Záró szakmai beszámoló

OTKA 124926 projekt

"Léces martenzit kompozit viselkedése"

Bevezetés

A martenzit egyik megjelenési formája a léces martenzit. A tipikus léces martenzit blokkokból áll, ahol a blokkok úgynevezett kötegeket alkotnak [1-3]. A blokkok tovább bonthatók alblokkokra, amelyekben egymással párhuzamos lécek találhatók. Ezek hívjuk martenzitléceknek. Az 1. ábrán láthatjuk a léces martenzit kötegekből, blokkokból, alblokkokból és lécekből álló hierarchikus felépítését.



1. ábra A léces martenzit kötegekből, blokkokból, alblokkokból és lécekből álló hierarchikus felépítése

Az eredeti ausztenit-szemcsehatárokon belül különböző kristálytani orientációjú pakettek lehetségesek [2-4], ahogyan ezt az 1. ábrán is láthatjuk.

A léces martenzites szerkezetű acélok, annak ellenére, hogy a képlékenységi tulajdonságaik eléggé limitáltak mégis mutatnak képlékeny alakváltozást [5]. A képlékeny deformációt befolyásoló mechanizmusokat még nem teljesen sikerült feltárni.

Célunk az volt, hogy ennek az anyagtípusnak a viselkedését vizsgáljuk képlékenyalakítás során. Ehhez először magának az alapanyagnak (tehát az edzett, és így léces szerkezetű martenzitnek) a tulajdonságait kellett vizsgálni, majd az alakítás hatását kellett nyomon követni. Ez utóbbit kétféleképpen is elvégeztük: 1) a képlékeny alakítás utáni állapotban, 2) a léplékeny alakítás során *in-situ* vizsgálatokkal.

Vizsgálatok

Előkísérletek

Az előkísérletek során 0,16% C-tartalmú ötvözetlen acél mintákat használtunk, melyeket több hőmérsékletről is leedzettünk, és azt tapasztaltuk, hogy detektálható mennyiségű martenzit csak a legalább 1100 °C-ról történő edzés során keletkezett, így a továbbiakban csak ezekkel a mintákkal foglalkoztunk. A mintákon visszaszórtelektron-diffrakciós (EBSD) és nagyfelbontású röntgen vonalprofil analízis vizsgálatokat végeztünk. Az EBSD vizsgálatok megállapították, hogy valóban léces szerkezetű martenzit keletkezett, ennek egy blokkját látjuk a 2. ábrán.



2. ábra A keletkezett léces martenzit egy blokkja

Léces martenzit szakítóvizsgálata

Ezt követően a léces martenzites szerkezetű anyagokból szakító próbatesteket készítettünk, és szakítógépben különböző alakváltozás-értékekig húztuk, a 3. ábra szerint.



2. ábra A léces martenzit próbatestek szakítódiagramjai

Az ilyen módon különböző mértékben deformált mintákon EBSD-vizsgálatokat végeztünk. Meghatároztuk a képlékeny alakítás okozta rácsdeformációt a "Grain average misorientation" paraméter kiszámításával. Ez a paraméter a szemcséken belüli mérési pontok között tapasztalható orientációkülönbséget (misorientation) átlagolja ki egy szemcsén belül, ,ajd ezekből az átlagokból képezi az egész anyagra jellemző mérőszámot, melynek dimenziója "fok". Ez a miszorientáció az anyagban lévő diszlokációs szerkezettel van összefüggésbe, és arányos a képlékeny alakítás után az anyagban lévő geometriailag szükséges diszlokációk (geometrically necessary dislocations, DND's) mennyiségével. A 3. ábrán a négy különböző mértékben alakított minta "grain average misorientation" térképei láthatók, a 4. ábra pedig jól mutatja, hogy ez az érték a húzóerő növekedésével enyhén növekvő tendenciát mutatott.



3. ábra Kölönböző mértékben alakított léces martenzites minták "grain average misorientation" térképe, szivárványos színkódolással (kék – legkisebb, piros – legnagyobb miszorientáció). Az alkalmazott húzóerő (a) F = 9000 N, (b) F = 14000 N, (c) F = 19000 N, (d) F = 21000 N



4. ábra A léces martenzit próbatestekben kialakuló szemcsén belüli miszorientáció a húzóerő függvényében

Diszlokációsűrűség meghatározása EBSD segítségével

Ezekkel a vizsgálatokkal párhuzamosan adaptáltunk egy, a miszorientáción alapuló módszert [6] a léces martenzites anyag diszlokációsűrűségének meghatározására EBSD-mérések segítségével. A módszer során a szomszédos mérési pontok orientációs adataiból kiszámítottuk az ún. Nye-tenzor 6 elemét (a lehetséges 9-ből), és ebből egy közelítő diszlokációsűrűség-értéket számítottunk. Ez a módszer is csak a geometriailag szükségszerű diszlokációkra érzékeny, viszont lehetővé teszi a diszlokációsűrűség lokális meghatározását, és így diszlokációsűrűség-térkép elkészítését. Egy ilyen általunk készített diszlokációsűrűségtérkép látható a 5. ábrán.



