

Dekarbonizáció mérése roncsolásmentes módszerrel – avagy a központ nélküli diffraktométerek új alkalmazása

A kutatómunka célja, hogy a dekarbonizáció mértékét hőkezelt, akár kész alkatrészek felületén is roncsolásmentesen, nagy biztonsággal meghatározni tudó mérési módszert dolgozzunk ki. A dekarbonizáció kialakulására gyakran csak a félkész vagy kész állapotban derül fény, amikor az alkatrész felülete nem felel meg az előírt paramétereknek. Ebben az esetben az alkatrészből történő mintakivágással lehet a folyamatról meggyőződni, amely annak selejtté válását jelenti. A központ nélküli röntgendiffraktométereket elsősorban roncsolásmentes, maradó feszültség vizsgálatra fejlesztették ki. A Fémteni, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézetben (FKNI) és a 3D laboratóriumban országosan egyedülálló módon két ilyen diffraktométer is működik. Jelen kutatómunka alapötlete, hogy a diffraktométer által detektált interferenciafüggvény azon jellemzőit is meghatározzuk és felhasználjuk, amelyek a maradó feszültség vizsgálaton messze túlmutatnak [1, 2]. Ilyen jellemző az interferenciafüggvény szélesedése (FWHM), amely a diffrakciót adó fázis kémiai összetételével és a mikrofeszültségekkel korrelál [3, 4]. Kémiai összetétel-változás történik például az acélok hőkezelésének negatív kísérő jelensége, a dekarbonizáció során.

Bevezetés

A hőkezelt kemencében található atmoszféra különböző gázokat tartalmaz, mint például: szén-dioxid, szén-monoxid, hidrogén, nitrogén, oxigén és vízgőz [5, 6]. Ezen gázok a vasban oldott karbon tartalmat csökkentik, hisz a felületén egy bizonyos mélységig reagálnak vele, megváltoztatva annak szöveti összetételét és vele együtt a szilárdságát is [2, 5, 7].

Ahhoz, hogy ezeket az eseteket elkerüljük, a dekarbonizáció folyamatának minimalizálása a felhasználástól függően kulcsfontosságú lehet, számos alkatrész esetén a dekarbonizáció mértéke előírászerűen szabályozott. Ebből az következik, hogy a dekarbonizáció mértékének jellemzése fontos. A definíció gyakorlati megközelítése dekarbonizálnak tekinti azt a rétegvastagságot, amely veszít funkcionális tulajdonságaiból [8]. A dekarbonizáció mérésére legelterjedtebb a metallográfiai vizsgálat és a keménységmérés, amelyeknek súlyos hátránya, hogy roncsolásos (mintakivágásos) technikával valósíthatók meg. Jelen kutatómunkánk fő célja, hogy mintakivétel nélkül is információt nyerjünk a dekarbonizáció előrehaladásáról röntgendiffrakciós vizsgálatok segítségével. Munkánk során különböző mértékben dekarbonizálódott rétegeket állítottunk elő, majd az interferenciafüggvény szélesedését határoztuk meg az acél felületétől befele haladva. A mélységi méréshez többlépcsős elektrokémiai polírozást használtunk. A dekarbonizáció és a profilszélesedés korrelációjának meghatározásához szövetvizsgálatokat és keménységfutas vizsgálatokat is végeztünk. A három módszer

Szobota Péter VI. féléves BSc anyagmérnök hallgató hőkezelési és képlékenyalakítási szakirányon a ME Műszaki Anyagtudományi Karán. A jelen kutatómunka egy intézményi TDK-dolgozat keretében készült, amivel 3. helyezést ért el.

Sepsi Máté szakmai életrajzát 2016/3. számunkban közöltük.

Dr. Mertinger Valéria szakmai életrajzát 2017/2. számunkban közöltük.

