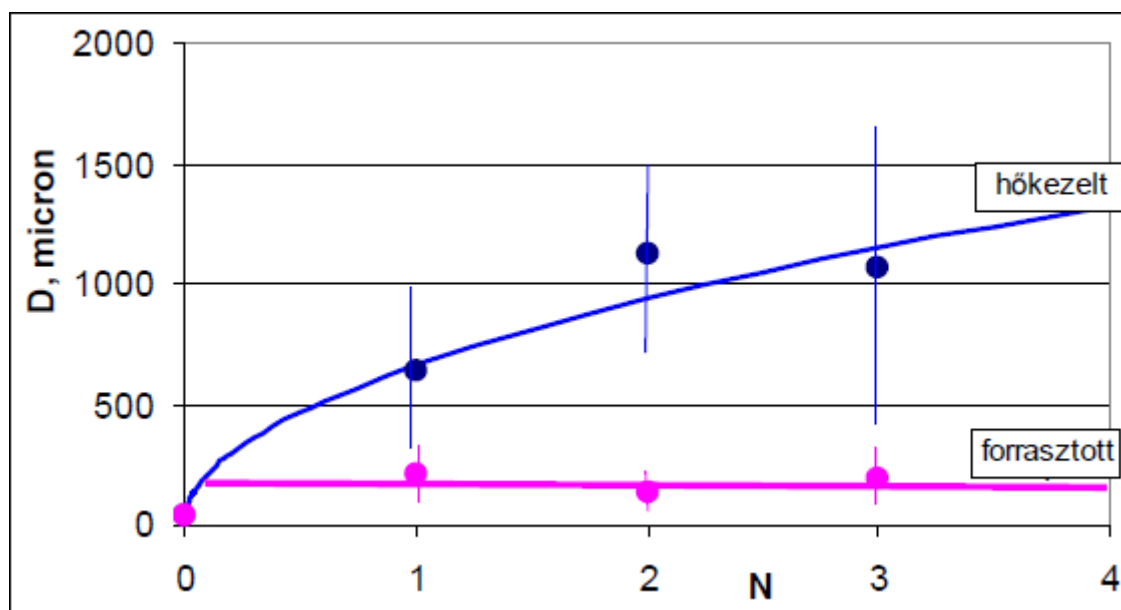


24. ábra A ferrit szemcsék közötti réz penetráció (500x-os nagyítás, scalebar:50 μm)

A 24. ábrán láthatjuk, hogy a ferrit szemcsemérete kb. középértéken van a 22. ábrán bemutatott két értékhez képest. Azt is láthatjuk, hogy a ferrit szemcsék közé réz penetrált. Emellett megfigyeltük, hogy az egyszer már rézzel forrasztott termékek szemcsemérete nem nő tovább a további forrasztások során (4. táblázat). Megfigyeltük azt is, hogy a szemcsedurulás rézzel való forrasztás esetén is nagymértékű azokon a helyeken, amelyek az átlagosnál lényegesen távolabb vannak a réz forrástól. Ennek feltételezett oka az, hogy ezen helyekre vagy nem jutott elég réz, vagy annak az olvasztási ciklus során nem volt ideje odaérni a távoli helyekre. A réz nélkül hőkezelt és a rézzel forrasztott eredményeket a 25. ábra szemlélteti. Innen az a következtetés vonható le, hogy a rézzel való forrasztás során csak az első forrasztási ciklusban történik valamennyi szemcsedurulás, (kevesebb, mint a hőkezelés során), de ez is leáll a későbbi forrasztások során. Tehát empirikus bizonyítékot találtunk arra, hogy a ferrit szemcsék közé penetrált réz gátolja a szemcsedurulást.

4. táblázat A rézzel forrasztott minták szemcsemérete

Forrasztási ciklusok száma	Fajlagos felület, 1/mm	Átlagos szemcseméret
0	156...208	29...38
1	22...40	150...270
2	42...46	130...140
3	20...74	80...300



25. ábra A réz nélkül és a rézzel forrasztott minták szemcsemérete a forrasztási ciklus függvényében

5.3 A réz forrasztással végzett kísérlet kiértékelése

Az első megfigyelés szerint a ferrit erősen durvul olyan körülmények között, amikor az ausztenit nem durvul észrevehetően. Ennek oka az ausztenit (fcc = felületen középpontos kockarács) és a ferrit (bcc = térben középpontos kockarács) kristályszerkezeti eltérésében van. Az fcc rács szorosan pakolt (térsítöltési tényezője 0,74), ezért abban az öndiffúziós tényező nagyságrendekkel kisebb, mint a lazábban pakolt (térsítöltési tényező 0,68) bcc rácsban. Mivel a szemcsedurvulás sebességét a vas atomok diffúziója határozza meg, fentiek miatt a ferrit lényegesen gyorsabban durvul azonos körülmények között, mint az ausztenit.

