

Tudományos Diákköri Dolgozat



A mikroszerkezet változása Properzi öntvehengerlés során

Készítette:
Hlavács Adrienn

Konzulensek:
Dr. Barkóczy Péter
egyetemi docens
Dr. Benke Márton
posztdoktor

Tartalom

Irodalmi bevezetés.....	2
A kristálytani textúra.....	2
A kristálytani textúra röntgendiffrakciós mérési módszerei	3
<i>A kristálytani textúra jellemzése</i>	3
A Properzi technológia.....	6
Az Al59 ötvözet	7
Célkitűzés	7
Elvégzett vizsgálatok.....	8
A minták kivágása	8
Optikai mikroszkópos vizsgálatok	8
Textúravizsgálatok	9
Eredmények.....	10
Az optikai mikroszkópos vizsgálatok eredményei	10
A textúravizsgálatok eredményei	16
Következtetések	21
Köszönetnyilvánítás	21
Irodalomjegyzék.....	22

Irodalmi bevezetés

A kristálytani textúra

Kristálytani textúrának (textúrának) nevezzük a kristályok térbeli elhelyezkedésének a véletlenszerűtől való eltérését. A kristálytani textúra a mikroszerkezet része. Izotrópnak nevezzük az anyagot, ha a kristályok elhelyezkedése véletlenszerű. Izotróp anyagnál a tulajdonságok minden irányban megegyeznek. Ha a kristályok bizonyos hányada egy vagy több kitüntetett irányban áll, a kristályszerkezet anizotróp. Anizotróp anyagnál az anyagjellemzők (pl. rugalmassági modulus, vagy Poisson szám) a tér különböző irányában eltérőek (1. Táblázat, 2. Táblázat). Ennek az lesz a következménye, hogy az anizotróp anyagok tulajdonságai (pl. alakíthatóság, szilárdság, elektromos vezetőképesség, stb.) szintén irányfüggőek [1,6].

1. Táblázat Néhány fém rugalmassági modulusa különböző irányokban [1].

Fém	Rugalmassági modulus, [GPa]		
	[100]	[110]	[111]
Al	63,7	72,6	76,1
Cu	66,7	130,3	191,1
Fe	125	210,5	272,7
W	384,6	384,6	384,6

2. Táblázat A vas rugalmassági modulusa és a Poisson tényezője különböző irányokban [1].

[hkl]	Vas (Fe)	
	E_{hkl} [GPa]	γ_{hkl}
[100]	125	0,35
[111]	273	0,17
[211]	211	0,25

A kristálytani textúrával az összes képlékenyalakító eljárásnál számolni kell. Ezt az anizotrópiát gyakran „alakítási textúrának” nevezik. Az egyik leglátványosabb, textúra okozta hiba a mélyhúzásnál figyelhető meg. Ennél az eljárásnál a félkész termék megfelelő vastagságát hideg vagy meleg hengerléssel érik el. A mélyhúzásnál az a fő probléma, hogy erős alakítási (hengerlési) textúra jellemzi a félkész terméket a mélyhúzás előtt. Minél erősebb az alakítási textúra, annál erősebb az anizotrópia, ami mélyhúzásnál fűledést okoz (1. ábra).



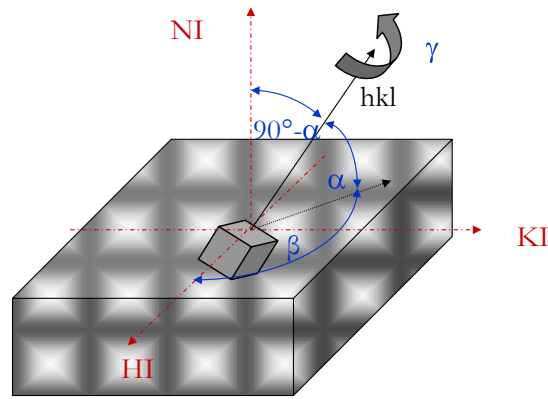
1. ábra Az alakítási textúra okozta fülesedés mélyhúzott alumínium félkész terméken

Az alakítási textúra csökkenése érdekében alkalmazhatunk lágyító hőkezeléseket az alakítások lépcsői között. Ahhoz, hogy a megfelelő tulajdonságokat biztosítani tudjuk a lágyítást hőmérsékletét is idejét változtathatjuk. A lágyító hőkezelések során azonban újrakristályosodási textúra alakul ki az anyagban, ami a legtöbb esetben az alakítási textúrához csatolt. Az alakított ötvözetek esetében tehát mindig jelentkezik a kristálytani textúra, mint a tulajdonságok irányfüggését befolyásoló anyagi jellemző. A szakirodalom ezért tekinti a textúrát a mikroszerkezet részének [1, 6].

A kristálytani textúra röntgendiffrakciós mérési módszerei

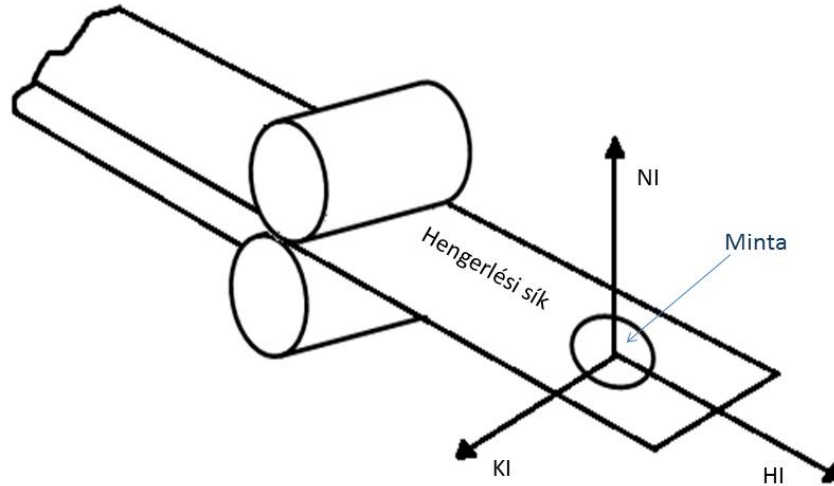
A kristálytani textúra jellemzése

Textúravizsgálatok során a sokkristályos anyagokban lévő kristályok irányítottságát vizsgáljuk. A textúra kvantitatív jellemzése során ismerni kell valamennyi kristály térbeli orientációját. Három adat szükséges egy kristály orientációjának megadásához derékszögű koordinátarendszerben (hengerlési irány, normál irány, keresztirány). Ismerni kell a kristály valamely hkl síknormálisának a normál iránnyal bezárt szögét ($90-\alpha$), valamint a normál irányt és a hkl-t tartalmazó sík és a hengerlési irány - keresztirány sík metszéspontjának a hengerlési iránnyal bezárt szögét (β), és a hkl körüli γ elforgatás mértékét. Ha ismerjük ezeket az értékeket valamennyi kristályra, akkor a textúrát megadhatjuk $T^*(\alpha, \beta, \gamma, hkl)$ sűrűségfüggvénnyel (Orientation Distribution Function, ODF). Ami azt fejezi ki, hogy egy-egy orientáció hány elemi cellára jellemző (2. ábra) [1,6].

