

SEPSI MÁTÉ – BENKE MÁRTON – HLAVÁCS ADRIENN – MERTINGER VALÉRIA

Új, roncsolásmentes kristálytani anizotrópia vizsgálati módszer

A textúra jellemzése az ipari felhasználás során főleg a mélyhúzásra szánt alapanyaggyártásnál kulcskérdés. Hagományos textúramérés laboratóriumi környezetben megvalósítható módszer, melynek a legfőbb korlátja a minta mérete és geometriája. Ez pedig a goniométer rögzített mivoltából, és az Euler-bölcső befoglaló méreteiből fakad. A maradó feszültség mérésére kifejlesztett röntgendiffraktométereknél az egyik legfőbb konstrukciós szempont, hogy a változatos geometriájú és méretű alkatrészeket akár ipari körülmények között is roncsolásmentesen (mintakivágás nélkül) lehessen velük vizsgálni. A maradó feszültségmérés és a textúramérés közti hasonlóságot kihasználva kidolgoztunk egy vizsgálati módszert központ nélküli diffraktométerre, aminek segítségével roncsolásmentesen tudunk anizotrópia jellemzést megvalósítani.

A kristálytani anizotrópia fogalma, jelentősége és meghatározásának módjai

Textúrának nevezzük a polikristályos fémekben a kristályok orientációjának a véletlenszerűtől való eltérését [1]. A kristályok nem véletlenszerű orientációja anizotróp (térben irányfüggő) tulajdonságokat eredményez. Az anizotrópiának kitüntetett gyakorlati jelentősége például a mechanikai és a mágneses tulajdonságoknál van. Az 1. ábra mágnesezési irányfüggésre, míg az 1. táblázat a rugalmassági modulus függőségére mutat példát.

1. táblázat. Tiszta fémek rugalmassági modulus értékének irányfüggése [4]

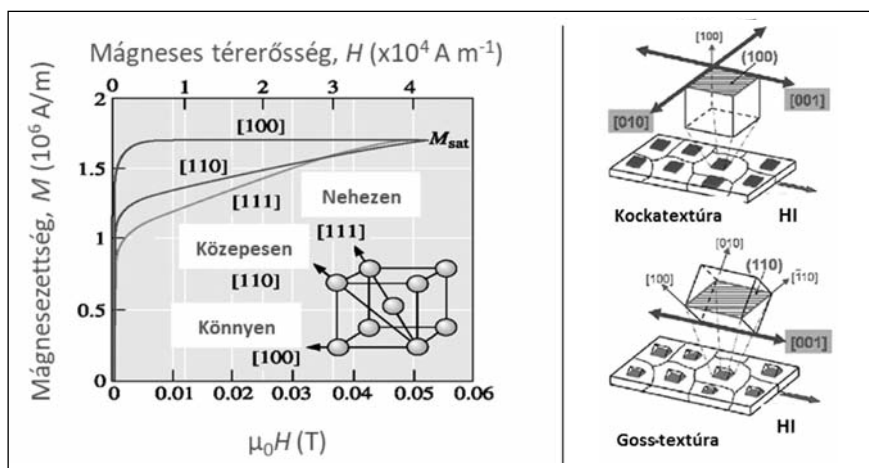
Fém	Rugalmassági modulus, GPa		
	[100]	[110]	[111]
Al	63,7	72,6	76,1
Cu	66,7	130,3	191,1
Fe	125	210,5	272,7

A létrehozó technológiától függően megkülönböztetünk alakítási, újrakristályosodási és öntési textúrát. Az önté-

Sepsi Máté szakmai életrajzát 2016/3. számunkban közzeltük.

Dr. Benke Márton és Hlavács Adrienn szakmai életrajzát 2019/1. számunkban közzeltük.