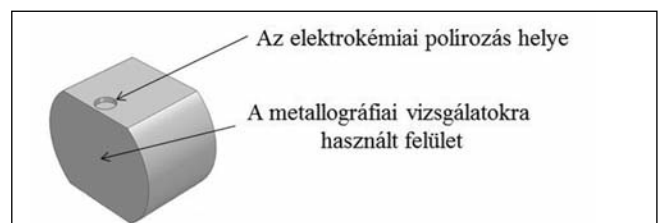
egymást kiegészíti, illetve rávilágít a röntgendiffrakciós vizsgálatok előnyeire is. A mélységi vizsgálatok célja jelen esetben az volt, hogy megmutassuk, hogy a diffrakciós profil félérték szélessége milyen érzékenyen reagál a gradiensen változó karbon tartalomra. Az ilyen módon validált mérési eljárással a felületi dekarbonizáció roncsolásmentesen meghatározható.

Vizsgálatok és azok eredményei

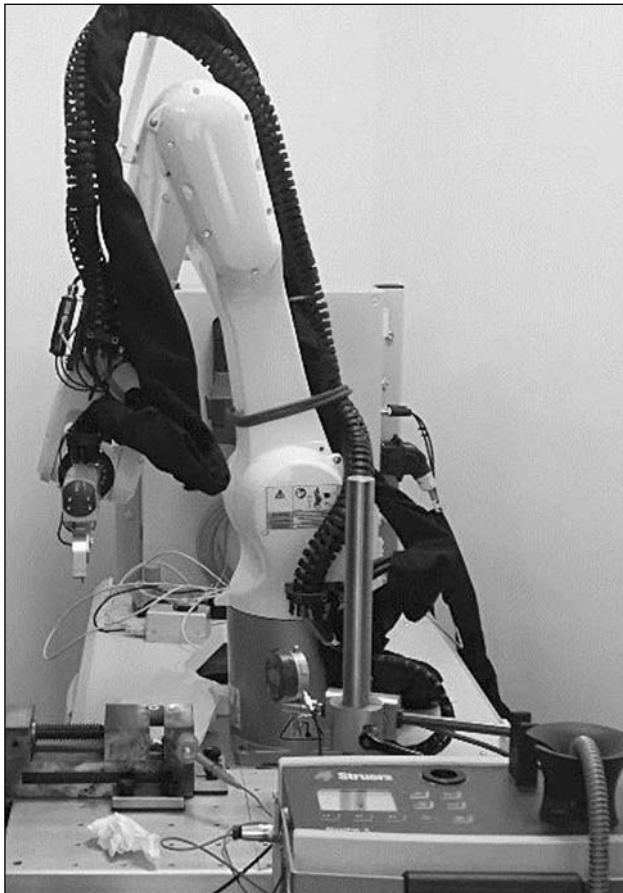
1. Dekarbonizált réteg létrehozása

A kísérleti próbatestek alapanyagának C45 minőségjelű, melegen hengerelt rúdacélt választottunk. A próbatestek geometriai kialakítását (1. ábra) úgy választottuk meg, hogy a próbadarabok kemencébe történő ki- és behelyezése, valamint a hőkezelés, majd az azt követő mérések biztonsággal reprodukálhatók és könnyen elvégezhetőek lehessenek.

Különböző vastagságú dekarbonizált réteget 900 °C-os, levegő atmoszférájú, ellenállás fűtésű kemencében, különböző idejű (1 jelű minta: 0,5 óra; 3 jelű minta: 1 óra; 9 jelű minta: 2 óra) izzítással hoztunk létre. A próbadarabok felhevülési idejének kiméréséhez K típusú (Ni-Cr) termoelem jelét használtuk. A termoelem egy próbadarab közepébe fűrt furatba volt elhelyezve. A hőkezelések során kialakult revét 50-50% térfogatarányú cc. sósav és víz elegyével távolítottuk el.



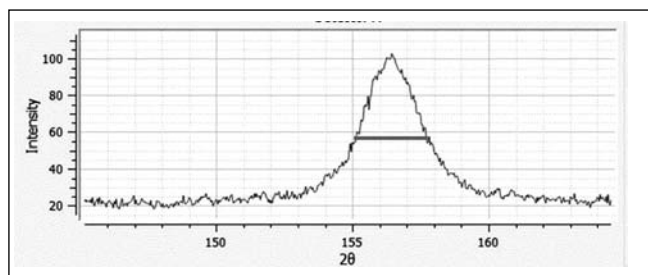
■ 1. ábra. A kísérleti próbadarabok geometriája és vizsgálati helyei