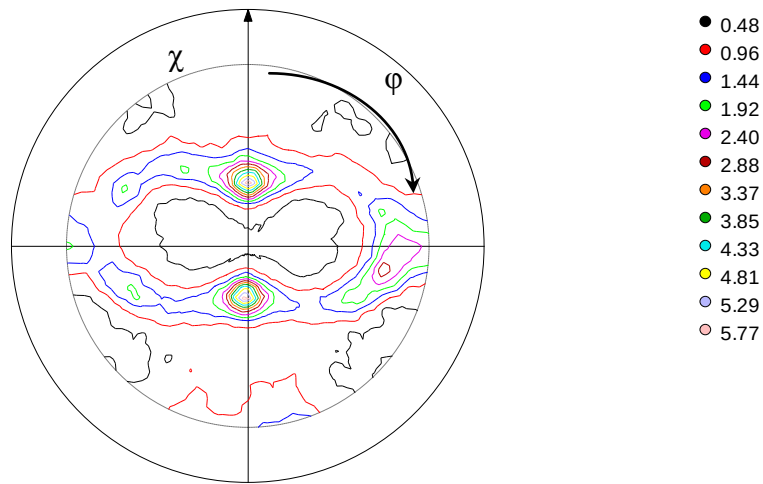


2. ábra Egy kristály térbeli elhelyezkedésének megadása

Méréstechnikai szempontból a textúra fél kvantitatív jellemzéséhez pólusábrákat kell készítenünk. A pólusábrákat hengerelt lemezek esetén tudjuk értelmezni. A vizsgálatokhoz mintát kell kivágnunk a hengerlési síkból és ismernünk kell a hengerlés irányát (HI) (3. ábra). A pólusábrát úgy vesszük fel, hogy a hengerelt lemezből kivágott mintát (hengerlési síkot) először a vizsgálati síkba helyezzük úgy, hogy a hengerlési irány függőleges irányban felfele mutasson, majd a normál irány (NI) mentén körbeforgatjuk. Következő lépésben a mintánkat adott szögértékkel kidöntjük a vizsgálati síkból és ismét körbeforgatjuk. A kidöntést lépésenként elvégezzük a kívánt tartományban. A vizsgálat során kapott pólusábra, így a hengerlési síkhoz és a hengerlési irányhoz (HI) kötött koordinátarendszerben adja meg a diffraktált (hkl) Miller-indexű sík intenzitásának térbeli eloszlását. A pólusábrán egy adott irányba (φ, χ) eső intenzitás értéket úgy olvassuk le, hogy az adott irány (φ, χ) hengerlés irányával bezárt szögét a pólusábra φ szöge adja meg; az adott irány (φ, χ) normál irányával (NI) bezárt szögét pedig, a χ érték adja meg (4. ábra). A vizsgált sík intenzitásának térbeli eloszlását a pólusábrán szintvonalakkal adjuk meg [16].



3. ábra Mintavétel helye, irányok és síkok definiálása hengerelt lemez pólusábra vizsgálatához



4. ábra Hidegen hengerelt alumínium (111) pólusábrája

A kristálytani textúra félkvantitatív jellemzés során az α , β és (hkl) Miller index függvényében adja meg a síkmennyiséget az alábbi képlet alapján:

$$T_{\alpha,\beta,hkl} = \frac{I\alpha_{\alpha,\beta,hkl}}{I_{\alpha,\beta,hkl}^{\text{izotróp}}}$$

A függvény ábrázolásával kapjuk a pólusábrákat ($T_{hkl}=f(\alpha, \beta)$ pólusábra, illetve az inverz pólusábrákat $T_{\alpha,\beta}=f(hkl)$).

A félkvantitatív textúra vizsgálat során a mintadarab két vagy három egymásra merőleges csiszolatán felvesszük a vizsgált (hkl) Miller- indexű síkok reflexióit. A kristálytani textúra miatt a különböző metszeteken mért intenzitás arányok megváltoznak. A textúra mértékét úgy határozzuk meg, hogy a különböző metszeteken mért (hkl) intenzitásokat az izotróp etalon minta (hkl) intenzitásaihoz hasonlítjuk [1, 6].

A Properzi technológia

A Properzi félfolyamatos öntvehengerlés során az öntőkerékről lejövvő pászma az öntési meleget kihasználva egy többlépcsős hengerson megy keresztül, melynek köszönhetően a trapéz profilból egy hengeres huzal végtermék lesz [7]. Ezért az öntés során kialakult textúra, illetve mikroszerkezet folyamatosan megy át az alakítási textúrába, illetve mikroszerkezetbe. Mivel ez egy zárt, félfolyamatos technológia, ritkán adódik lehetőség a hengerlési lépcsők közül kivett minták vizsgálatára (5. ábra).



5. ábra Properzi félfolyamatos öntvehengerlő berendezés

Az Al59 ötvözet

Az Al59 jelű ipari tisztaságú alumínium ötvözet jellemzően nagyfeszültségű távvezetékek alapanyaga. Az 59-es jelölés azt jelenti, hogy az ötvözet vezetőképessége a színréz vezetőképességének az 59%-a. Az ötvözetre vonatkozó szabványelőírás az összetételre nem, csak a vezetőképességre és a mechanikai tulajdonságokra ad meg előírást. Ennek megfelelően az ötvözet összetétele széles határok között változhat, mely a felhasználáskor kevésbé, a gyártáskor annál inkább okoz problémát. Az Al59 ötvözet tipikus összetétele a 3. Táblázatban található [3].

3. Táblázat Az Al59 típusú ötvözet összetétele, tömeg%

Al	Fe	Cu	Si	Mg	B	Zn	Mn	Ni	Pb	Ti
99,39	0,2646	0,1624	0,0769	0,0701	0,0079	0,0028	0,0016	0,001	0,0002	0,0002

A következő táblázatban látható az Al59 tulajdonságait az ACSR-hez (Aluminum Conductor Steel-Reinforced cable – acélszálerősítéses magas távvezeték) viszonyítva (4. Táblázat).

4. Táblázat Az ACSR és Al59 tulajdonságai [3]

	ACSR	Al59
Teljesítmény	901 MW	1405 MW
Elektromos áram vezetési kapacitás	838 A	1307 A
350 méteren mért belógás	7,47 m	6,89 m
Szilárdság:Tömeg arány	8,2	8,9

Célkitűzés

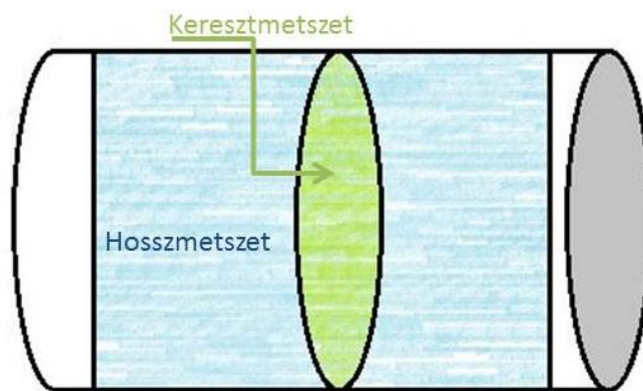
Tudományos Diákköri munkám során lehetőségem volt a Properzi eljárással készített Al59 típusú ötvözet különböző hengerlési lépések után származó minták vizsgálatára. Célunk az ilyen eljárással gyártott Al59 típusú ötvözetten nyomon követni a szemcseszerkezet változását és az alakítási textúra fejlődését. Munkánk során megvizsgáltuk a Properzi pászmát és a tíz lépcsőből álló hengerlési folyamatból kivett mintákat. A szemcseszerkezet változását optikai mikroszkópos vizsgálatokkal követtük, a kristálytani textúra változását pedig

röntgendiffrakciós mérésekkel vizsgáltuk. A minták textúra vizsgálatával az volt a célunk, hogy megvizsgáljuk, hogy az öntési textúra hogyan megy át a Properzi eljárással készített pászmát jellemző alakítási textúrává.

Elvégzett vizsgálatok

A minták kivágása

Tíz-tíz mintadarabot készítettünk elő a mérésekhez. Az első tíz mintadarab hossz mentén lett kivágva, a második tíz pedig a keresztmetszet síkjában (6. ábra).



6. ábra Mintadarab kivágása

Optikai mikroszkópos vizsgálatok

A mintadarabokat először szappanos száraz csiszolással készítettük elő 220-as, 330-as, 500-as és 800-as papíron, majd 3 μ -os pasztával bekent gyémánt posztón políroztuk. Ezután Barkeres maratást alkalmaztunk (összetétele: 5 g fluor-bórsav, 200 ml desztillált víz). A maratást Streues Lectropol 5 elektropolírozóval végeztük (7. ábra).



7. ábra Szemcseszerkezeti vizsgálatokra előkészített keresztmetszeti mintadarabok. Az egyes lépésekből kivett mintákat 1-10-ig számoztuk.

A mikroszerkezeti vizsgálatokat Zeiss Axiovert 40 típusú inverz állású ráeső fényű mikroszkópon végeztük polarizált fény alkalmazásával, minden kereszt-és hosszcsiszolatból kivágott mintán.

