

A. FRANCESCHINI<sup>(1)</sup> – F. RUBY-MEYER<sup>(2)</sup> – F. MIDROIT<sup>(2)</sup> – B. DIAWARA<sup>(3)</sup> – S. HANS<sup>(3)</sup> – T. POULAIN<sup>(3)</sup> – C. TREMPONT<sup>(3)</sup> – E. HENAULT<sup>(3)</sup>

## Gyengén ötvözött acélok zárványvizsgálati technikáinak áttekintése

*Az acélok tulajdonságait a zárványok mennyisége, mérete és eloszlása egyaránt befolyásolja; ezeknek a paramétereknek a megbízható meghatározása azonban a zárványok kis mennyisége és mérete miatt nehéz feladat. A szerzők hagyományosan gyártott és átolvasztott acéلبól készült próbatesteken vizuális (fénymikroszkópos és scanning elektronmikroszkópos) módszerekkel, ultrahangos vizsgálatokkal, ill. az eredményeket felhasználó modell segítségével vizsgálták a zárványok két- és háromdimenziós méreteloszlását. Az eredményeket fárasztóvizsgálatokkal támasztották alá.*

### Bevezetés

Az acélipari vállalatok és kutatóintézetek folyamatosan fejlesztik a repülőipar és az autóipar számára a nagy tisztaságú acélokat. A kis zárványtartalom eredményeképpen ezekkel az acélokkal jelentős súlycsökkentés, ill. a mechanikai jellemzők, elsősorban az élettartam javulása érhető el. A hagyományos módszerek azonban a lehetőségeik határára értek az acélok tisztaságának meghatározását illetően. A 10 MHz-es ultrahangvizsgálattal például (amelyet a bugák, vagy öntecsek vizsgálatánál alkalmaznak), csak a több száz mikron méretű zárványok észlelhetők. A mikrozárványok metallográfiai csiszolatokon fény- vagy scanning elektronmikroszkóppal jól jellemezhetők, de a kis észlelési valószínűség miatt ezek sem alkalmasak az adagok biztos besorolására.

A nehézségek ismeretében ezeket

az anyagokat legtöbbször fárasztóvizsgálatoknak vetik alá, ezáltal a belőlük készülő alkatrészek tényleges teljesítményéről nyernek információkat. Az ilyen vizsgálatok hosszadalmasak (5-10 millió ciklus) és költségesek, ezért alternatív módszereket dolgoztak ki a gyengén ötvözött acélok zárványosságának jellemzésére.

A tisztaság meghatározására kombinált vizsgálatokat végeztünk, nagy látóterű fénymikroszkópos képelemzést és nagyfrekvenciájú (80 MHz) ultrahangos vizsgálatokat alkalmazva. A metiS szoftver alkalmazásával virtuális próbatesteket képeztünk, ezeken modelleztük a zárványok legvalószínűbb méreteloszlását, a legnagyobb zárványméret előfordulásának valószínűségét pedig szélsőérték-analízis (Extreme Value Analysis) alkalmazásával vizsgáltuk. Végül fárasztóvizsgálatokat végeztünk a törést előidéző zárványok azonosítása céljából. Az eredményeket összehasonlítottuk a zárványvizsgálatok eredményeivel hagyományos és átolvasztással gyártott acéloknál.

### Anyagok és módszerek

A vizsgált anyag olyan gyengén ötvözött acél (1. táblázat), amelynél fontos követelmény a nagy tisztaság. Számos vizsgálati módszer értékelésére került sor két különböző technológiával előállított anyagon: hagyományos gyártás azt követő átolvasztással, illetve anélkül; ezekben nagyon eltérő zárványpopulációk alakultak ki. Az acél tisztaságát hőkezelt, 1300 MPa szilárdságú rúdacélokon vizsgáltuk.