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



1. ábra. Transzformátorlemezek mágnesezési görbéjének függése a kristálytani iránytól [2] és a hozzá tartozó nevezetes Goss- és kockatextúrák [3]

si textúra alakulását a hőelvonás iránya, illetve a csíráképződési feltételek szabják meg, hogy a szilárd fázis szemcséi milyen irányban növekednek. Az alakítási textúra létrejöttében nagyon fontos szerepet játszik a diszlokációs csúszás, ami a fémekben az atomsíkok elmozdulását, valamint a szemcsék alakváltozását eredményezi [5, 6, 7]. A diszlokáció csúszása okozta atomsík-elmozdulás kitüntetett rácssíkon, kitüntetett irányban zajlik. A fentebb említettek alapján, ha a fémet alakítjuk, a kristályok a számukra kedvező pozícióba fordulnak, így anizotrópiát okozó kristályorientáció jön létre. A kristálytani textúra egyik leglátványosabb hatása a mélyhúzásnál je-

lentkeznek, ahol a félkész termék vastagságát meleg- vagy hideghengerléssel érik el (pl. lemez). A félkész terméket erős alakítási textúra jellemzi, emiatt erős az anizotrópiája, ami a mélyhúzásnál fülesedést okoz (2. ábra). Az erős alakítási textúra csökkentése érdekében alkalmazhatunk lágyító hőkezeléseket, azonban a lágyító hőkezelések során számolni kell az újrakristályosodási textúra létrejöttével. Az újrakristályosodott szerkezet is anizotróp lesz, mivel az újrakristályosodás is kitüntetett síkok mentén fog végbemenni. A minimális fülesedést az alakítási és újrakristályosodási textúra kombinációjával valósíthatjuk meg. Az 1. ábra transzformátorleme-

zénél mutatott nagy gyakorlati jelentőséggel bíró Goss-textúra is melegalakítással hozható létre. Annak ellenére, hogy az elmúlt 50 évben intenzíven kutatott terület volt ezen textúra kialakulása, még a mai napig is vannak nyitott kérdések [8].

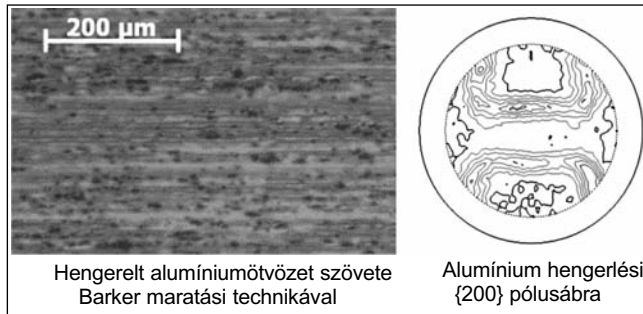
A kristálytani anizotrópiát gyakran összekeverik a szemcsealak (morfológiai) anizotrópiával, mely szintén jellemzően hidegalakításkor alakul ki és mikroszkópi képeken is jól láthatóvá tehető. Vannak olyan metallográfiai módszerek, amelyek a kristálytani anizotrópiát és a morfológiai anizotrópiát próbálják jellemezni. Ilyen például az alumíniumötvözeteknél alkalmazott Barker színes maratási technika, aminél a különböző irányítottaságú szemcséken különböző vastagságú csapadék képződik, melyet polarizált fényben különböző színűnek látunk. Erre mutat példát az egyik mintadarabról a 3. ábra. Az azonos orientációjú

szemcsék azonos szűrkeségi fokúak. A Barker-maratás által nyújtott kvalitatív információ nem bizonyul elégségesnek azoknál a problémáknál, ahol a kristálytani textúrának jelentős szerepe van, ilyenkor kvantitatív módon kell meghatározni azt. Erre egy lehetséges mód, amivel kísérletet tehetünk: meg kell határozni egy kötött koordináta-rendszert, amiben az egyes szemcsék orientációját értelmezni tudjuk. Ezt a koordináta-rendszert célszerű a mintához rendelni, mégpedig úgy, hogy a koordináta-rendszer tengelyei egybeessenek a minta jellemző irányjaival. Így egy hengerelt mintánál értelmezhető hengerlési irány (HI), keresztirány (KI), és normálirány (NI). Ebben a kötött koordináta-rendszerben egy szemcse orientációját úgy értelmezzük, hogy a szemcsét annak egy elemi cellájával helyettesítjük, és ezen elemi cella valamely (hkl) síkjának normálisát jellemezzük a 4. ábra szerinti módon az α -, β - és γ -szögek segítségével.