■ **2. ábra.** A röntgendiffrakciós vizsgálatokhoz használt Stresstech Xstress Robot röntgendiffraktométer és az anyageltávolítás meghatározására szolgáló mérőóraállvány

2. Röntgendiffrakciós mérések

A félértékszélesség vizsgálatához a Stresstech Xstress Robot röntgendiffraktométert használtuk (2. ábra). Első feladatunk egy kalibráció és a robotkar behangolásának elvégzése volt. Az előkészületek után az első mérési pont a felületen készült, majd az elektrokémiai polírozást több lépésen keresztül addig végeztük, amíg a félértékszélesség értéke telítésbe nem ment. A vizsgálathoz a berendezés maradó feszültségmérés rutinját használtuk Cr röntgensóval, 30 kV gyorsítófeszültséggel, 8 mA áramerősséggel, valamint módosított Ψ mérési móddal, 11/11 döntés alkalmazásával minden egyes mérési hely esetében [9]. A 11/11 döntés azt jelenti, hogy + 45 és – 45°-os maximális döntést alkalmaztunk 11 lépésben mindkét (plusz és m-



A minta széle

nusz) irányban. A maradó feszültséget és a félértékszélességet a ferrit {211} interferenciafüggvényén határoztuk meg. A minta szélén és egy kevésbé dekarbonizálódott helyen, a minta közepén rögzített interferenciafüggvényt és a félértékszélesség nagyságát mutatja példaként a 3. ábra. Az adott mélységhez tartozó félértékszélesség-adat a 22 döntésből (11 pozitív irányú és 11 negatív irányú) nyert 22 FWHM mérés átlaga. Az elektrokémiai polírozást Struers MoviPol-5 nevű géppel végeztük, az eltávolított rétegvastagságot egy tapintó mérőórával határoztuk meg, mely lépésenként jellemzően 50-100 μm volt. A vizsgálatok helyét az 1. ábra jelzi. A vizsgálatok eredményét a keménység és feszültség adatokkal együtt mutatjuk be.

3. Szövetvizsgálatok

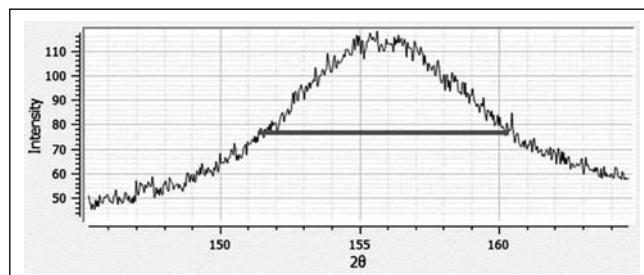
A röntgendiffrakciós mérések elvégzése után keresztmetzeti csiszolatot készítettünk, melyeken a szokásos mintaelőkészítési módszert alkalmaztuk. Négy fokozatú csiszolást, polírozást és végül 2%-os Nitalban történő maratást végeztünk. Mivel a vizsgálatunk a minta szélére koncentrált, ezért a lekerekedés ellen műgyantába ágyazást is használtunk.

Az előkészített minták fénymikroszkópos felvételeit az FKNI optikai mikroszkópia és képelemző laboratóriumában, Zeiss Axio Imager M1m-fénymikroszkóppal készítettük. A szöveti képeket mintánként, a két szélsőértéken mutatja be a 4. ábra, a szélén és a közepén. A 0,5 órás és az 1 órás hőntartás hatása nem látható a fénymikroszkópos felvételeken. A 2 órás izzítás hatására már megjelenik a szövetben a szélén a ferrit, a perlit és a bénit is. A minta közepe fele haladva mennyiségük csökken.