Az egyik leggyakoribb módszer az acélok zárványosságának meghatározására a fénymikroszkópos vizsgálat képelemző rendszerrel kiegészítve. Az eljárás azon alapul, hogy a zárvány és a fémes mátrix eltérő kontraszttal jelenik meg. Fő előnye, hogy gyors automatikus méréseket lehet vele végezni még nagyobb területen is. Lehetővé teszi a zárványok típus szerinti besorolását (szulfid, oxid vagy nitrid) a szürkeség, méretek és alak alapján. Ennek a vizsgálatnak a során 5000 négyzetmilliméter területet értékeltünk a zárványsűrűség meghatározására; a detektálás alsó határa 3 µm volt.

A zárványok jellemzését téremisziós scanning elektronmikroszkóppal végeztük (FEG-SEM), amelyet energiadiszperzív spektroszkópiával (EDS) és képelemzővel kombináltunk. Az azonosítás a nemfémes zárványok és a fémes mátrix közötti kontrasztkül-

<sup>(1)</sup>RT M2P, <sup>(2)</sup>Ascometal, <sup>(3)</sup>Aubert, <sup>(4)</sup>Datamet  
A 10. Nemzetközi Clean Steel Konferencián (Budapest, 2018. szeptember 18–20.) elhangzott előadás fordítása.

Fordította dr. Tardy Pál

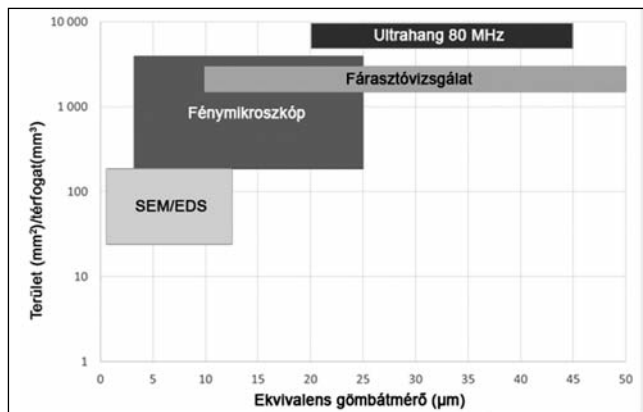
1. táblázat. A vizsgált anyag kémiai összetétele, %

| C   | Si  | Mn  | Ni  | Cr  | Mo   | V   | Al   | S (ppm) |
|-----|-----|-----|-----|-----|------|-----|------|---------|
| 0,4 | 0,3 | 0,5 | 0,2 | 3,0 | 0,85 | 0,3 | 0,01 | < 10    |

lönbségeken alapul. Ezzel az eljárással az oxidok és a nitrdek is megkülönböztethetők. Az EDS segítségével a zárványok összetétele is vizsgálható. A mérési feltételek a következők voltak: 50 mm<sup>2</sup> területen a detektálás határa 0,5 μm, 200 mm<sup>2</sup> területen a detektálás határa 3 μm volt.

Az ultrahangos vizsgálat olyan roncsolásmentes eljárás, amely az ultrahanghullámok terjedésén alapul a vizsgált anyagban. Az ultrahangadót számítógéppel kapcsolják össze. A visszaverődő hanghullámok hátréteget jeleznek, ami lehet a próba alsó fele, vagy az anyagon belüli hiba, pl. zárvány. A számítógép képernyőjén a jel amplitúdója a visszaverődés intenzitását és annak

érkezési idejét, azaz a felülettől mért távolságot jelzi. Ehhez a vizsgálatához 80 MHz frekvenciát alkalmaztunk, így a 20 μm-nél nagyobb zárványokat lehetett detektálni. A vizsgált próbaanyagok a következők voltak: a) 700 °C-on 34 órás megeresztés, hogy így csökkentsek a mikrostrukturából adódó jeleket; b) R<sub>a</sub> < 0,2 μm finomságú polírozás, hogy a felületi egyenetlenségekből eredő reflexiókat elkerüljük. A vizsgált anyagmennyiség kb. 10 cm<sup>3</sup> volt próbatestenként.



