

Zárójelentés

A karbon és az ötvöző fémek hatása a léces martenzit orientációs viszonyaira és kialakulásának mechanizmusára c. OTKA-PD témához

Összefoglaló a 2014/15-ös évről

2014 őszén tovább folytattam a korábban megkezdett kutatásaimat a léces martenzites szövetszerkezet diszlokációs szerkezetével kapcsolatban. 2014 őszén szakítóvizsgálatokat és keménységméréseket végeztem a mintákon: szignifikáns különbséget nem találtam a különböző összetételű minták között.

Emellett 2014 ősze és 2015 tavasza között a szomszédos képpontok (pixelek) orientációkülönbségéből lokális diszlokációs sűrűséget számító szoftver validálásával foglalkoztunk: vagyis célszerűen kiválasztott tartományok (variánsok, packet-tek, blokkok) diszlokációs sűrűségét mértük és hasonlítottuk össze azok többféle felosztása mellett.

Ehhez újabb EBSD-méréseket kellett végezni 2015 tavaszán Si-egy kristály mintán az EBSD hibájának meghatározására: arra voltam kíváncsi, hogyan változik az orientáció hibamentes – homogén orientációjú – egy kristály esetén. A mérések $0,5^\circ$ eltérést mutattak akkor is, amikor nem volt orientációkülönbség.

Közben (2014 őszén) mintákat készítettem elő transzmissziós elektronmikroszkópi (TEM) vizsgálatokra. Sajnos a TEM felvételek - a mintaelőkészítés nehézsége miatt - csak 2015 késő tavaszára készültek el.

A kapott eredményeinkről 2015 nyarán írtunk egy cikket, amelyet 2015 szeptemberében nyújtottam be közlésre egy impakt faktoros folyóirathoz.

A kutatómunka során elért fontosabb publikált, ill. publikálásra benyújtott eredmények:

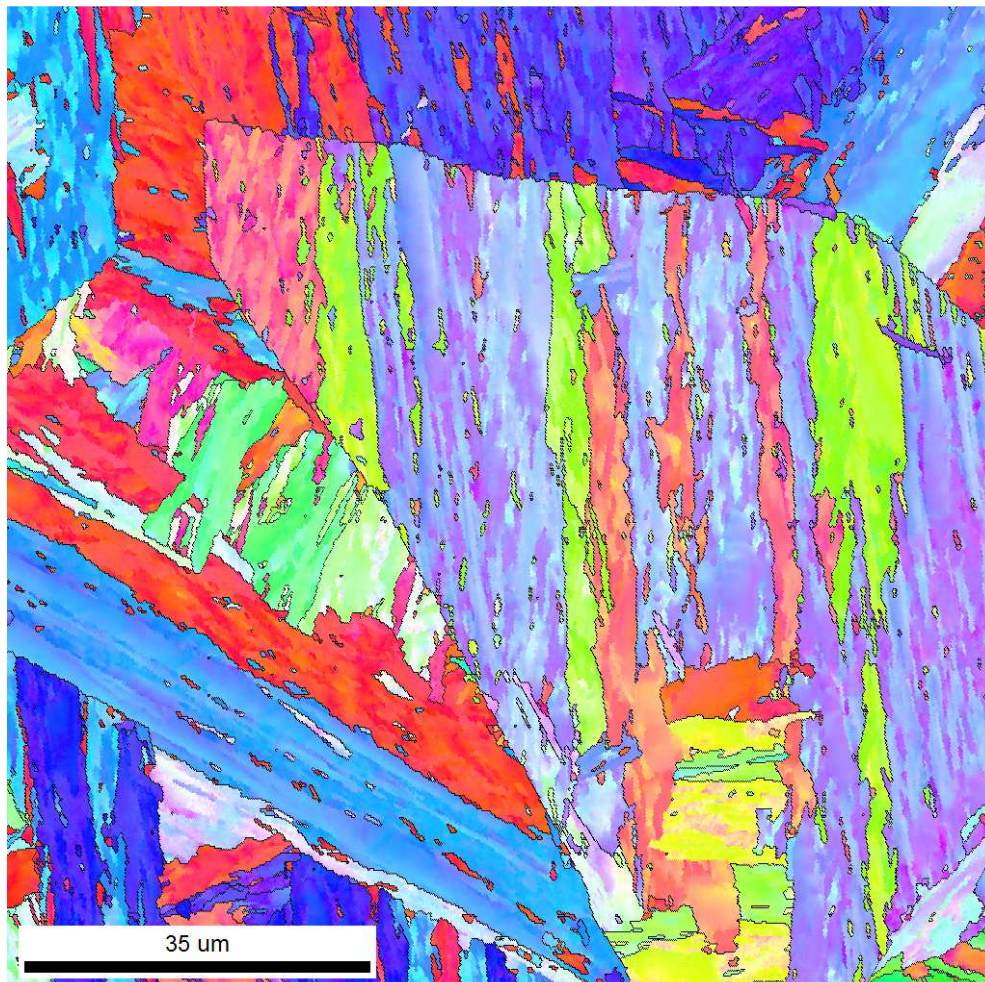
1. A nagyenergiájú (10 keV) Ar-ion sugaras megmunkálás kiválóan alkalmas a nagy diszlokációs sűrűségű léces martenzites szövetszerkezetű minták felületének előkészítésére EBSD-vizsgálatokhoz. Kiváló minőségű EBSD-felvételekhez az előzetesen hagyományos módon polírozott felületet 24...30 percig kell 10 keV energiájú Ar-ionokkal bombázni 7° -os beesési szöggel. Bár a minták ötvözőtartalma nem nagy ($< \sim 7\%$, ebből C: $\sim 0,15\%$), a legjobb minőségű EBSD-felvételekhez szükséges nagyenergiájú (10 keV) Ar-ionokkal történő ionsugaras megmunkálás ideje többszöröse más tiszta fémekének (Cu, Fe, Al, Ni, amelyeknél ez jellemzően 6...7 perc) az ionsugár azonos beesési szöge ($\sim 7^\circ$) mellett. Ennek oka az edzett minták nagyobb szilárdsága és szívóssága.
2. A martenzites átalakulás következtében képződött blokkokat, packet-eket és variánsokat sikerült beazonosítani EBSD-vel nyert pólusábrák segítségével. A pólusábrák egyértelműen kimutatták, hogy a mintákban az ausztenit és a ferrit közötti kapcsolatot a Kurdjumov-Sachs orientációs kapcsolat írja le. A kiindulási ausztenit kristallitok mérete 20-200 μm között változik. Az egyes martenzit lécek vastagsága néhány μm . Ezek függetlenek a minták összetételétől.
3. TEM felvételek kimutatták, hogy a martenzitlécek szubszemcséket tartalmaznak, amelyek mérete 50 és 100 nm között változik. Ez jól egyezik az XLPA (röntgen vonalprofil analízis) segítségével meghatározott átlagos kristallitmérettel (ami 71 nm, „koherensen szóró tartományok“).
4. A diszlokációs sűrűség meghatározásához egy szoftvert fejlesztettünk, amely lokális diszlokációs sűrűséget számol a szomszédos képpontok (pixelek) közötti orientációkülönbségekből. Figyelembe véve az egyes variánsok között a martenzites átalakulás során kialakuló orientációs kapcsolatokat, ehhez csak az 5° -nál kisebb