Az α -szög nem más, mint a (hkl) sík normálisának a minta NI-vel bezárt

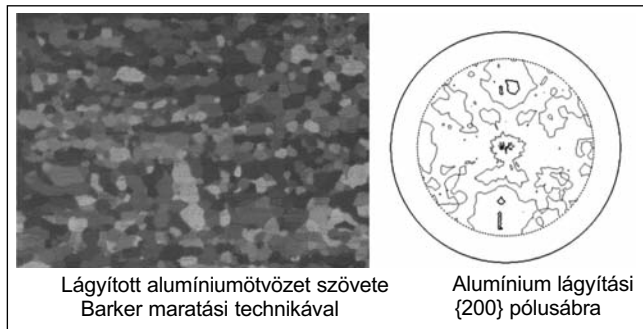


■ 2. ábra. Fülesedés megjelenése mélyhúzásnál (saját felvétel)



Hengerelt alumíniumötvözet szövete Barker maratási technikával

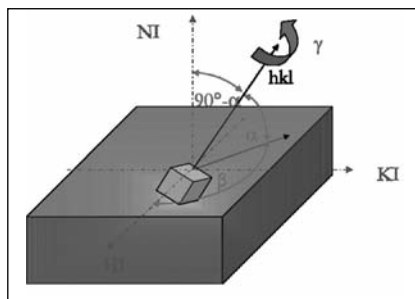
Alumínium hengerlési {200} pólusábra



Lágyított alumíniumötvözet szövete Barker maratási technikával

Alumínium lágyítási {200} pólusábra

■ 3. ábra. Textúra jellemzése alumíniumban



■ 4. ábra. Elemi cella pozíciójának megadása hengerelt lemezen [9]

($90^\circ - \alpha$) szög komplementer szöge, a β -szög a (hkl) sík normálisának a HI és KI által meghatározott síkban HI-vel bezárt szöge, valamint γ -szög, ami a (hkl) sík normálisa körüli forgatásként értelmezhető. Amennyiben polikristályos az anyagunk, ugyanezen paraméterekkel jellemezhető valamennyi szemcséje. Ezen értelmezés szerint elviekben egy polikristályos anyag valamennyi kristályának orientációja megadható a $T^*(\alpha, \beta, \gamma, hkl)$ sűrűségfüggvénnyel. Azonban a gyakorlatban megvalósítható mérés technikákkal ezen értelmezés kiegészítésre szorul.

Nem véletlen az, hogy ez a megközelítés a kristály orientációját, annak egy elemi cellájának valamely síkjával és annak normálisával jellemzi. A diffrakciós módszereknél ezen (hkl) síkok, egészen pontosan {hkl} síkrendszer térbeli eloszlása mérhető. Azonban a gyakorlati mérés technikával csak az α - és β -szögek határozhatók meg, a γ -szög szerinti elfordulás egy bizonytalanságként jelentkezik. Így azonban, a már ismert $T^*(\alpha, \beta, \gamma, hkl)$ függvény szerinti ábrázolási mód nem alkalmazható. Helyette $T^*(\alpha, \beta, hkl)$ ábrázolási módot választhatunk, ami egy félkvantitatív textúrajellemzés, az így kapott függvényünk pedig a pólusábra, mely a mérnöki gyakorlatban talán a leggyakrabban alkalmazott anizotrópia jellemzési mód. A 3. ábra a hengerelt és az újrakristályosodott alumíniumlemez {200} síkrendszeréről készült pólus-

ábráját mutatja. A pólusábra konvencionális felvétele során a mintát döntjük és forgatjuk, és detektáljuk az adott síksorozatról diffraktált interferenciafüggvény intenzitásváltozását. Ehhez a mintát a konvencionális diffraktométer mintatartójába kell helyezni, ami egy kb. 40 mm átmérőjű, maximálisan 10 mm vastagságú lemez befogására képes, ami azt jelenti, hogy a mintát roncsolásosan kell kivágni. Ez sok esetben, például értékes mintadarab esetén nem lehetséges. Ezért dolgoztuk ki a roncsolásmentes pólusábra mérési módszert központ nélküli röntgendiffraktométerre.