1. ábra. A zárványvizsgáló eljárások lehetőségének szemléltetése a zárvány méret, ill. a vizsgált terület/térfogat függvényében

2. táblázat. Egy zárvány detektálásához szükséges minimális terület (mm<sup>2</sup>)

| Zárványátmérő, μm | Hagyományos acélgyártás | Hagyományos gyártás + átolvasztás |
|-------------------|-------------------------|-----------------------------------|
| 3                 | 5                       | 50                                |
| 5                 | 50                      | 250                               |
| 10                | 250                     | 2000                              |
| 15                | 1000                    | 5000                              |
| 20                | 2500                    | 15 000                            |

A meghibásodást okozó zárványokat fárasztóvizsgálatokkal azonosítottuk. Keresztirányú fárasztópróbateteket készítettünk a hengerelt rúdtermékből. Figyelembe véve a rúdanyag átmérőjét, a próbatetek kritikus része pontosan a termék közepére esett. A kalibrált méret 5,6 × 16 mm volt, ami 0,4 cm<sup>3</sup>-nek felel meg. A fárasztóvizsgálatokat hidraulikus gépen végezték, a terhelési arány R (a minimális és maximális feszültség aránya) 0,1, a frekvencia 50 Hz volt. A vizsgálatokat 5 × 10<sup>6</sup> ciklus után leállították. Lehető

ség volt vizsgálatokra a kifáradási határ közelében, ill. nagyobb feszültségek mellett is. Minden próbatest törési felületén fraktográfiai vizsgálatokat végeztünk hagyományos scanning elektronmikroszkóppal és energiadisziperzív (EDS) elemzővel. A törés kiindulási helyén vizsgáltuk a zárványok méretét és összetételét. A törés közelében lévő zárványokat szintén vizsgáltuk.

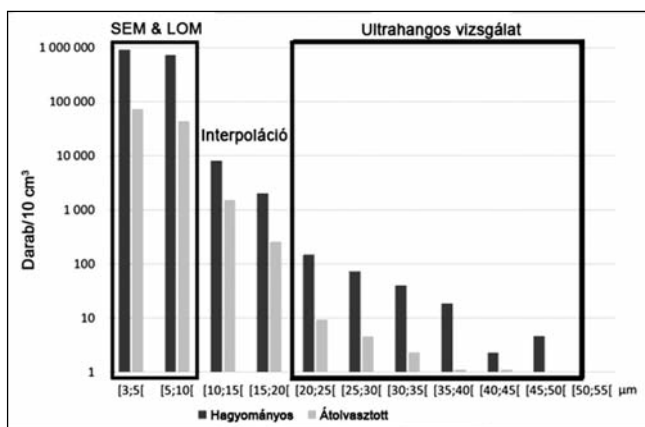
A zárványok méretét mikroszkóppal és ultrahangos módszerrel (80 MHz) vizsgáltuk, a teljes méret szerinti eloszlást pedig a Datamet metiS szoftverrel számítottuk ki [1]. Háromdimenziós (3D) eloszlást modelleztünk 2D-s vizsgálatok alapján 3–10 μm méretű zárványokra, ill. az ultrahangos vizsgálatok esetén a 20 μm-nél nagyobb zárványokra. A két mérettartományra interpolációt végeztünk, így módon a 3–50 μm közötti zárványok méreteloszlását határoztuk meg.

A kapott 3D méreteloszlást virtuális mintaként használtuk különböző 2D vizsgálatokhoz, hogy így módon virtuális szélsőérték-elemzést végezhesünk (1. ábra).

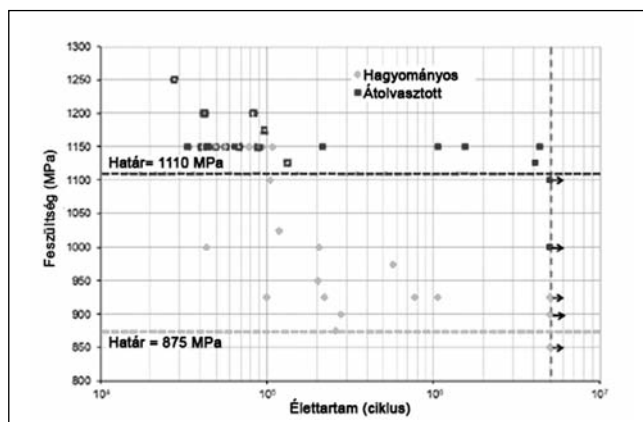
## Eredmények és értékelés

### Zárványűrűség-eloszlás

A 2. ábra a zárványvizsgáló módszereket mutatja be, a detektált zárványok



2. ábra. A 3–30 μm méretű zárványok modellezéssel meghatározott 3D sűrűségeloszlás a két kísérleti anyagban (db/10 cm<sup>3</sup>)