5. ábra Egy léces martenzit próbatestről készült orientációs térkép (balra) és diszlokációsűrűség-térkép (jobbra)

Szinkrotronos mérések

2022. májusában lehetőségünk nyílt a hamburgi székhelyű DESY szinkrotronnál méréseket végezni. A méréssorozatot egy közel fél éves kísérlettervezés és mintaelőkészítési folyamat előzte meg. Végül két különböző anyagminőségből (S235 és S355) két-két mintasorozat készült. Az egyiknél egy Jominy-jellegű próbatestet készítettünk, azaz a rúd alakú próbatest hossztengelye mentén változó sebességű lehűtést alkalmazva egy gradiensanyagot hoztunk létre, amelyből keresztmetszeti szeleteket vágtunk ki szikraforgácsolással, így egy olyan mintasorozathoz jutottunk, melyben a léces martenzites szövetelem aránya változik. Ezekből a próbatestekből először miniatűr szakító próbatesteket készítettünk, és különböző mértékig megnyújtottuk őket. Ezután ezekből a különböző mértékben deformált próbatestekből tűhegyes mintákat állítottunk elő, és úgy helyeztük el a szinkrotronban a röntgennyaláb útjába, hogy a tű hegyén mindössze néhány szemcsét világított át a nyaláb. A mintát megforgattuk a tengelye körül 360°-kal, és 5 fokonként rögzítettük a Debye-gyűrűket egy megfelelő helyen elhelyezett image plate-tel (6. ábra).



6. ábra Próbatest és rögzítése a szinkrotron nyaláb útjában a 360°-os forgatás előtt

Az így felvett Debye-gyűrűket először integráltuk, majd a kapott diffraktogramokat a CMWP (convolutional-whole-powder-pattern) módszerrel kiértékeltük. Eredményként (többek között) a szemcsék diszlokációsűrűségét is megkaptuk, így a forgatás révén orientációfüggő diszlokációsűrűség-értékekhez jutottunk minden egyes alakítás mérték esetén.

A próbatestek egy másik csoportját teljes térfogatában léces martenzitessé edzettük, belőlük az előzőekben leírtak szerint miniatűr szakító próbatesteket készítettünk, és ezeket *in-situ* megnyújtottuk a minták szakadásáig, miközben folyamatosan rögzítettük a Debye-gyűrűket. Ezeket a méréseket kiértékelve meghatározhatók a minták diszlokációrűrűsége, a szemcsék mérete (itt a röntgendiffrakcióval meghatározható szemcseméretre, azaz a koherensen szóró tartományok méretére gondolunk, amelyek a szubszemcse mérettel azonosak), valamint a diszlokáció populáció él- vagy csavar jellege, mindezek a húzó alakváltozás (kvázi)folytonos függvényében.

Ezeknek a méréseknek a kiértékelését nem sikerült a projekt lezárásáig befejeznünk. Több, mint 1 TB adatról van szó, amelyek feldolgozása rendkívül nagy számítástechnikai kapacitást igényel. A fent leírt két kísérletsorozat mindegyikéből egy-egy nagyobb volumenű cikk írása van folyamatban, ezek várhatóan az év végéig elkészülnek.

A projekt során felmerülő problémák

Sajnos a projekt nem az előzetes terveink szerint alakult. Az egész kutatómunka a BME GPK Anyagtudomány és Technológia Tanszékén üzemelő Philips XL30 – EDAX-TSL pásztázó elektronmikroszkóp – EBSD berendezésre épült, amely a kutatás megkezdése után nemsokkal meghibásodott, és közel két évig nem üzemelt. ezalatt az idő alatt csak korlátozott hozzáférésünk volt a vizsgálati technikához, partnerintézményeink (elsősorban az ELTE TTK Anyagfizikai Tanszék) jóvoltából. Ugyancsak a projekt idejére esett a COVID-időszak is, ami szintén nehezítette a munkát. E nehézségek ellenére a kutatómunka eredményes volt, de nem készült el határidőre a projekt két legfontosabb és legnagyobb volumenű cikke, az egyik a léces martenzit képlékeny alakítása után kialakuló diszlokációs szerkezet orientációfüggéséről, a másik az *in-situ* alakított minták szinkrotronos vizsgálatáról. Ezeknek a cikkeknek a váza elkészült, de az eredmények feldolgozása jelenleg is tart.

Hivatkozások

- [1] Krauss G., Mader A. R.: The morphology of martensite in iron alloys. Metallurgical Transactions 2, 2343-2357. (1971) https://doi.org/10.1007/BF02814873
- [2] Morito S., Tanaka H., Konishi R., Furuhara T., Maki T.: The morphology and crystallography of lath martensite in Fe-C alloys. Acta Materialia, 51., 1789-1799. (2003) https://doi.org/10.1016/S1359-6454(02)00577-3
- [3] Kitahara H., Ueji R., Tsuji N., Minamino Y.: Crystallographic features of lath martensite in low-carbon steel. Acta Materialia, 54. 1279-1288. (2006) https://doi.org/10.1016/j.actamat.2005.11.001
- [5] Krauss G.: Martensite in steel: strength and structure. Material Science and Engineering A, 273-275, 40-57. (1999) https://doi.org/10.1016/S0921-5093(99)00288-9
- [6] W. Pantleon, Resolving the geometrically necessary dislocation content by conventional electron backscattering diffraction, Scripta Materiala 58 (2008) 994-997