3. Keménységmérések

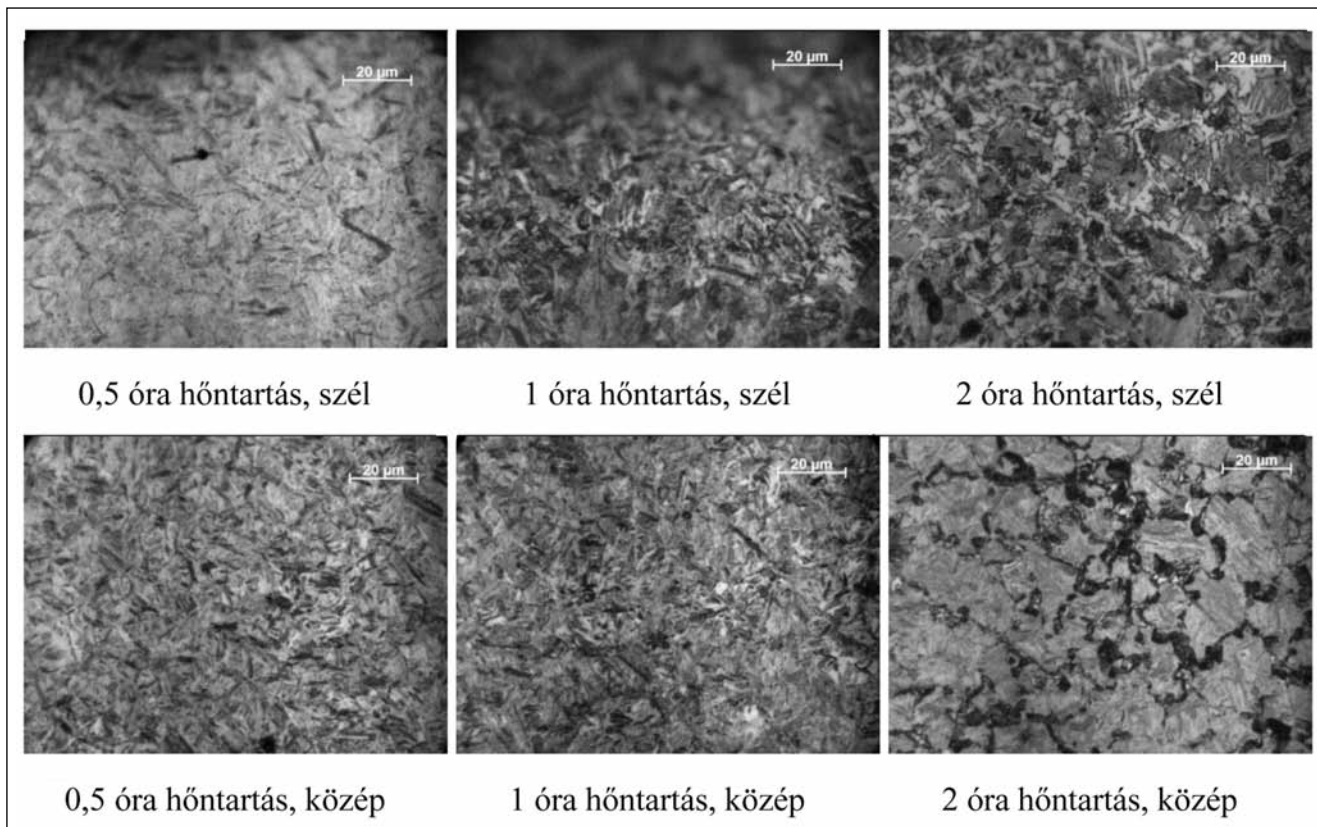
Az előkészített minták keménységméréseit az FKNI optikai mikroszkópia és képelemző laboratóriumában az InstronTukon 2100B (Wilson Instruments) mikrokeménység-mérő berendezéssel végeztük. A keménységméréseket 50 g terheléssel végeztük, az első lemért pont a csiszolat szélétől számított 20 μm távolságban volt, a többi további 100 μm -es lépésközökkel. A mintadarabok magjában makrokeménységet is mértünk 100 N-os terheléssel. Az eredményeket a három mintára együttesen az 5. ábra mutatja.

A 0,5 és 1 órás izzításon átesett minta nagy szórás mellett hasonló lefutású, a felület közeli egy-két érték kisebb.