3. ábra. Élettartamadatok a hagyományosan gyártott és az átolvasztott próbaanyagokra (az üres négyzetek az ábrán a repedésképződés adatait mutatják)

mérettartományával a vizsgált terület/térfogat függvényében. A teljes zárványeloszlás meghatározásánál a módszerek kiegészítik egymást.

A 3. ábra a 3–50 µm méretű zárványok modellezett 3D sűrűségeloszlását mutatja a vizsgált acélgyártó eljárásokra.

A zárványsűrűség a zárványok méretétől és az acélgyártási technológia eredményeként kialakult tisztaság függvényében több nagyságrenddel változik. Ezért a felületi és térfogati elemzéseket megfelelő módon kellett alkalmazni. A 2. és 3. táblázatban az egy-egy zárvány észleléséhez szükséges minimális térfogat, ill. felület nagyságát mutatjuk be a két gyártási módra.

Amint a táblázatokban látható, a tisztaság megítéléséhez max. 15 µm méretig hagyományos gyártás esetén legalább 1000 mm<sup>2</sup>, átolvasztott acél esetében legalább 5000 mm<sup>2</sup> vizsgálatára van szükség. Emiatt nagyméretű zárványok előfordulásának vizsgálata esetén nő az igény a vizsgált terület növelésére (nagy látóterű módszer). Hasonlóképpen ultrahangos vizsgálatnál hagyományos gyártású acéloknál a tisztaság megítéléséhez a 20-50 µm méretű zárványok alapján legalább 500 mm<sup>3</sup> vizsgálatára van szükség; ez azonban az átolvasztott acéloknál nem ad megbízható eredményt a 30 µm-nél nagyobb zárványokra.

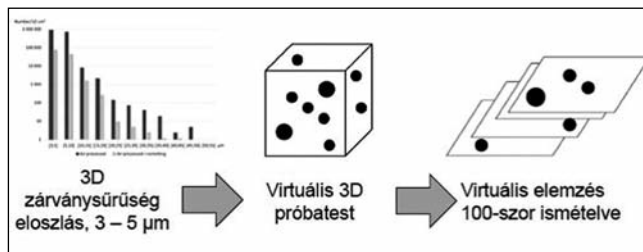
#### A zárványok összetétele és az oxigéntartalom

A zárványok összetételét SEM/EDS elemzéssel, az oxigéntartalmat pedig a hagyományos égetéses módszerrel, O/N elemzővel határoztuk meg (4. táblázat).

Mindkét gyártástechnológia esetén az oxidok teszik ki a zárványok legnagyobb részét. Az átolvasztott acélban az oxidok lényegében spinell típusú zárványok (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-MgO), míg a hagyományos gyártásnál nagy magnéziumtartalmú

**3. táblázat.** Egy zárvány detektálásához szükséges minimális térfogat (mm<sup>3</sup>)

| Zárványátmérő, µm | Hagyományos acélgyártás | Hagyományos gyártás + átolvasztás |
|-------------------|-------------------------|-----------------------------------|
| 3                 | 0,005                   | 0,05                              |
| 5                 | 0,05                    | 0,5                               |
| 10                | 1                       | 10                                |
| 15                | 10                      | 100                               |
| 20                | 50                      | 500                               |
| 30                | 500                     | 10 000                            |



**4. ábra.** A szélsőérték statisztikai elemzésénél alkalmazott módszer

(MgO > 30%) zárványok is előfordulnak.

Szulfidok és nitridek lényegében csak a hagyományosan gyártott acélban fordultak elő, mennyiségük 2-5-ször kisebb volt az oxidoknál. A szulfidok a hagyományosan gyártott anyagokban MnS és CaS keverékei voltak, míg az átolvasztott acélban kizárólag CaS-ok. Kismennyiségű TiN mindkét anyagban előfordult.