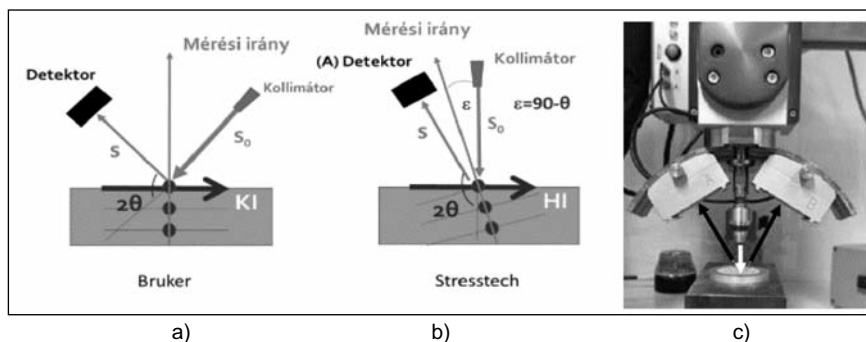
Teljes pólusábra felvételére alkalmas textúra mérési módszer kidolgozása központ nélküli röntgendiffraktométerre

A hordozható feszültségmérő diffraktométerek központ nélküliek, vagyis nem a minta, hanem a berendezés mozgását valósítják meg. Ez adta az ötletet, hogy ezt a berendezéscsaládot alkalmazzuk anizotrópia vizsgálat-

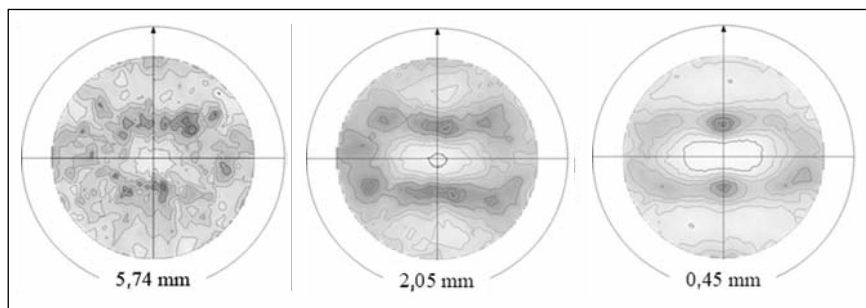
ra is anélkül, hogy roncsolnánk a darabot. Hogy a két módszer közötti átjárás miért nem nyilvánvaló és triviális, azt az 5. ábra mutatja. Azzal, hogy a központ nélküli diffraktométernél a sugár merőlegesen esik a minta felületére, a mért síksorozat normálisával (ami nem más, mint a mérési irány) a minta felületének normálisával ε -szöget zár be. Konvencionális diffraktométernél ugyanazon Miller-indexű síksorozatok közül azokat fogjuk detektálni, amelyek normálisai megegyezik a minta felületének normálisával. Vagyis a két mérés során nem azonos pozícióban lévő síksorozatokat detektálunk, így a két módszerrel meghatározott térbeli eloszlásfüggvény különbözi fog.

Kutatómunkánkban azt tűztük ki célul, hogy meghatározzuk azokat az összefüggéseket, amelyek segítségével elvégezhető a központ nélküli diffraktométerrel a mérés ugyanazon pozícióban lévő síksorozatok detektálásával, mint konvencionális mérés esetében. Ezen összefüggések meghatározása a lehetséges goniométer elrendezési összeállításokra megtörtént [10]. Jelen munkánkban egy olyan ipari felhasználású, gyakorlati példát mutatunk be, ahol a teljes pólusábra meghatározására nincs is szükség. A 2. ábrán mutatott fülesedés jelenségét szabványosított csészehúzó próbával lehet jellemezni. A próbát viszont 3 mm-nél vastagabb lemezből már nem lehet elvégezni, ezért felmerült az igény az ilyen vastag lemezek fülesedésének becslésére. A becsléshez szükséges számításokhoz a pólusábra jellegzetes met-szeteinek a felvétele is elegendő.