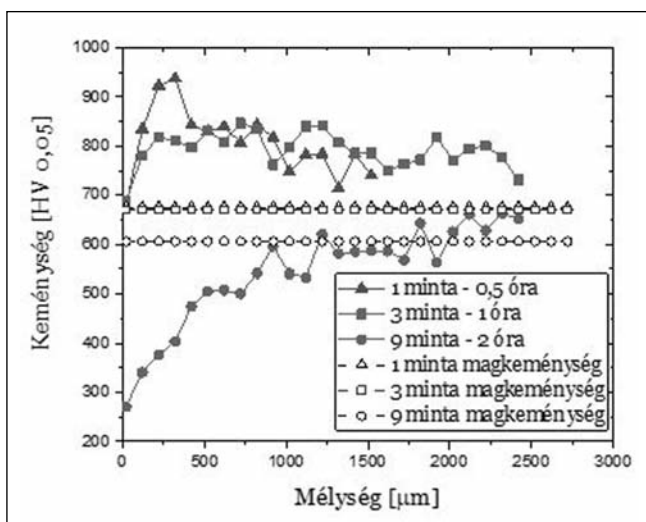


A minta közepe

■ **3. ábra.** 0,5 órás izzításon átesett minta széléről és a közepéről készített {211} reflexiók. A vízszintes vonal jelzi a félértékszélesség nagyságát



■ 4. ábra. A különböző mértékben (0,5, 1, 2 órás hőntartási idő) dekarbonizált minták fénymikroszkópos felvételei a minta szélén és közepén. A 2 órás hőntartás esetében jól megfigyelhető a bénit megjelenése.



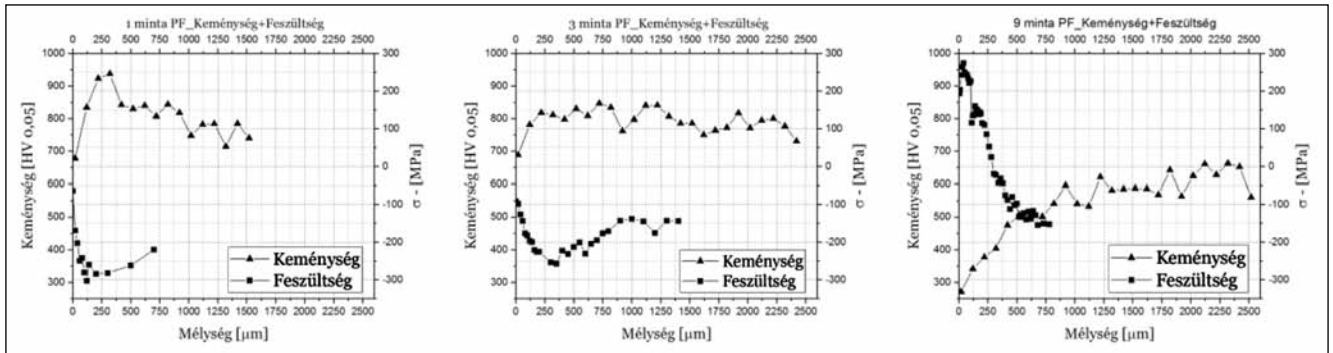
■ 5. ábra. A keménységértékek lefutása és a magkeménységek a különböző ideig izzított és dekarbonizálódott mintákon a minták szélétől a mag felé

Ezzel szemben a 2 órás minta felületén nagyon kicsi (280 HV) az érték, ami befele haladva folyamatosan növekszik, 2500 µm mélységben sem éri el a másik két minta értékét. Ez a lefutás egyértelműen mutatja a dekarbonizáció hatását. A 0,5 és 1 órás minták magkeménysége elmarad a felület keménységétől, ami arra utal, hogy a makrokeménység-mérési adatok a mikrokeménységgel ilyen heterogén szövet esetében nem vehetők össze. A 2 órás minta alacsonyabb magkeménysége a martenzit mellett megjelenő bénitnek köszönhető.