Textúravizsgálatok

A textúra vizsgálatokat Euler bölcsovel felszerelt Bruker D8 Advance diffraktométerrel végeztük. A vizsgálat paraméterei: CoK_α sugárzás, 40 kV csőfeszültség, 40 mA áram, gyűjtési idő 10 s, lépésköz ($\Delta 2\theta$) $0,05^\circ$.

A properzi eljárás során a pászma hengerlése egyszerre három irányból történik, emiatt nem lehet definiálni hengerlési síkot, mint a lemezhengerlés esetében (3. ábra). Ebből következik, hogy a textúra jellemzését nem végezhetjük pólusábrákon keresztül. Ezért a textúrát inverz pólusábrákon keresztül jellemeztük. Ennek megfelelően röntgendiffrakciós spektrumokat vettünk fel a kereszt és hosszcsiszolaton kivágott mintákon. A reflexiókat a hosszmetseteken az Al (111), a (200) és a (220) Miller-indexű síkjairól vettünk fel, a keresztmetzeti mintadarabokon a reflexiót az Al (111), (200), (220) és a (311) síkjairól vettünk fel. A felvett spektrumokat felhasználva a reflexiók relatív intenzitás arányának a változása alapján jellemeztük a textúra típusát és mértékét. A kapott intenzitás értékekből kiszámoljuk a textúra mérőszámát (T) a következők alapján:

1. Minden mintánál kigyűjtöttük az integrált intenzitás értékeket (I_{hkl}^m) a különböző síkokra
2. Adatbázis alapján meghatároztuk az izotróp alumínium referencia intenzitás értékeket (I_{hkl}^R) a különböző síkokra
3. Minden mintánál összegeztem a reflexiók mért integrál intenzitásait ($I_{össz}^m$)
4. Összegeztem a referencia reflexióinak az integrált intenzitásait ($I_{össz}^R$)
5. A mért összes intenzitás értéke függ a besugárzott térfogat nagyságától, illetve a mérési körülményektől, ezért minden próbadarabnál meghatároztunk egy α értéket az alábbi egyenlet szerint:

$$\alpha = \frac{I_{össz}^m}{I_{össz}^R}$$

6. Az α értékkel korrigáltam a mért intenzitás értékeit az alábbi egyenlet szerint:

$$I_{hkl}^{m*} = \frac{I_{hkl}^m}{\alpha}$$

7. meghatároztuk a textúra mérőszám (T) értékét az alábbi egyenlet szerint:

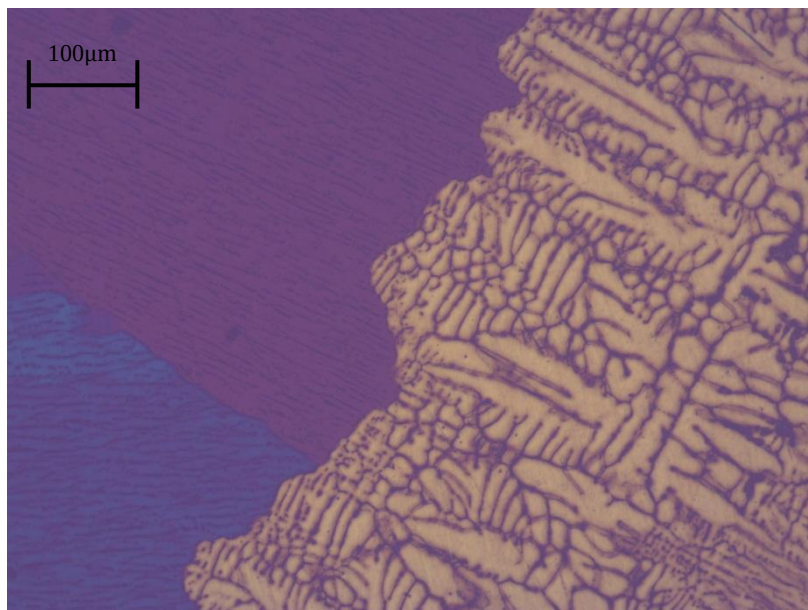
$$T = \frac{I_{hkl}^{m*}}{I_{hkl}^R}$$

8. A T értékeit ábrázoltuk a (hkl) Miller-indexek függvényében minden minta esetében

Eredmények

Az optikai mikroszkópos vizsgálatok eredményei

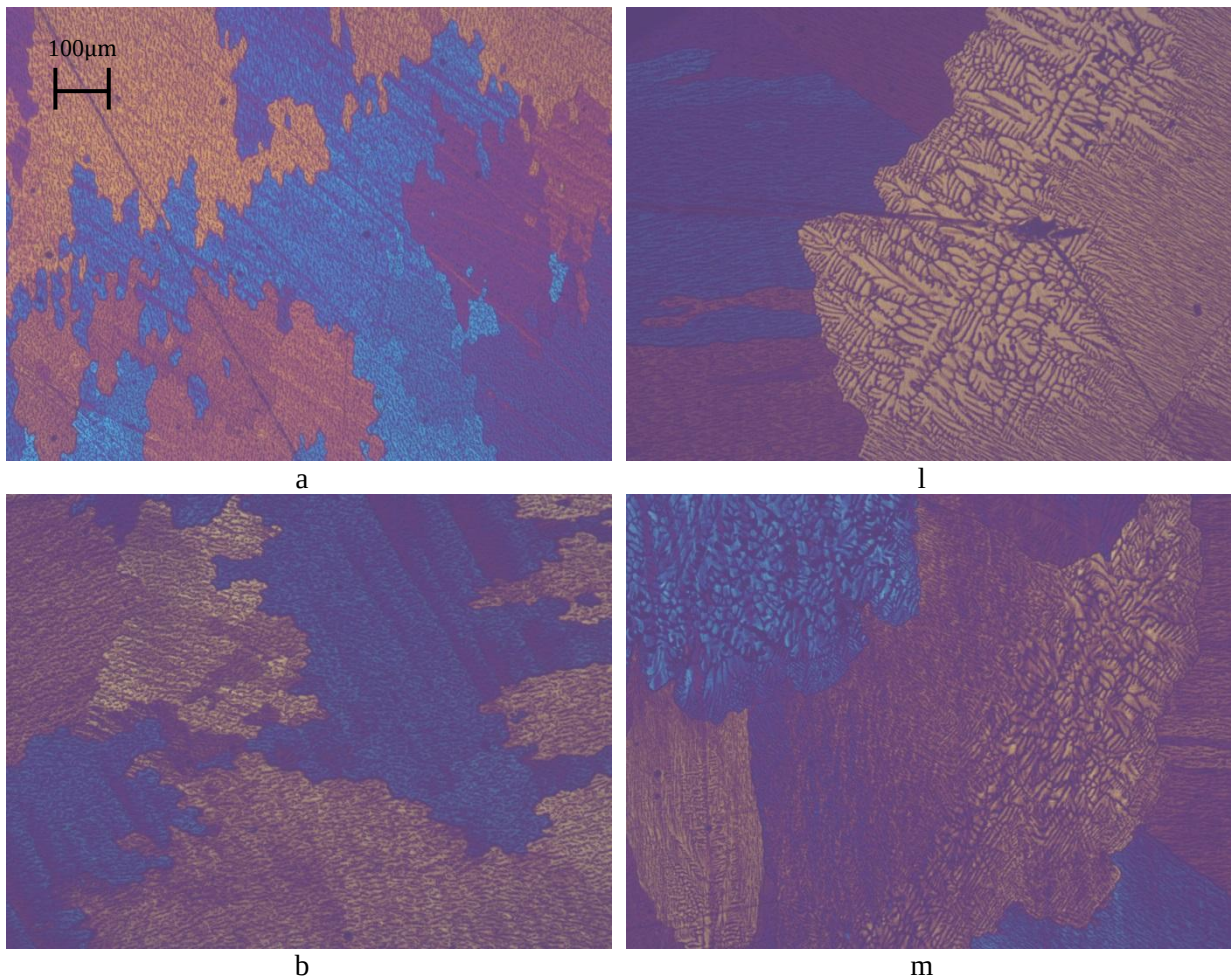
A 8. ábra a pászma kiinduló szemcseszerkezetét mutatja. A képen a szerkezet különböző alkotói jól látható módon jelennek meg. Három nagy szemcsét láthatunk, mely szemcsék különböző színárnyalattal jelennek meg, mely árnyalat kifejezi orientációs különbözőségüket. Továbbá az is jól látható, hogy a világosbarna szemcse orientációja esetén a dendrites szerkezet is előtűnik, jól felismerhetők a primér és szekunder ágak. A másik két szemcse orientációja csak a finom határokat teszi láthatóvá. Egy kristályon belül nincs orientációbeli eltérés.