Ha megvizsgáljuk az 5. ábra szerinti sugármenetet, akkor a következőkre lehetünk figyelmesek. A konvencionális X mód során $\varphi = 0^\circ$ forgatás mellett az X tengely és a KI egybeesnek, ezért, ha e tengelyek mentén döntünk, a mérési irányunk a HI mentén változik. Ahhoz, hogy a mérési irány az általunk használt központ nélküli diffraktométer Ω módjában is a HI-ba változzon, a mintánkat úgy kell pozícionálni, hogy a HI és az Ω módban felhelyezett detektorok síkja egy síkba essen. Ekkor a mérésünket valóban ugyanabban a



5. ábra. Sugármenet konvencionális (Bruker) és központ nélküli (Stresstech) goniométerben



6. ábra. Hengerelt 3103 típusú alumíniumötvözet {222} pólusábrái különböző vastagságcsökkenés után (5,74–0,45 mm)

síkban hajtjuk végre. Azonban ezen feltétel teljesítése még nem elegendő, ugyanis – amint azt az 5. ábra szemlélteti – $\omega' = 0^\circ$ döntés mellett ε értékkel tér el a mérési iránya a $\chi = 0^\circ$ döntéshez képesti mérési iránytól, ami a konvencionális konfiguráció 0 döntési pozíciójának felel meg. Fontos azonban megemlíteni, hogy maradó feszültség mérésére kifejlesztett berendezések Ω módjának sugármenete nem azonos a konvencionális diffraktométerek Ω módjának sugármenetével. A konvencionális berendezések esetében ω a primér nyaláb és a minta felülete közötti szög, míg jelen esetben ω' a minta felületének normálisával

és a primér röntgennyaláb által bezárt szög. Itt $\omega' = 0^\circ$ a kiinduló állapot, és ekkor a mérési irány a minta normálisával ε -szöget zár be. Következésképpen, szoftveresen is ehhez a kiinduló állapothoz képest lehet megadni a „Tilt Angles” név alatt a döntésszögeket pozitív és negatív tartományban. Az ε -szöget a Bragg-szögből származtatjuk. Mivel a primér és diffraktált nyaláb által bezárt szög a 2θ komplementer szöge így a

$$\varepsilon = (180 - 2\theta) / 2 \quad (1)$$

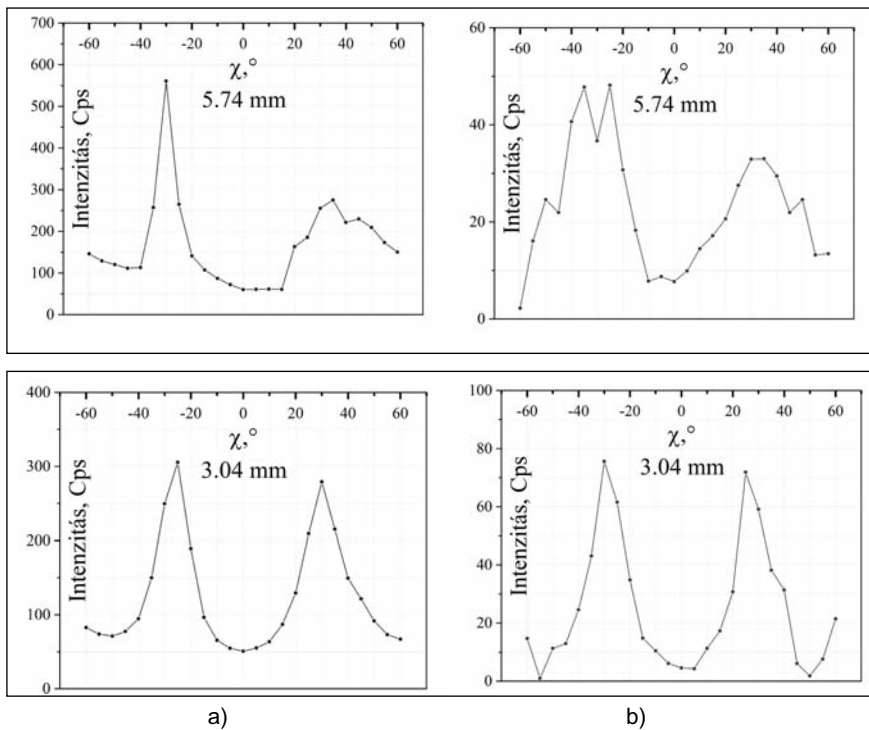
szerint alakul. Ezen összefüggés ismeretében egy tetszőleges χ -szög a