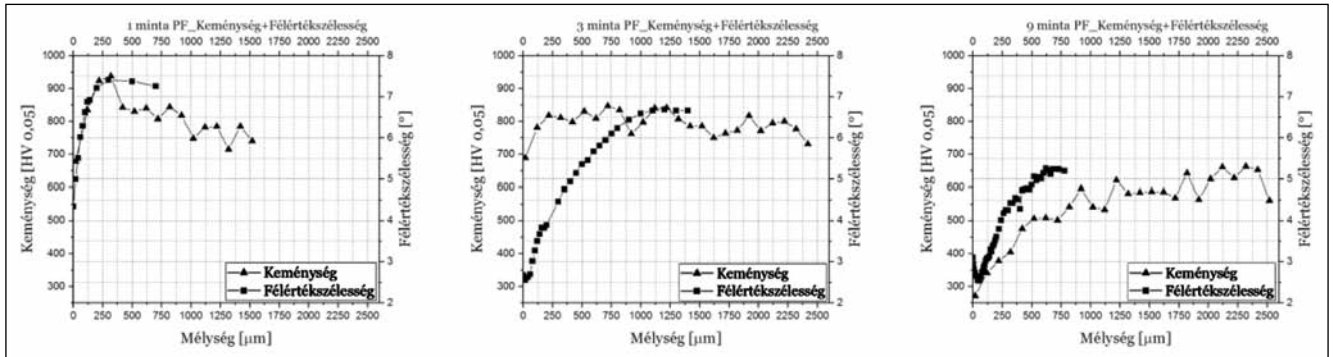
Az eredmények értékelése

A különböző mérési módszerek által kapott eredményeket közös diagramban ábrázolva hasonlíttuk össze. A 6. ábra a maradó feszültség és a keménységértékek változását mutatja. Egyértelmű megfigyelés mindhárom minta esetében, hogy a keménység növekedése a maradó feszültségnek a nyomó feszültség irányába történő változásával jár együtt, annak ellenére, hogy az 1 (0,5 óra) és 3 (1 óra) minta szövetszerkezetében a fénymikroszkópos vizsgálatok nem tudtak dekarbonizációt kimutatni. A feszültség és a keménység változása is arra utal, hogy ezeknek a mintáknak a felülete is dekarbonizálódott, de nem olyan mértékben, hogy ez szöveti változást okozzon. A 9 minta (2 óra) egyértelműen azt mutatja, hogy a dekarbonizációnak köszönhetően megjelenő lágyabb szövetelemek mint a ferrit és perlit, nemcsak a keménység kisebb értékét okozzák, hanem a nagyon veszélyes húzófeszültségek megjelenését is. A húzófeszültség jelenléte a repedések kialakulásában és különösen annak terjedésében játszik meghatározó szerepet.

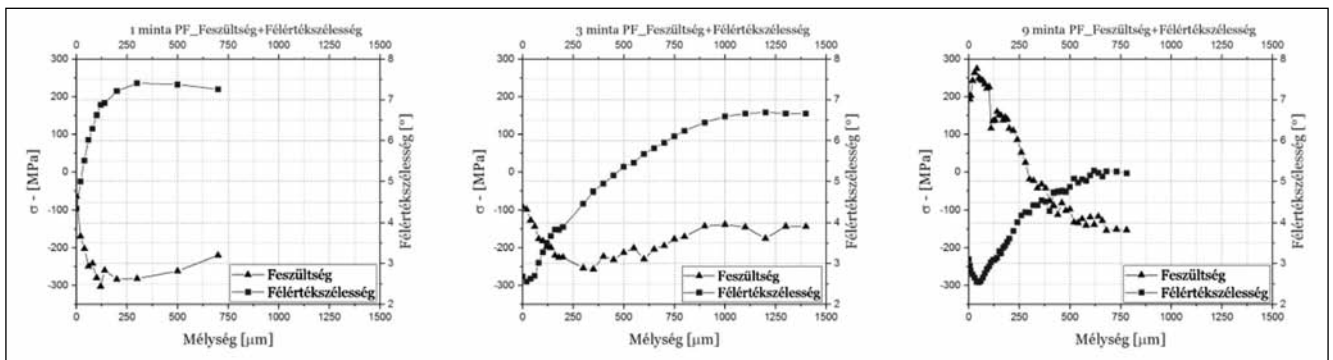
A 7. ábra a keménység és a félértékszélesség változását mutatja együttesen. A két paraméter egyértelműen együtt mozog, de a félértékszélesség abban az esetben, amikor a kialakuló szövet martenzites (3 minta), de a dekarbonizációnak köszönhetően kisebb karbon tartalmú vagy akár ferrites (9 minta), érzékenyebben reagál. Feltételezéseinknek megfelelően a félértékszélesség vizsgálata az a paraméter, amely nagyobb biztonsággal mutatja meg a dekarbonizáció jelenlétét, mint a keménység vagy akár a szövetvizsgálat.