Miután két ferrit szemcse közé réz olvadék folyt be, ezután a ferrit szemcsék további durvulásához a vas atomoknak nem a vákuumon keresztül kell ugrálniuk (ami könnyebb), hanem a rézen keresztül kell diffundálniuk. A diffúzió egyrészt a vasnak a rézben való oldhatóságától függ. A vas diffúziós tényezője nagyságrendekkel kisebb az olvadt rézben, mint vákuumban, ami további nagyságrendeket romlik az után, hogy a réz befagy.

A réz durvulást gátló hatásának legnyilvánvalóbb bizonyítéka az, hogy a durvulás leáll akkor, amikor a ferrit szemcsék közé réz kerül. A másik bizonyíték az, hogy azokon a részeken, ahová réz nem jutott, a durvulás tovább folytatódik. Az, hogy valahová réz nem jut, több okból fordulhat elő:

1. a réznek egyrészt ki kell töltenie az acél-lemezek közti rést, másrészt a többlet-réz fokozatosan kitölti a ferrit-szemcsék közötti helyet. Elképzelhető, hogy bizonyos helyekre nem jut elég réz.
2. ha a ferrit oxigén-tartalma nagyobb az előírtnál, akkor a ferrit határfelület oxidossá válhat. Mint lent látjuk, ez némileg csökkenti a szemcsedurvulás sebességét. Ugyanakkor az oxidos határfelület meggátolja a réz-olvadék szemcsék közé való penetrációját, így a védő réteg nem alakul ki. Ezért az oxidos helyeken ugyan kisebb a durvulási sebesség, mint a nem oxidos helyeken, de az folyamatos.

6 A szemcsedurvulási modell ismertetése

Mint a 23. ábráról látjuk, a szemcsedurvulás leáll az után, hogy a szemcsék közé réz kerül. A szemcsedurvulás modelleknek (mint minden egyéb jelenségnek) nagy, bonyolult és önellentmondásokkal terhes irodalma van. Elméletileg (azaz „látatlanban”) nem tudunk szemcsedurvulást előre jelezni (vagy csak nagyon pontatlanul), ezért most itt egy félempirikus modellt ismertetünk, aminek alakja megfelel a fizikai történéseknek, de lesz benne két félempirikus paraméter, amit csak a kísérletekkel való ütköztetésekből tudunk (visszafelé) kiszámítani. A szemcsedurvulás félempirikus modellje:

$$D = \sqrt{D_0^2 + k_d \cdot t}, \quad k_d = A \cdot \exp\left(-\frac{B}{T}\right) \quad (8)$$

ahol D = a szemcsék átlagos átmérője (m), D_0 = a szemcsék átlagos kiindulási átmérője (m), t = idő (s), T = hőmérséklet (K), k_d a durvulási koefficiens (m^2/s), A (m^2/s) és B (K) félempirikus paraméterek. A (8) egyenlet analóg a (7) egyenlettel és a szemcsedurvulás diffúzióval kontrollált kinetikájára épít. Az A és B koefficiensek felismerhetően a hőmérséklettől exponenciálisan függő diffúziós tényező félempirikus paraméterei.

A (8) egyenlet szerint a szemcseméret adott hőmérsékleten az idő négyzetgyökével növekszik, adott idő alatt azonban a növekedés sebessége a hőmérséklet exponenciális függvénye. Tehát nagy biztonsággal a szemcsedurvulás akkor kerülhető el, ha a mintákat befagyasztva tartjuk. A (8) egyenlet a következőképpen alakítható át:

$$y = \ln\left(\frac{D^2 - D_0^2}{t}\right) \quad (8,a)$$

$$y = \ln A - \frac{B}{T} \quad (8,b)$$

A (8.a-b) egyenletekből következik a laboratóriumi kísérleti terv. A ferrites acélt négyzetesen növekvő (1, 2, 4 óra) idejű hőkezelésnek vetettük alá, különböző hőmérsékleteken. Lemérve az így kapott minták fajlagos felületeit, majd az (6) egyenlettel átszámítva ezeket szemcse-átmérővé, a (8a) egyenletből kiszámítható y értéke. Ábrázolva y -t $1/T$ függvényében, a kísérleti pontok elvileg egy egyenes mentén helyezkednek el, amire egyenest illesztve megkapjuk az A és B paraméterek értékeit. Ezek ismeretében a szemcsedurvulás a (8)

egyenlettel kiszámítható válik a hőmérséklet és az idő függvényében. Amennyiben a laboratóriumi kísérletekből meghatározzuk A és B értékeit, azokat az ipari folyamatok szimulációjához a következő képlettel használhatjuk:

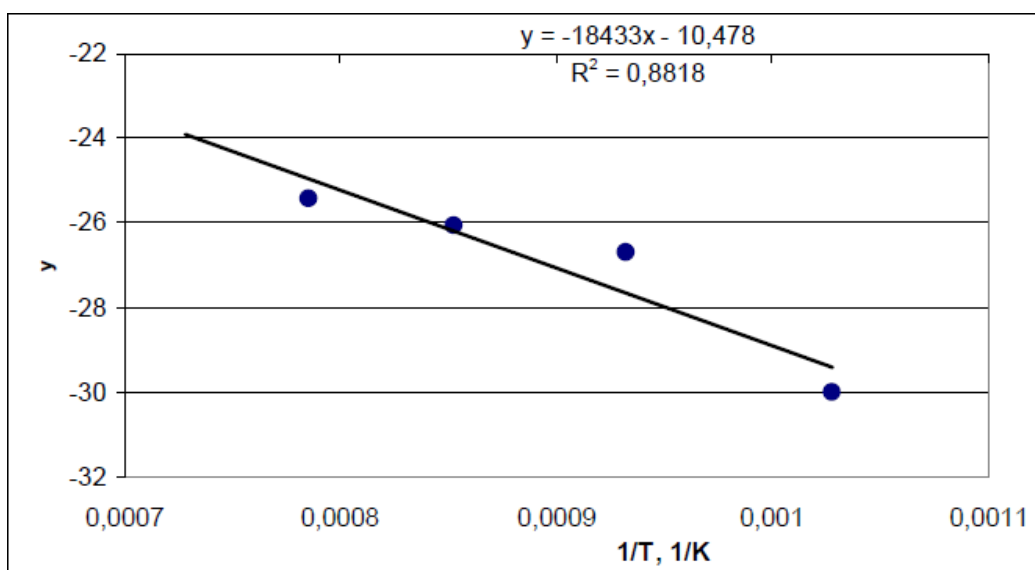
$$D = \sqrt{D_0^2 + \sum_i A \cdot \Delta t_i \cdot \exp\left(-\frac{B}{T}\right)} \quad (9)$$

7 A modell alkalmazása

A vákuumos kemencénk lényegesen lassúbb felfűtést tesz lehetővé, mint egy olyan kemence, ahol valamilyen gáz (pl.: levegő, nitrogén, argon) a konvektív hőátadást biztosítja. Ezért ebben az esetben külön mértük a próbatestek melegedési és hűtési idejét. Mivel különösen a felfűtési szakasz relatíve lassú volt, ezért korrekciót kellett bevezetni a következő képlet szerint:

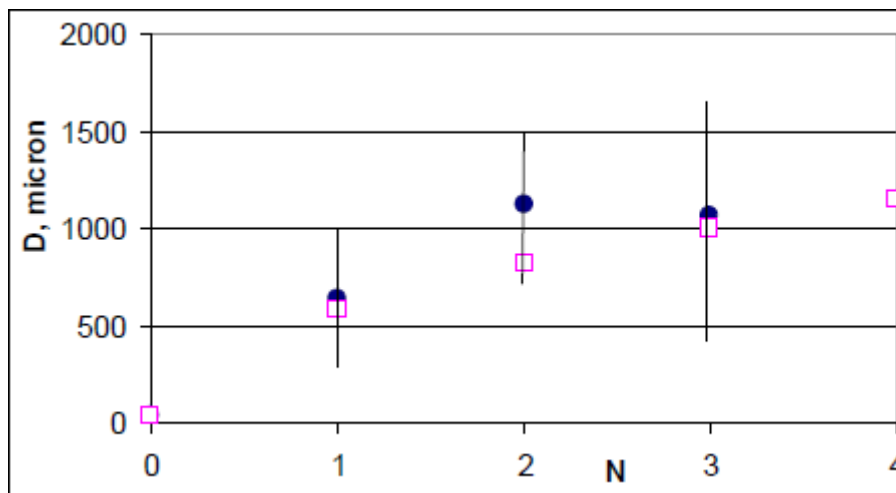
$$D_{\text{kor}} = D_{\text{mért}} - 0.1 \cdot (D_{\text{mért}} - D_0) \quad (10)$$

Ezzel az egyenlettel a tapasztalt durvulásnak csak a 90 %-át vettük figyelembe (azaz a tapasztalt durvulás kb. 10 %-ka a felfűtési szakaszban következett be). A vákuumban elvégzett kísérletek (10) egyenlettel korrigált eredményeit a 26. ábrán mutatjuk be. A (8,b) egyenlet és a 26. ábra segítségével meghatároztuk a vákuumos hőkezelésre vonatkozó félempirikus paraméterek értékeit: $B = 18.400 \pm 900 \text{ K}$, $A = (2,8 \pm 0,3) \cdot 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$.