$$\chi_i = \pm \omega' i \pm \varepsilon \quad (2)$$

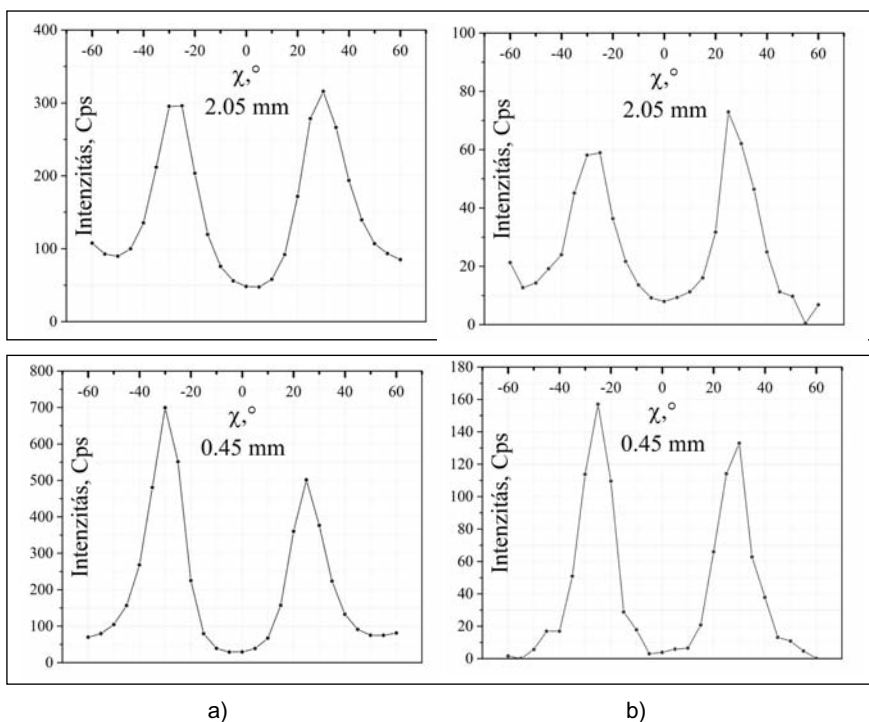
szerint számolható, annak függvényében, hogy a diffraktált nyaláb hol helyezkedik el a primérhez képest. Az 5. ábra c) képén jól látszik, hogy a G3R diffraktométeren két detektor van. Mérés közben lehetőségünk van csak az egyik,

2. táblázat. A pólusábra-mérések körülményei

Vizsgáló berendezés	Bruker D8 Advance	Xstres G3R
Vizsgált minta jelölése:	H17	H17
Anyaga:	Alumínium	Alumínium
Termomechanikus kezelés állapota:	Hidegen hengerelt	Hidegen hengerelt
Bragg-pozíció (311);(222):	94,2°; 99,8°	156,19°
Alkalmazott sugárforrás:	Co röntgencső	Cr röntgencső
Gyorsító feszültség; fűtőáram:	40 kV; 40 mA	30 kV; 8 mA
Kollimátor:	Bragg-szögtől függ 20*(1-3) mm	5 mm
Expozíciós idő:	5 s	2 s



■ 7. ábra. Hengerelt 3103 típusú alumíniumötvözet {222} pólusábráinak hengerlési irányú χ -metszetei a) konvencionális; és b) központ nélküli diffraktométerrel meghatározva különböző vastagságcsökkenés (5,74–3,04 mm) után



■ 8. ábra. Hengerelt 3103 típusú alumíniumötvözet {222} pólusábráinak hengerlési irányú χ -metszetei a) konvencionális; és b) központ nélküli diffraktométerrel meghatározva különböző vastagságcsökkenés (2,05–0,45 mm) után

vagy mindkét detektort aktívvá tenni. Az Ω mód esetén a mérési irányok eltérők (egymás inverzei) a két detektorra. Amennyiben az „A” detektor által mért reflexiót vizsgáljuk, úgy az ε előjele negatív, ha a „B” detektorét, akkor

az ε a pozitív, az ω pozitív és negatív előjellel egyaránt rendelkezhet egy mérés során.