■ 6. ábra. A maradó feszültség és a keménység együttes változása a felszíntől a mag felé, a különböző mértékű dekarbonizációt követően (1 minta: 0,5 óra; 3 minta: 1 óra; 9 minta: 2 óra)



■ 7. ábra. A keménység és a félerétekszélesség együttes változása a felszíntől a mag felé a különböző mértékű dekarbonizációt követően (1 minta: 0,5 óra; 3 minta: 1 óra; 9 minta: 2 óra)



■ 8. ábra. A feszültség és a félerétekszélesség együttes változása a felszíntől a mag felé a különböző mértékű dekarbonizációt követően (1 minta: 0,5 óra; 3 minta: 1 óra; 9 minta: 2 óra)

Ha a félerétekszélesség és a feszültség változását vizsgáljuk együttesen (8. ábra) akkor azt láthatjuk, hogy a két paraméter változása egymással ellentétes olyan értelemben, hogy a félerétekszélesség növekedése a feszültségnek a negatív, vagyis a nyomófeszültség irányába történő változásával jár együtt. Mivel a három minta azonos módon hűlt, ezért az eltérő feszültség- és félerétekszélesség-eredmények az összetétel-változásból adódó szöveti különbségekből adódnak, nem termikus, hanem átalakulási feszültségek. Ez szintén az elméletünket erősíti, hogy a félerétekszélesség változása, jelen esetünkben a növekedése, a nagyobb martenzithányadnak, illetve a nagyobb karbon tartalomnak köszönhető, ami a dekarbonizáció egyértelmű bizonyítéka a felületközeleli rétegben. Vagyis a félerétekszélesség változása egy megbízható, jól mérhető paraméter a dekarbonizáció jelenlétének kimutatására.

Összefoglalás

Kutatómunkánk során az acélokban végbemenő dekarbonizációs folyamat vizsgálatára dolgoztunk ki egy új, mintakivágást nem igénylő, roncsolásmentes vizsgálati módszert. A maradó feszültség mérésére kifejlesztett központ nélküli diffraktométerek a nagy (120° feletti) 2θ szög tartományban nagy felbontással képesek az interferenciajelet és annak változását rögzíteni, mely jel információtartalma túlmutat az elsőrendű feszültségek meghatározásán. A harmadrendű feszültség a kristályszerkezet nulla és egy dimenziós hibáinak jelenlétére vezethető vissza, a diffrakciós jel szélesedését okozzák, melyet szintén nagy felbontással tudunk ezen eszközökkel mérni. Mivel a dekarbonizációs folyamat során változik a felületközeleli rétegekben a karbon tartalom, ezáltal a rácshiba sűrűsége is, ami a detek-

tált jel szélesedését okozza [3, 4]. A maradó feszültség méréseket sok esetben nemcsak a felületen, hanem elektrokémiai oldással a felület alatti rétegekben is szokásos meghatározni, így a dekarbonizálódott rétegvastagság röntgendiffrakciós alapokon történő meghatározásához adottak az instrumentális feltételek. Különböző hőntartási időkkel 900 °C-on dekarbonizált próbadarabokat készítettünk, melyen az Xstress Robot központ nélküli diffraktométerrel maradó feszültség méréseket végeztünk. A feszültségmérésen túl az interferenciafüggvény egyéb jellemzőit, mint a félértékszélesség változását is vizsgáltuk. A röntgendiffrakciós vizsgálat mellett keménységfutas- és szövetvizsgálatot is végeztünk. Megállapítottuk, hogy a röntgendiffrakciós vizsgálati módszer akkor is jelzi a dekarbonizáció tényét, ha az csak olyan mértékű, hogy szöveti változást még nem okoz. Az előzetes feltételezésünk is bizonyítást nyert, miszerint a félértékszélesség megbízhatóan jelzi a dekarbonizáció jelenlétét. Eredményeink egyik legfontosabb üzenete, hogy a dekarbonizációból eredő szöveti változás, vagyis a kisebb keménységű ferrit, perlit szövet megjelenése nemcsak a keménységet csökkenti, de a nagyon veszélyes húzófeszültség megjelenését is okozza.