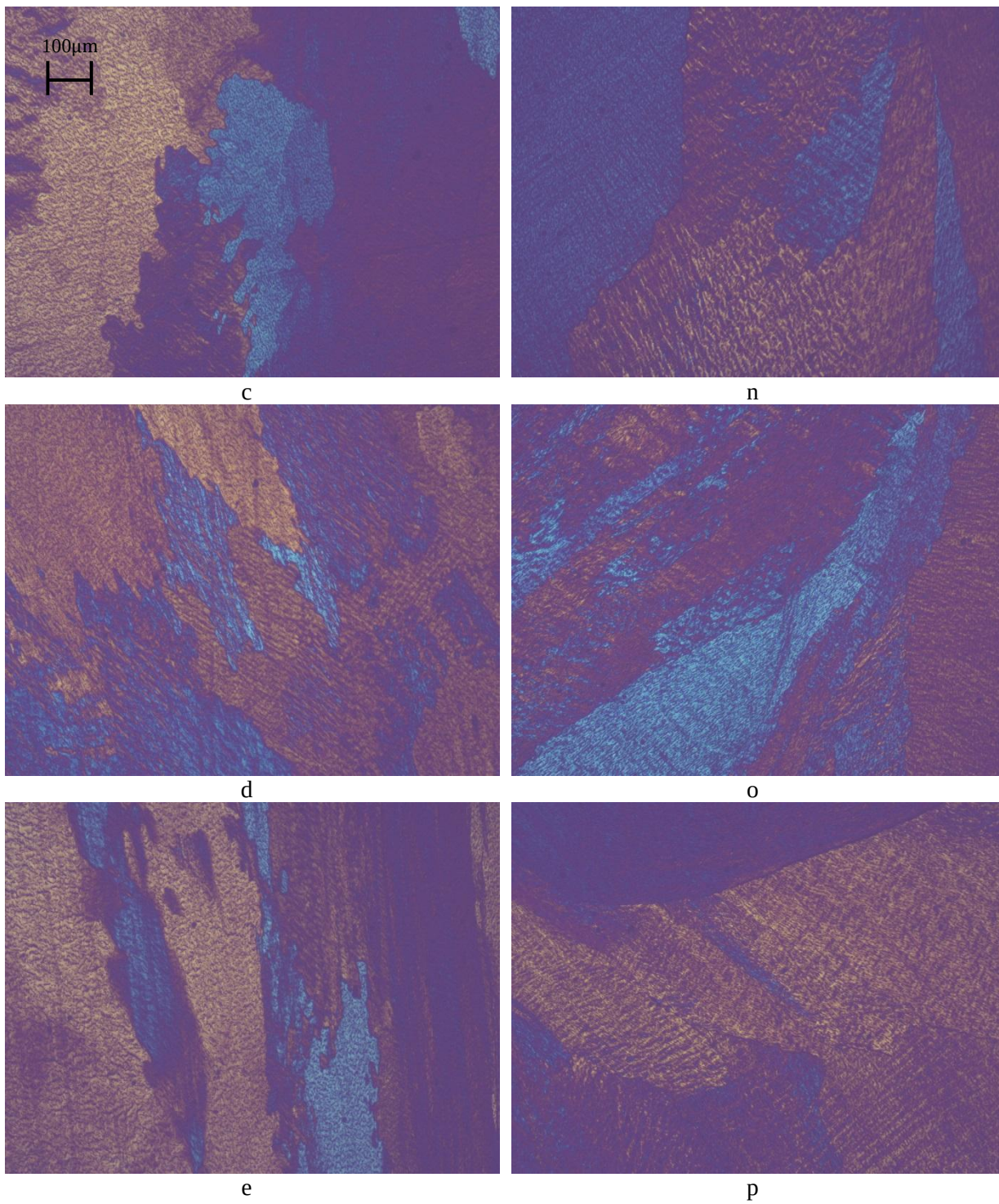


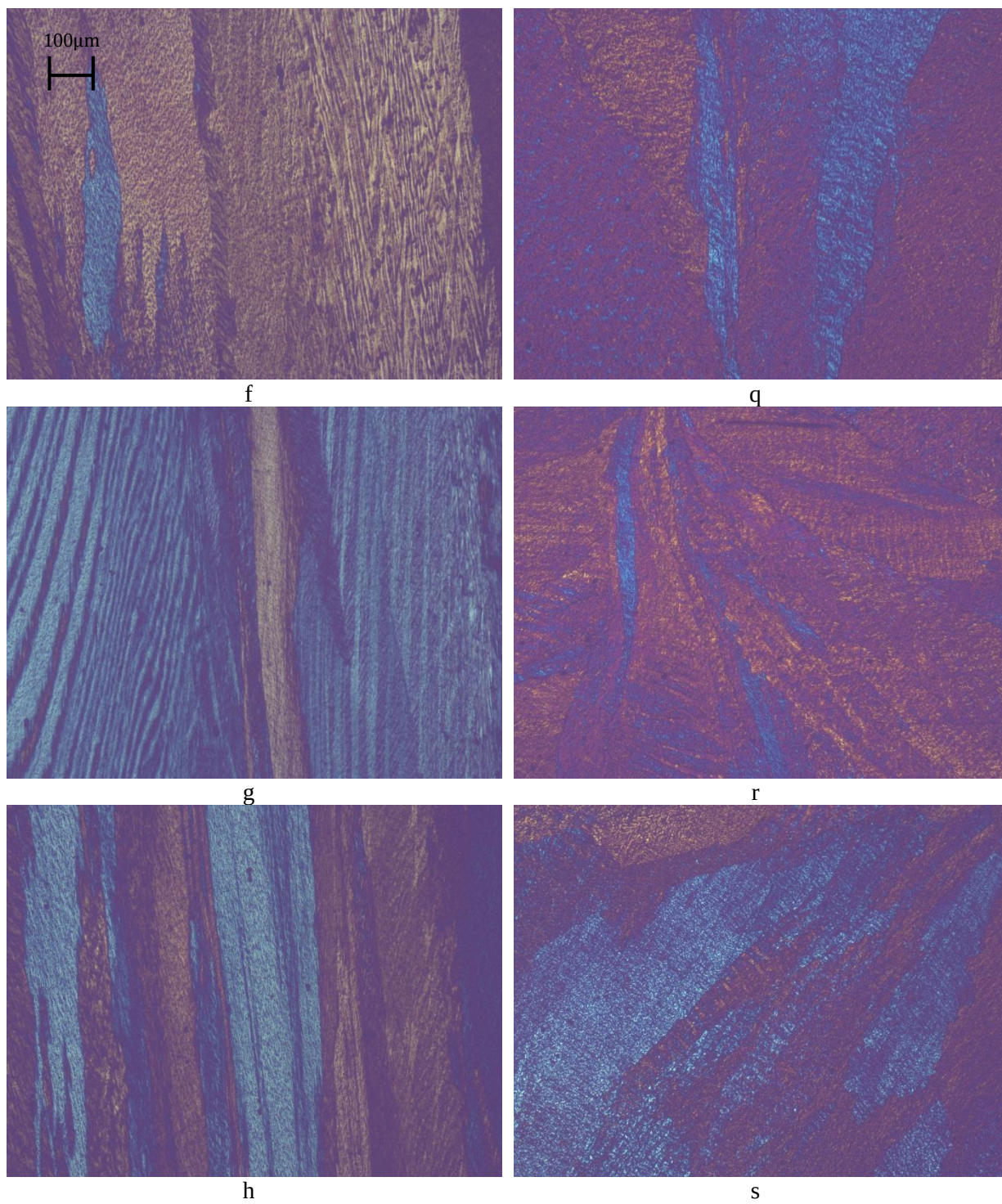
8. ábra Az öntött szerkezet

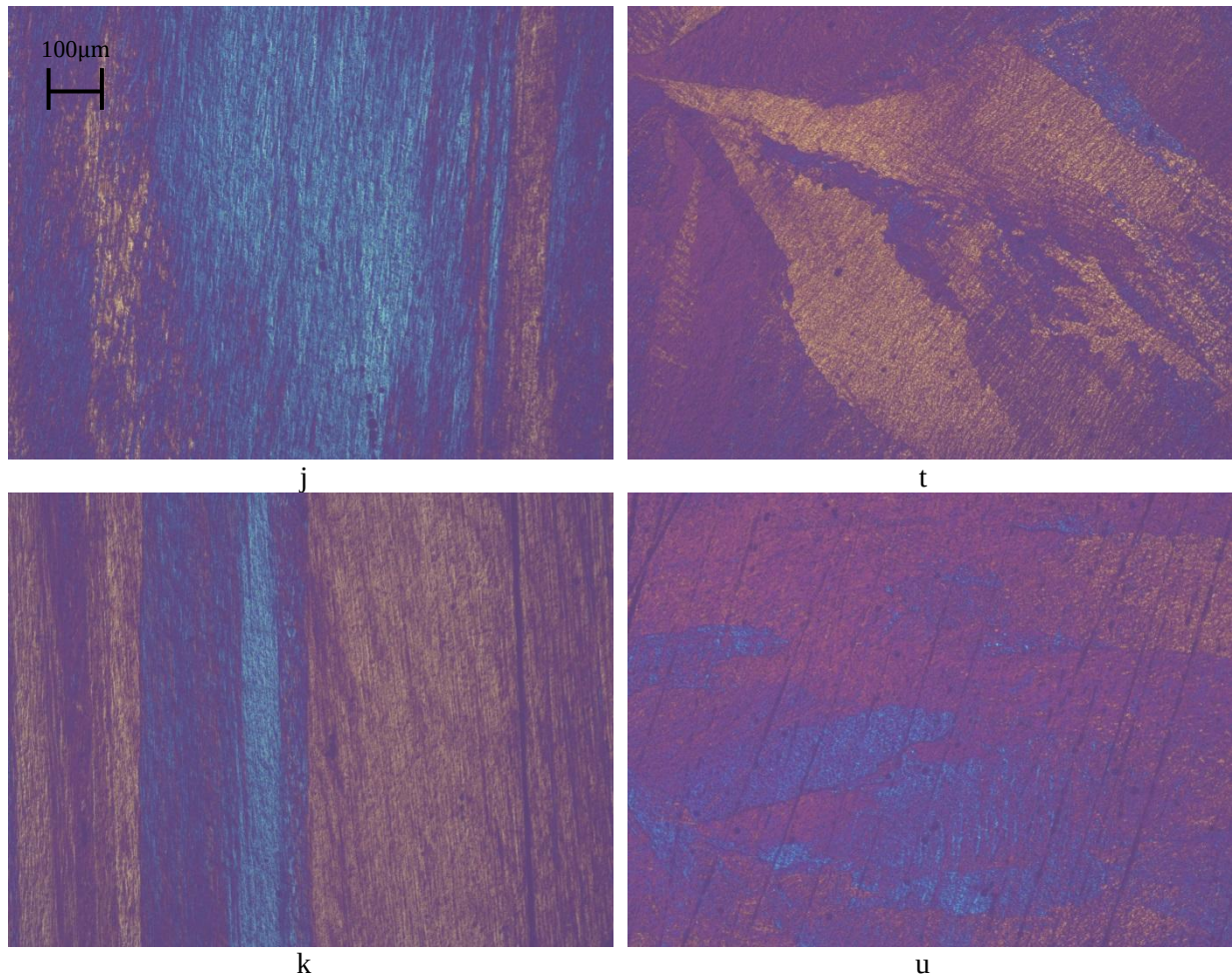
Az öntvehengerlés különböző lépcsőiből származó optikai mikroszkópos képeken követhető a szemcseszerkezet változása. A hosszcsiszolatokon készült képeken megfigyelhető, hogy az öntéskor kialakult szemcsék egyre elnyújtottabbak lesznek és beállnak az alakítás irányába (9. ábra a-k). A hosszcsiszolati képeken a hengerlési irány felfelé mutat.

A keresztcsiszolati képeken látható, hogy az öntés során kialakult dendritek folyamatosan deformálódnak (9. ábra l-u). Megfigyelhető továbbá, hogy a kristályosodáskor kialakult szemcséken belül nincs orientációbeli különbség, és a kristályok egymáshoz képest más orientációjúak. A hengerlési lépcsők növelésével azonban a szemcséken belül orientációbeli különbségek alakulnak ki, amelyek a további hengerlések folyamán egyre erősödnek. Egy ilyen, szemcsén belüli orientációbeli inhomogenitást mutat a 10. ábra.