orientációkülönbségek lettek figyelembe véve. Si egykristályon végzett kísérletek viszont kimutatták, hogy a gyakorlatban az orientációkülönbségek tekintetében a $0,5^\circ$ -nál kisebb szögeket nem szabad figyelembe venni. Ezért a diszlokációsűrűség meghatározásánál a $0,5-5^\circ$ közötti orientációkülönbségeket használtuk. A különböző variánsokban mért diszlokációsűrűségek között nincs meghatározó különbség.

5. A számolt diszlokációsűrűség függ az EBSD során alkalmazott lépésköz nagyságától. Mégpedig úgy, hogy a lépésköz csökkentésével nőtt a számolt diszlokációsűrűség: a legkisebb és legnagyobb lépésközhöz (35 ill. 500 nm) $30\times$ ill. $6\times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ diszlokációsűrűség tartozik. Ez az egyes martenzitlécek finom szubszemcse-szerkezetével magyarázható, amit a TEM felvételek kimutattak. Mivel ezen szubszemcsék mérete 100 nm alatt van, ezért a legmegbízhatóbb értéket a diszlokációsűrűsre a legkisebb alkalmazott lépésközzel kapjuk. Ez a diszlokációsűrűség jól megegyezik az XLPAsorán kapott eredménnyel ($35\times 10^{14} \text{ m}^{-2}$). Mivel az EBSD segítségével csak a geometriailag szükséges diszlokációk sűrűségét tudjuk meghatározni, ezért a léces martenzites mintákban a diszlokációk többségét ezek alkotják.

„Art in Microscopy” az IMC2014-en

A Prágában 2014 szept. 7-12. között megrendezett „18th International Microscopy Congress” (IMC) konferencián az alábbi, nagyszögű határokat ($>10^\circ$) is ábrázoló orientációs térképet küldtem be a konferencia „Art in Microscopy” című felhívására az élettelen tudományok kategóriába. A képet a nemzetközi szervezőbizottság a 87+71 (élő + élettelen kategória) nevezésből beválasztotta azon 6+6 közé, amelyek bekerültek az IMC 2015-ös naptárába.



Utószó

Sajnos elfogadott impakt faktoros közleményt még nem sikerült publikálni a kutatási témában, de előbb-utóbb ez is megtörténik. Úgy látom, hogy ennek az alábbi, rajtam kívül álló okai voltak:

- a mintaelőkészítés nem várt nehézsége,
- a nagyműszeres mérésekhez (FE-SEM/EBSD) és mintaelőkészítéshez (Ar-ionos felületmegmunkálás) való korlátozott, nehézkes hozzáférés,
- valamint a munkaköröm időközbeni bővülése (tanszéki oktatási felelős lettem).

Ugyanakkor azt gondolom: ahhoz, hogy nemzetközi színvonalú közlemények szülessenek ebben a témában, nélkülözhetetlen volt korrekt mintaelőkészítés megoldása és a FE-SEM/EBSD alkalmazása.

A fenti hátráltató tényezők miatt többféle (pl. különböző módokon hőkezelt) mintát nem is vizsgálhattam. De úgy látom, hogy az eddigi EBSD-mérésekből még lehet eredményeket publikálni, ezért téma kutatását tovább kívánom folytatni.