A jövőbeni terveink, hogy a vizsgálatainkat a dekarbonizáció szélsőértékei irányába szeretnénk kiterjeszteni, illetve az így felállított kalibrációs görbét cementálási folyamatokkal is ellenőrizni kívánjuk.

Köszönetnyilvánítás

A cikkben ismertetett kutatómunka az EFOP-3.6.1-16-2016-00011 jelű „Fiatalodó és Megújuló Egyetem – Innovatív Tudásváros – a Miskolci Egyetem intelligens szakoso-

dást szolgáló intézményi fejlesztése” projekt részeként – a Széchenyi 2020 keretében – az Európai Unió támogatásával, az Európai Szociális Alap társfinanszírozásával, valamint az információs és technológiai minisztérium ÚNKP-19-2 kódszámú új nemzeti kiválóság programjának szakmai támogatásával valósult meg.

Irodalom

- [1] *Sepsi, M., Mertinger, V., Benke, M.* (2019): Sample cutting-free pole figure measuring method for centreless diffractometers in modified X mode. *Materials Characterization*, 351–357.
- [2] *Totten, G. E.* (2007): *Steel Heat Treatment Metallurgy and Technologies*. USA: CRC Press Taylor & Francis Group.
- [3] *Bárczy, P., Fuchs, E.* (1981): *Metallográfia I.* Budapest: Tankönyvkiadó.
- [4] *Krawitz, A. D.* (2001): *Introduction to Diffraction in Materials Science and Engineering*. New York: John Wiley & Sons.
- [5] *Davis, J. R.* (1991): *ASM Handbook 4 Heat Treating*. USA: ASM International.
- [6] *Verő, J., Káldor, M.* (1971): *Vasötvözetek fémtana*. Budapest: Műszaki Könyvkiadó.
- [7] *Haimbaugh, R. E.* (2001): *Practical induction heat treating*. Ohio USA: ASM International.
- [8] *Tuskó, L., Végvári, F.* (1997): *Anyagvizsgálat*. Kecskemét.
- [9] *Cseh, D.* (2018): *Maradó feszültség relaxációja fásztó igénybevétel közben*. Miskolci Egyetem: PhD-értekezés.

GYÖRKE RÉKA – SZÓRÁDI SÁNDORNÉ – MÁRKUS GÁBOR – NAGY ANDREA – TÖRÖK BÉLA – TÖRÖK TAMÁS ISTVÁN

Nagylózs, Szentpéteri-dűlő 6. századi temetőjéből származó nemesfém leletegyüttes felületkezelésének metallurgiai vonatkozásai

A fémművesség kialakulásával, később a kohászati/metallurgiai műveletekkel, a fegyvergyártástól a dísztárgyak és ékszerek készítéséig, nagyon sokféle fémtermék előállítására és felületkikészítésére adott feladatot a szakmák mestereinek. Az évszázadokkal ezelőtt gyártott fémtermékek ma már jobbára csak régészeti leletekként kerülnek elő olyan ásatásoknál, mint amilyen az M85 gyorsforgalmi útépítéshez kapcsolódóan folyt Győr-Sopron-Moson megyében a Nagylózs, Szentpéteri-dűlő régészeti lelőhelyen. A feltárt 6. századi temetőrészlet gazdag leletanyagából arany, aranyozott és ezüst viseleti tárgyak is előkerültek, melyek elemzésénél néhány metallurgiai és felülettechnikai, illetve felületvédelmi kérdés is felmerült.

Bevezetés

A M85 gyorsforgalmi út kivitelezést megelőző régészeti kutatások során 2018-ban Nagylózs település határában kora népvándorlás kori temetőt tártak fel. A 6. században itt élt germán népesség 106 temetkezési helyét tárta fel a győri Rómer Flóris Művészeti és Történelmi Múzeum régészeti

osztályvezetője, Nagy Andrea által koordinált csapat, Márkus Gábor és Cséki Andrea régészek vezetésével. A halottakat gazdagon felékszerezve, esetenként fegyvereikkel együtt helyezték végső nyugalomra. Jellegzetes leletek voltak az S alakú aranyozott és az állatfejes gombokban végződő ezüst- és bronzfibulák, illetve övcsatok [1].

A leletanyag részletes és beható elemzése egyrészt