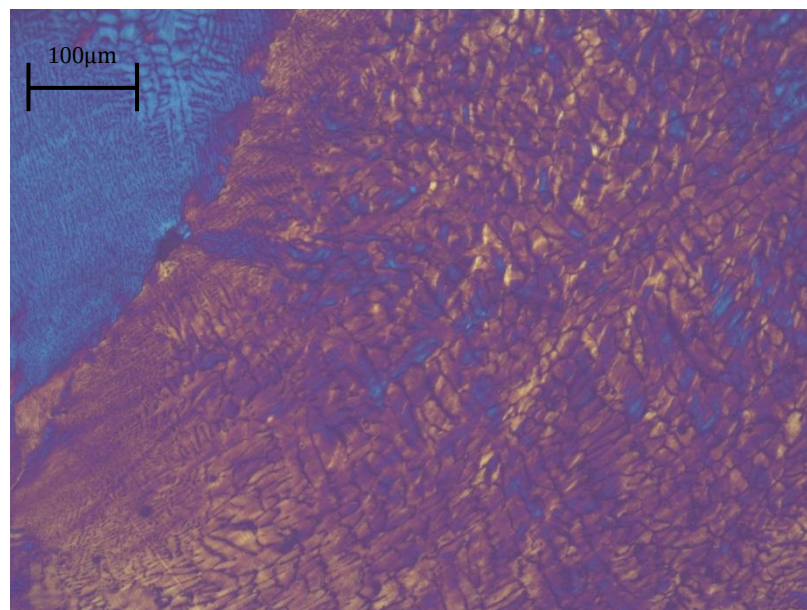






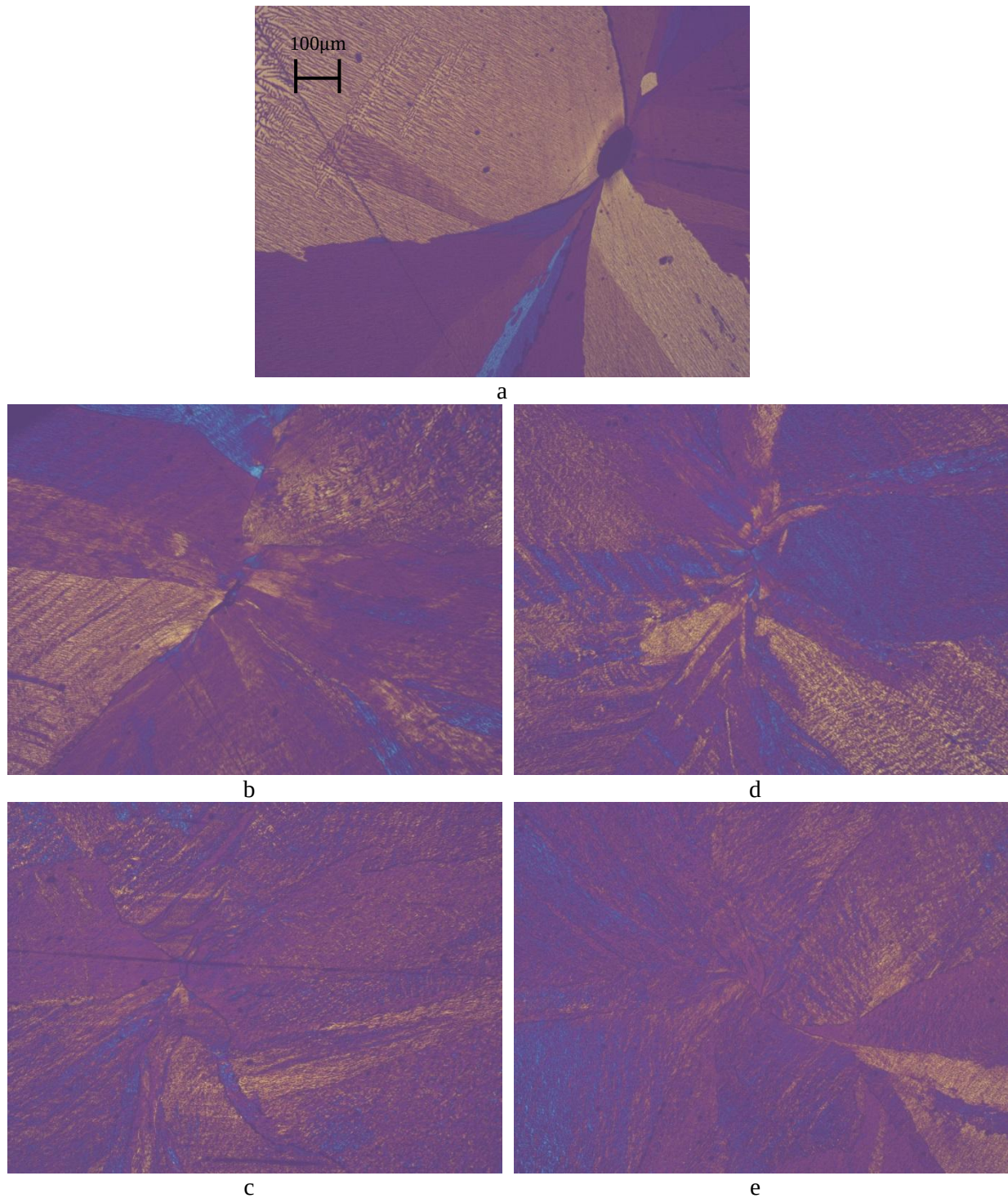


9. ábra Optikai mikroszkópos képek. Átmenet az öntött szemcseszerkezetből az alakított szemcseszerkezetbe a hosszmetseten (a-k), és a keresztmetseten (l-u)



10. ábra Hengerlés során kialakuló, szemcsén belüli orientáció inhomogenitás

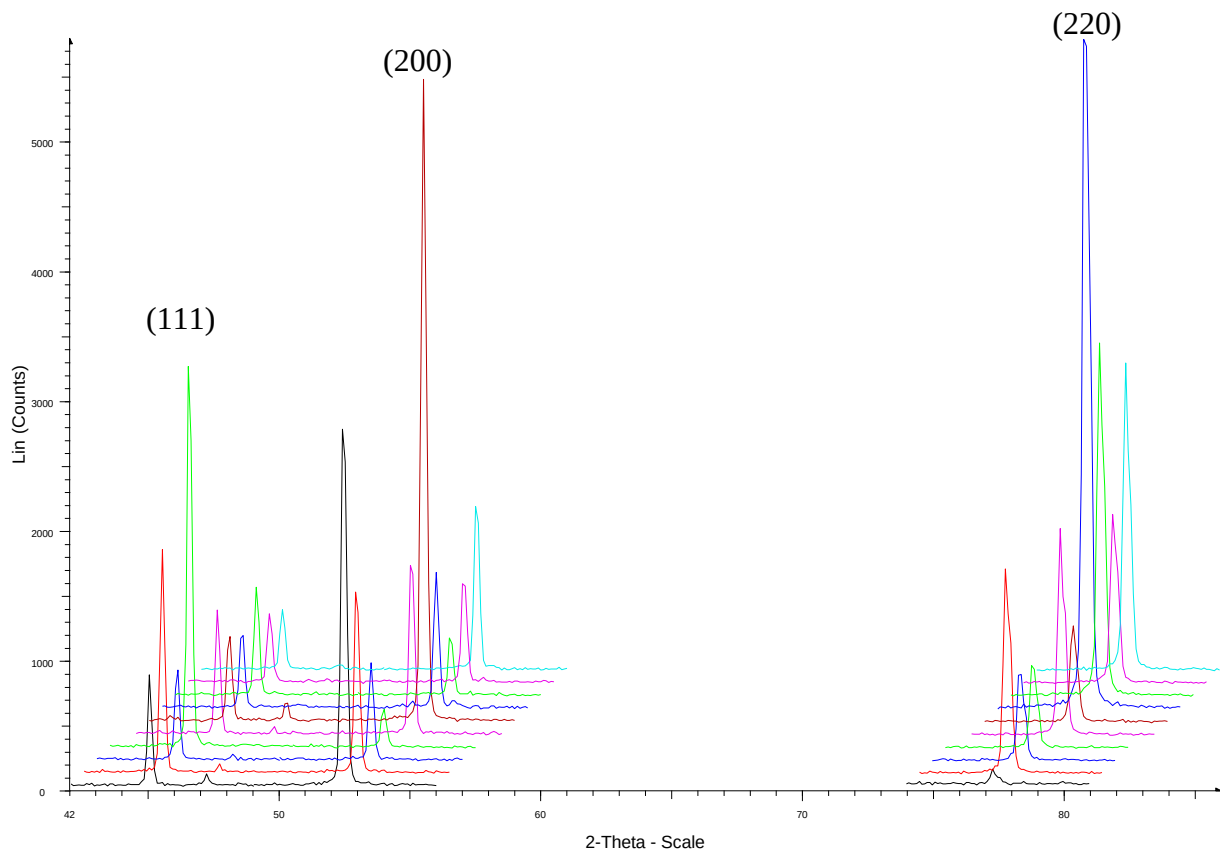
A keresztmetszeti képeken megfigyelhető, hogy a mintadarabok közepén egy lyuk alakult ki (11. ábra). A lyuk a hengerlések folyamán összezsugorodik és eltűnik.



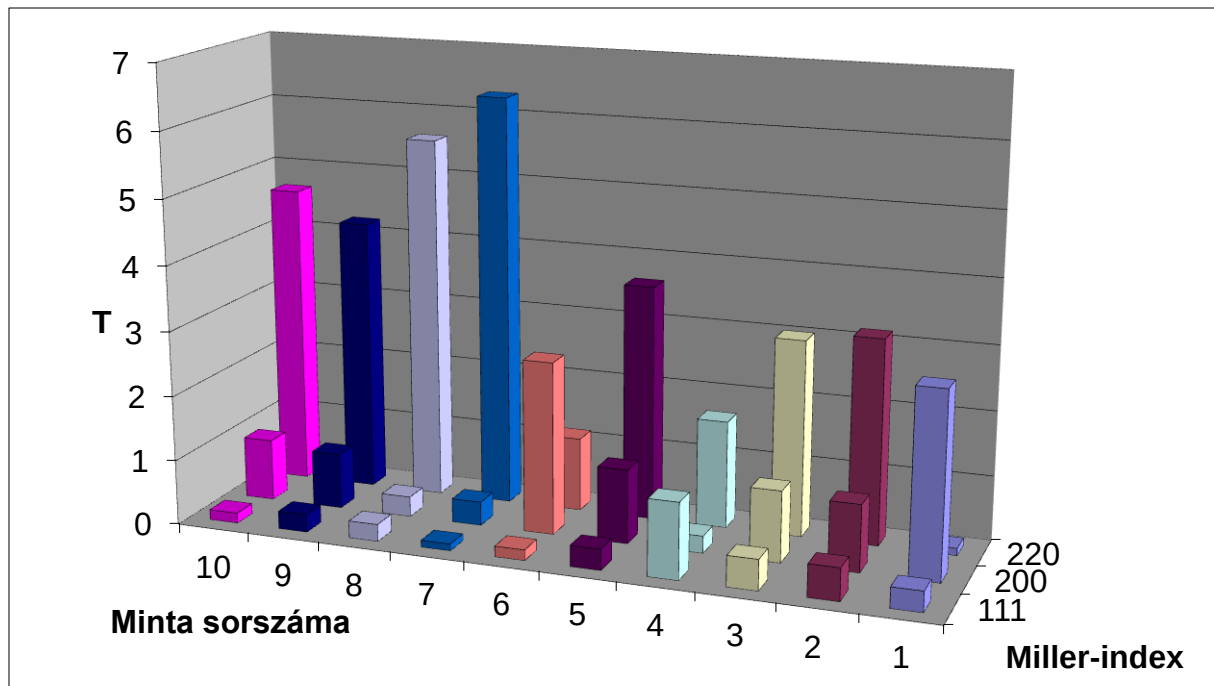
11. ábra A lyuk zsugorodása, majd eltűnése a hengerlés során