Ezen összefüggések elegendőnek bizonyultak, hogy bizonyítsuk feltevé-
sünk, mely szerint a központ nélküli

maradó feszültség mérésére kifejlesztett berendezéssel is vizsgálhatók ugyanazon mérési irányok, mint a konvencionális berendezésekkel, és validáló χ -metszeteket készíthetünk. Méréseinket először a Bruker D8 Advance központos diffraktométerrel kezdtük, és kimértük azokat a reflexiókhoz tartozó pólusábrákat, mely reflexiót a Xstress G3R is lát. A vizsgálatok körülményeit a 2. táblázat foglalja össze. A konvencionálisan meghatározott pólusábrákat a különböző vastagságúra hengerelt lemez esetén a 6. ábra mutatja. Ezen χ -metszetek értékeit pedig a konvencionális és a központ nélküli mérési módszerrel meghatározva a 7. és a 8. ábra mutatja.

Az így, akár roncsolásmentesen meghatározott χ -metszet értékekből egy már korábban bemutatott módszer segítségével [11] a fülesedés értéke becsülhető. Egy ilyen diagramot mutat be a 9. ábra.

Összefoglalás

Munkánkban egy általunk kidolgozott roncsolásmentes textúramérési módszert és annak ipari alkalmazását mutattuk be. A módszer segítségével nagy értékű és/vagy roncsolásos mintavételi eljárás nélkül tudunk pólusábrát, vagy annak speciális metszeteit felvenni. A bemutatott vizsgálat sorozat eredménye szerint az új és konvencionális vizsgálótechnikával teljesen egyenértékű eredmények kaphatók. A mérési módszer segítségével vastagabb lemezek fülesedésének becslése is lehetséges. A vizsgálati módszer jövőbeni alkalmazását nagy értékű, szupravezető nióbbium termomechanikus kezelésének monitorozására kívánjuk használni a Miskolci Egyetem és a CERN közötti együttműködés keretében megvalósuló kísérletek során.

Köszönetnyilvánítás

A cikkben ismertetett kutatómunka az NKFIH K119566 projekt és az EFOP-3.6.1-16-00011 jelű „Fiatalodó és Megújuló Egyetem – Innovatív Tudásváros – a Miskolci Egyetem intelligens szakosodást szolgáló intézményi fejlesztése” projekt részeként – az Európai Unió támogatásával, az Európai

Szociális Alap társfinanszírozásával valósul meg.

Irodalom

[1] Bárczy, P., & Fuchs, E. (1981). Metallográfia I. Budapest: Tankönyvkiadó

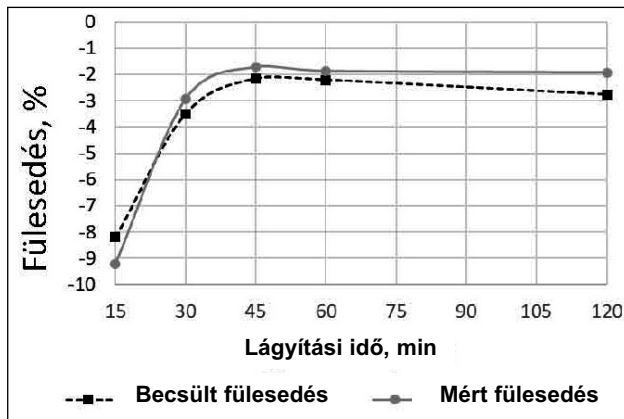
[2] Callister, W. D. (2007). Material Science and Engineering, an Introduction. USA: John Wiley & Sons

[3] Raabe, D. (2016). <http://www.dierk-raabe.com/>. Forrás: <http://www.dierk-raabe.com/>

[4] Callister, W. D. (2007). Material Science and Engineering, an Introduction. USA: John Wiley & Sons

[5] Kocks, U. F., Tomé, C. N., & Weng, H. R. (1998). Texture and anisotropy. UK: Cambridge University Press

[6] Engler, O., & Randle, V. (2010). Int-



■ 9. ábra. Lágyított 3103 típusú alumíniumötvözet fülesedésének becslése a pólusábrák χ -metszetei alapján

roduction to texture analysis. CRC Press

[7] Suwas, S., & Ray, K. R. (2014). Crystallographic Texture of Materials. London: Springer-Verlag

[8] Domer, D., Zaefferer, S., Lahn, L., & Raabe, D. (2006). Overview of Mic-

rostructure and Microtexture Development in Grain-oriented Silicon Steel. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 183–186.