26. ábra A Vákuumban végzett hőkezelés értékei a 8,a-b egyenlet segítségével

A 4. táblázat mért adatait felhasználva és a (9) egyenletet alkalmazva összevetettük a mért és számított adatokat a 27. ábra szemlélteti:



27. ábra A (9) egyenlet és a 4. táblázat adatainak összevetése a forrasztási ciklus függvényében

A 27. ábrán látszik, hogy a félempírikusan megalkotott (9) egyenlet és a vákuumban mért értékek fedik egymást.

8 Összefoglalás

1. A kísérletsorozat során sikerült megállapítani azt a tartomány, ahol a szemcsedurvulás elkezdődik.
2. A forrasztatlan minta és a rézzel forrasztott minta hőkezelési kísérletei során kiderült, hogy a réz bepenetrál a szemcsék közé [13].
3. Az összehasonlításból arra a megállapításra jutottunk, hogy a réz meggátolja a szemcsék növekedését, ellenben a forrasztatlan mintáknál ez nem tapasztalható.
4. A réz penetrációja a lemez közepe felé haladva erősen lecsökken, ezért maradnak olyan részek a lemez keresztmetszetén belül, ahova a réz nem penetrál be, így ezek a szemcsék további növekedésre képesek így kialakítva a két különböző szemcseméretből álló réteget.
5. A szemcsedurvulásra sikerült egy félempírikus összefüggést felírni.
6. Bebizonyítottuk, hogy a félempírikus egyenlet és a mért adatok fedik egymást

9 Köszönetnyilvánítás

Ezúton szeretném megköszönni a segítséget a Bay – Zoltán Alkalmazott Kutatási Közalapítvány Nanotechnológiai Laboratórium dolgozóinak a segítségük, különösképpen Dr. Kaptay Györgynek a modell felállításában, Mekler Csabának és Dr. Baumli Péternek a kísérleti körülmények biztosításáért, illetve a Miskolci Egyetem Anyagtudományi Intézetének a speciális eszközök biztosítását, amelyek elősegítették a méréseimet.

10 Irodalomjegyzék

- 1 Dr. Berecz Endre – Fizikai kémia 1988, Műszaki Kiadó
- 2 A.G. Guy – Fémfizika 1978, Műszaki Kiadó
- 3 F. Wakai , M. Yoshida, Y. Shinoda, T. Akatsu -Coarsening and grain growth in sintering of two particles of different sizes, Acta Materialia 53 (2005) 1361–1371
- 4 G. Gottstein , L.S. Shvindlerman - Grain boundary junction engineering, Scripta Materialia 54 (2006) 1065–1070
- 5 A.J. Haslam , S.R. Phillpot , D. Wolf , D. Moldovan , H. Gleiter - Mechanisms of grain growth in nanocrystalline fcc metals by molecular-dynamics simulation, Materials Science and Engineering A318 (2001) 293–312
- 6 Mark A. Miodownik - A review of microstructural computer models used to simulate grain growth and recrystallisation in aluminium alloys, Journal of Light Metals 2 (2002) 125–135
- 7 J. Geiger, A. Roósz, P.Barkóczy - Simulation of grain coarsening in two dimension by cellular – automaton, Acta mater. 49 (2001) 623–629
- 8 Dr. Gácsi Zoltán – Sztereológia és képelemzés, Tankönyvkiadó, 2001
- 9 ASM Handbook, Alloy Phase Diagram Volume 3,1992, pp.682
- 10 Dr. Berecz Endre - Általános kémia I., Tankönyvkiadó, Budapest, 1977
- 11 Dr. Verő József, Dr. Káldor Mihány - Fémten, Nemzeti Tankönyvkiadó, 1977
- 12 B. Zhao, G. Gottstein , L.S. Shvindlerman – Triple junction effect in solids, Acta Materialia 59 (2011) 3510–3518
- 13 D. Favez , L. Deillon, J.-D. Wagnie`re, M. Rappaz - Intergranular penetration of liquid gold into stainless steel, Acta Materialia 59 (2011) 6530–6537