A textúravizsgálatok eredményei

A 12. ábrán látható, hogy a mért (111), (200), (220) reflexiók intenzitása hogyan változik a hengerlés során a hosszmetzeti mintadarabokon. A vizsgált (hkl) reflexiók mért intenzitása nem csak a textúra mértékétől függ, hanem a mérés körülményeitől is (besugárzott térfogat, stb.). Emiatt a textúra változását nem követhetjük a diffraktogramok reflexióin. A textúra változását csak a számított textúra mérőszám (T) változásán tudjuk követni. A 13. ábrán látható a kiszámított textúra mérőszám (T) értékei az (111), (200), (220) Miller-indexek függvényében, minden egyes darabnál.



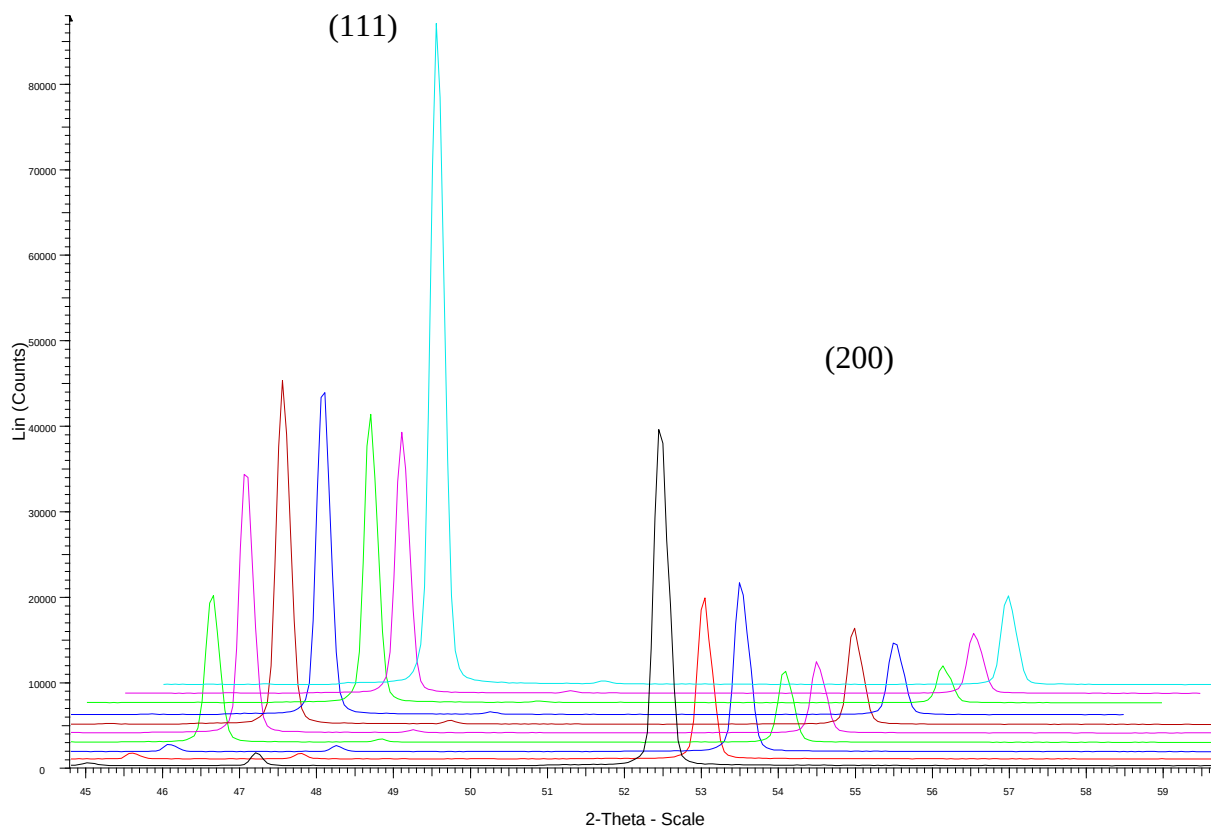
12. ábra A mért (111), (200), (220) reflexiók a hosszmetszeten. A reflexiók sorrendje megegyezik a minta sorszámaival. A mért reflexiókat a láthatóság miatt eltoltuk felfelé és jobbra.



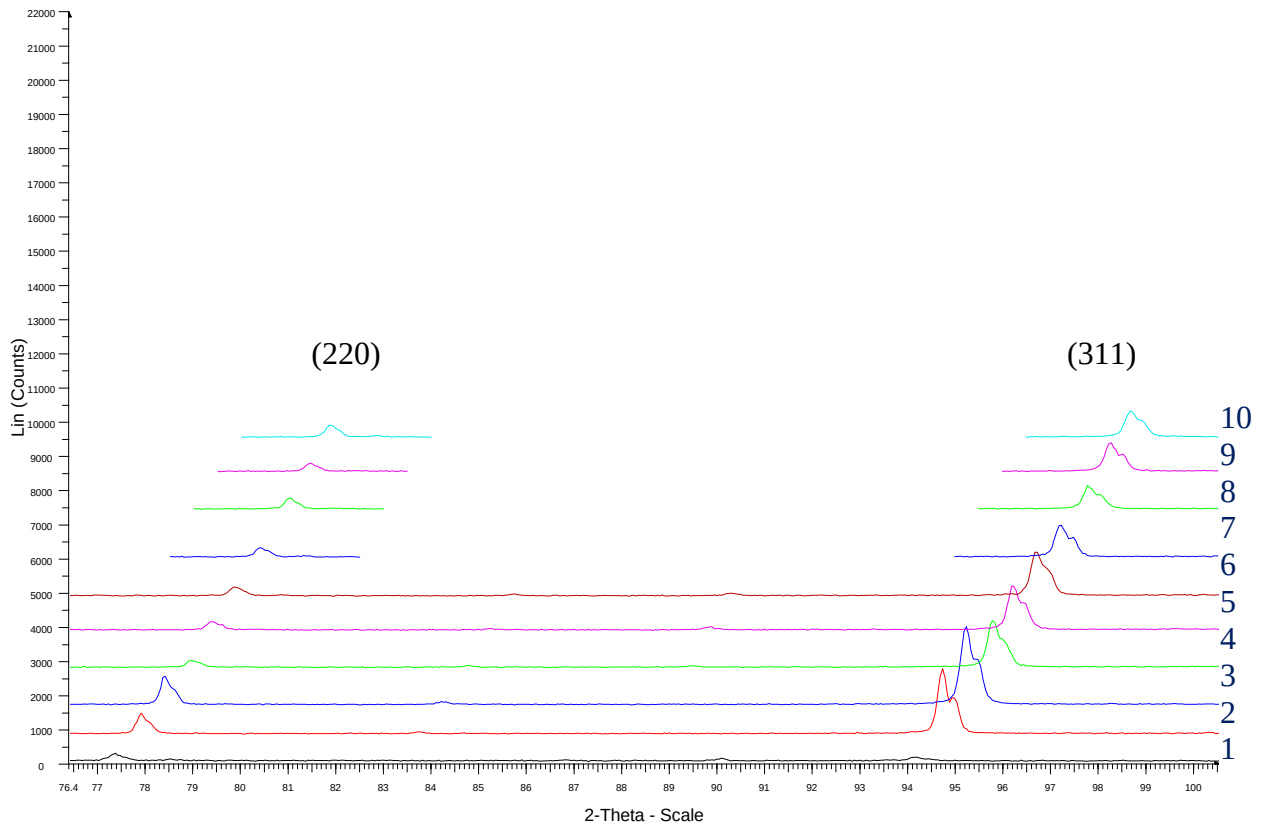
13. ábra Textúra mérőszám a hosszmetseteken

A hosszmetsetre számított textúra mérőszámok változásán láthatjuk, hogy a hosszmetsettel párhuzamosan jellemzően a (220) $T_{\max}=6,313$ vagy a (200) síkok álnak $T_{\max}=2,854$. Egyértelmű tendenciát nem lehet felfedezni a hosszmetseteken mért (hkl) reflexiók textúra mérőszámainak változásán.