[9] Krawitz, A. D. (2001). Introduction to Diffraction in Materials Science and Engineering. New York: John Wiley & Sons

[10] Sepsí M, Hlavács A, Mertinger V, Benke M. (2018) Industrial application of a quick, non-destructive anisotropy characterisation method IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. 426 012042

[11] Benke, M., Hlavács, A., Piller, I., & Mertinger, V. (2019). Lemezek fülesedése és a {h00} pólusábrák közötti kapcsolat. BKL Kohászat, 152(2019/1), 36–39.

KERESZTES ZOLTÁN – SZABÓ PÉTER JÁNOS

DMLS technológiával gyártott 316L orvostech- ikai acél mágneses tulajdonságainak vizsgálata

A 316L acél egy olyan speciális korrózióálló acélfajta, amit gyakran alkalmaznak az orvostech-
nikában. Ennek oka az olyan tulajdonság, mint a biokompatibilitás, allergiamentesség, és ausztenites szerkezetéből fakadóan nem rendelkezik mágneses tulajdonságokkal. Ezen előnyös tulajdonságok egyike megváltozhat, amennyiben a manapság egyre jobban teret hódító DMLS (Direct Metal Laser Sintering, Direkt Fém Lézer Szinterelés) additív gyártástechnológiát választjuk. A por alapanyagot a munkaasztalra terítve lézer segítségével szintereljük. A folyamat végén egy egyedi, komplex geometriájú munkadarabot kapunk, amely hajlamos mágneses tulajdonságokat mutatni a por alapanyaggal szemben. Az orvostech-
nikában jóformán lehetetlen megfelelő számú és minőségű kritériumot állítani az alkalmazott fémekkel szemben, de a mágneses jelenségek fennállása az alapanyag azonnali kizárását vonja maga után. Jelen publikáció a DMLS technológia bemutatása mellett az említett berendezéssel gyártott próbatest mágneses tulajdonságait vizsgálja. Az összehasonlíthatóság miatt egy hagyományosan készített 316L munkadarabot is azonos kísérleti körülmények között vizsgáltunk meg. Az EOS M 100 piacvezető DMLS technológiát alkalmazó berendezésével 20 μm szemcseméretű 316L por alapanyagból készítettük a próbatesteket. A technológiai paraméterekhez a $\varnothing 100 \times 95$ mm hengeres munkatér, 71 W-os Yb-lézer, 821 mm/s szkennelési sebesség és 20 μm vastagságú rétegek tartoztak. A gyártás Ar-gáz környezetében történt. A mágneses mérésnél mindkét típusú próbatestet először le-
mágneseztük. Ezután a mágneses indukció és a mágneses térerősség mérésével felvettük a hiszterézisgörbéket, majd folyékony nitrogénben történő próbatesthűtés után ismételtük a méréseket.

Bevezetés

Korrózióálló acélokat széles körben használnak az ipar számos területén. A ferrites és martenzites acélok ferromágnesesen viselkednek, míg az ausztenites acél paramágneses

anyag [1]. Munkánkban az utóbbi típusal, a 316L ausztenites, korrózió-
álló acéllal foglalkozunk. Felhasználását tekintve széles körben megtalálhatóak olyan területeken, mint az épületgépészet, autóipar, háztartási eszközök, hadiipar, orvostech-
nika [2].

Minden felhasználási terület magában foglalja a sajátos követelményeit, de az orvostech-
nika speciális eset, lényegében a biológia és a mérnöki tudományok összekapcsolása, ahol egy ősi álom elérése a cél. Ez a feladat pedig az, hogy bármilyen nem megfe-