A 14. és a 15 ábrákon látható, hogy hogy a mért (111), (200), (220) és (311) reflexiók intenzitása hogyan változik a hengerlés során a keresztmetset mentén.

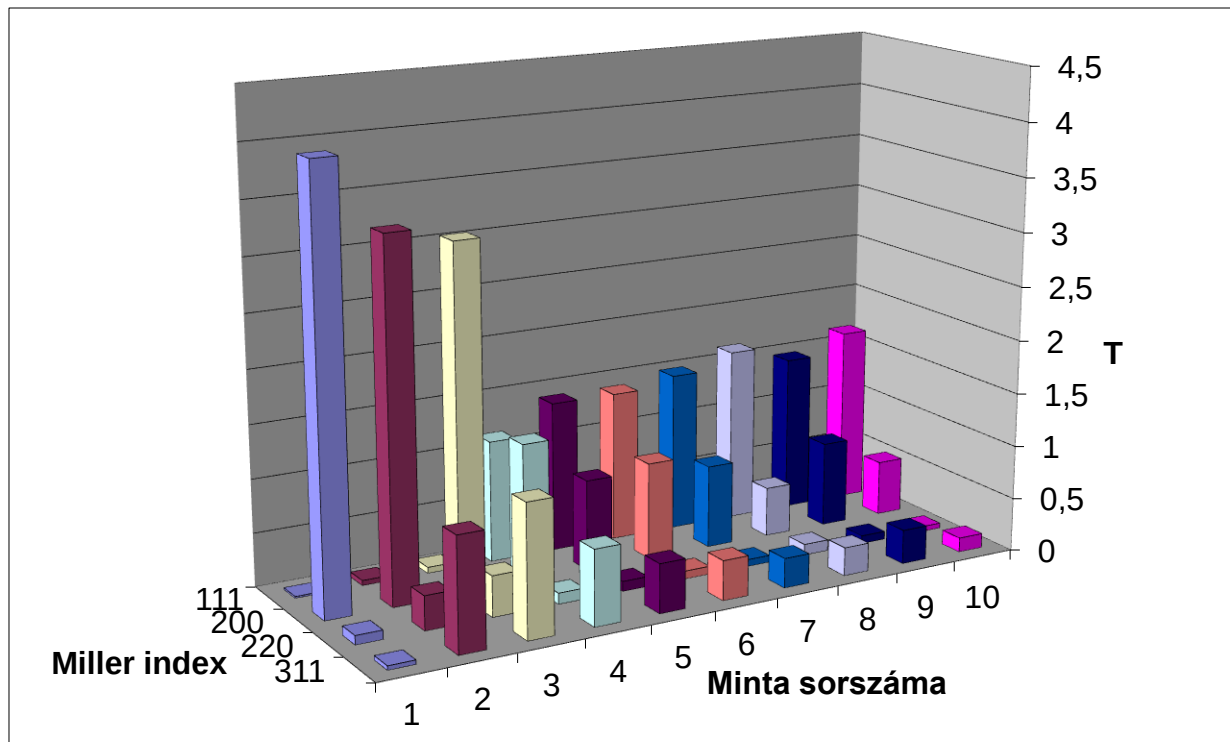


14. ábra A mért (111) és (200) reflexiók a keresztmetszeten. A reflexiók sorrendje megegyezik a minta sorszámával. A mért reflexiókat a láthatóság miatt eltoltuk felfelé és jobbra.



15. ábra A mért (220) és (311) reflexiók a keresztmetszeten. A reflexiók sorrendje megegyezik a minta sorszámaival. A mért reflexiókat a láthatóság miatt eltoltuk felfelé és jobbra.

A 16. ábrán látható a kiszámított textúra mérőszám (T) értékei az (111), (200), (220) és (311) Miller-indexek függvényében minden mintadarabra. Megfigyelhető, hogy kezdetben a (200) értékei erősek $T_{\max}=4,013$, majd ezek a hengerlés során gyengülnek $T=0,514$. Öntött állapotban az (111) reflexió mérőszáma $T=0,016$. Az alakítás növelésével azonban fokozatosan erősödik, az utolsó hengerlés után értéke $T_{\max}=1,646$.



16. ábra Textúra mérőszám a keresztmetszeteken

A textúravizsgálatok alapján megállapíthatjuk, hogy a pászma keresztmetszetével párhuzamosan öntött állapotban a (200) síkok állnak $T=4,013$ -ös textúra mérőszámmal, majd a hengerlések során a kristályok átfordulnak, és az (111) síkok állnak be párhuzamosan ezzel a metszettel $T=1,646$ -ös textúra mérőszámmal. A hosszmetsszettel párhuzamosan a properzi folyamat során végig a (220) síkok állnak erős, $T_{\max}=6,313$ -ös textúra mérőszámmal.

Következtetések

Munkánk során az Al59 ötvözet szemcseszerkezetének és textúrájának változását vizsgáltuk a Properzi folyamatos öntvehengerlés tíz lépcsőjében. Eredményeink alapján elmondhatjuk, hogy a folyamat kezdeti szakaszában öntés után dendrites szerkezet alakul ki a szemcséken belül homogén orientációval, erős (200) keresztmetszeti textúrával. Az alakítás mértékének növelésével a dendrites szerkezet fokozatosan deformálódik, elnyújtott szemcsék alakulnak ki, melyeken belül orientációbeli inhomogenitások keletkeznek. A (111) síkok fokozatosan befordulnak a keresztmetszettel párhuzamosan. A hosszszelletszel párhuzamosan az öntvehengerlés során végig vagy a (220) vagy a (200) síkok állnak.

A vizsgált pászma közepén létrejött egy lyuk. A lyukat az olvadék nem tudta kitölteni, ami arra utal, hogy a lyuk a megszilárdulás után, a szilárd pászma zsugorodása során keletkezett. A lyuk az alakítások során összehengerlődött. A lyuk megjelenése technológiai hibára vezethető vissza.

Köszönetnyilvánítás

Szeretném megköszönni Bán Róbertnek a mintadarabok kivágását. Márkus Zoltánnának a mikroszkópos vizsgálatokhoz való előkészületekben nyújtott segítségét. Dr. Mertinger Valériának, Dr. Barkóczy Péternek a szakmai segítséget. Továbbá szeretném megköszönni Dr. Benke Mártonnak a szakmai útmutatást és a vizsgálatokban nyújtott segítségét.

A bemutatott kutató munka a TÁMOP-4.2.2.A-11/1/KONV-2012-0019 jelű projekt részeként – az Új Széchenyi Terv keretében – az Európai Unió támogatásával, az Európai Szociális Alap társfinanszírozásával valósult meg.

Irodalomjegyzék

- [1] Dr. Bárczy Pál, Dr. Fusch Erik, Metallográfia I., Tankönyvkiadó, 1981
- [2] O. Daaland and E. Nes, Origin Of Cube Texture During Hot Rolling Of Commercial Al-Mn-Mg Alloys, Pergamon, 1995
- [3] Sterlite launches its range of Al-59 Alloy Power Transmission Conductors, Press Release, Sterlite Optical Technologies Ltd., 2007
- [4] George E. Totten, D. Scott MacKenzie, Handbook of Aluminum Physical Metallurgy And Processes volume 1, Marcel Dekker Inc, 2003
- [5] George E. Totten, D. Scott MacKenzie, Handbook of Aluminum Physical Metallurgy And Processes volume 2, Marcel Dekker Inc, 2003
- [6] U.F.Kocks, C.N.Tomé, H.-R. Wenk, Texture and Anisotropy, Cambridge University Press, 1998
- [7] <http://www.properzi.com/informations.html>