A zárványok összetétele és a számított zárványsűrűség alapján kiszámítható a 0,5–50 µm méretű oxidzárványokhoz kötött oxigéntartalom. Ez a hagyományosan gyártott acél esetében az összes oxigéntartalom kb. 50-70%-át teszi ki; az átolvasztott acél esetében ez a részarány sokkal kisebb (< 20%). Valószínű, hogy az átolvasztott acélnál az oxigén nagyobb része vagy oldott állapotban van, vagy nagyon kis méretű (< 0,5 µm) zárványokhoz kötődik. Ezzel magyarázható, hogy a 0,5 µm-nél nagyobb zárványok alapján számított oxigéntartalom

**4. táblázat.** A zárványok összetétele és a teljes oxigéntartalom

|  | Hagyományos gyártás   | Átolvasztás                                       |
|--|---|---|
| Zárványösszetétel (SMS-EDS mérések alapján)                                  | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> – MgO<br>Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> > 30% MgO<br>Izolált CaS-MnS | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> – MgO<br>Kevés CaS |
| Összes O-tartalom  | 6 ppm   | 4 ppm   |
| O-tartalom az oxidok SEM mérésekkel meghatározott méreteloszlásából becsülve | 4 ppm   | 0,5 ppm   |

sokkal kisebb az égetéses technikával elemzetté.

#### Fárasztóvizsgálatok

A fárasztóvizsgálatokat alapvetően két céllal végzik el:

- a vizsgált anyag mechanikai tulajdonságainak meghatározása;
- az anyag zárványosságának a megítélése.

A kétfajta technológiával gyártott acélok kifáradási határa jelentősen eltért, ami a különböző tisztasági foknak a következménye (4. ábra). Nagy terheléseknél azonban (~ 1150 MPa) a két eljárás eredményei közeledni látszanak, és egy görbe felé konvergálnak.

Az eredmények egyértelműen mutatják a zárványosság hatását az igénybevétel függvényében. Ez a repedésképződés és -terjedés viszonylagos jelentőségét szemlélteti az alkalmazott feszültségeknek megfelelően:

- kis feszültségeknél a repedéskeletkezés az élettartam fontos része és a hiba jellegének (belső, vagy felületi hiba, kicsiny vagy nagy zárvány) jelentős szerepe van a mért élettartamban;
- nagy feszültségeknél a repedésképződés gyors és az élettartamot elsősorban a repedésterjedés határozza meg, amely független a keletkezés helyétől.

A két próbaanyag elsősorban a meghibásodást okozó hibák méretében különbözik:

- 5–15 µm méretű, elkülönült zárványok és 100 µm-nél nagyobb zárványsorok a hagyományosan gyártott acélnál;
- az átolvasztott acélnál 10–20 µm méretű, elkülönült zárványok.

A törési felületen talált zárványok kémiai összetétele hasonló a két eljárásnál: elsősorban Al-oxid és Mg-oxid zárványok.

Az oxidzárványsűrűség (elsősorban a 10 µm-nél nagyobbaké) jelentős csökkenése az átolvasztott

anyagánál (3. ábra) összhangban van a nagyobb (+25%) élettartammal.

#### Szélsőérték-statisztika

Szélsőérték-elemzés segítségével megbecsültük a zárványok valószínű maximális méretét. Ehhez igen sok csiszolatra lenne szükség, ami időigényes. Ennek elkerülése céljából virtuális 3D próbatesteket képeztünk a különböző módszerekkel meghatározott zárványsűrűségekre alapozva. Az ASTM E2283 alapján a metiS szoftver segítségével 24 darab, 150 mm<sup>2</sup> méretű virtuális területet vizsgáltunk meg; a vizsgálatokat 100-szor ismételtük. 100 000 mm<sup>2</sup> területen a hagyományosan gyártott acélnál  $35 \pm 4 \mu\text{m}$ , az átolvasztott acélnál pedig  $21 \pm 4 \mu\text{m}$  volt az extrapolált legnagyobb zárvány méret. Ezek a becült értékek hasonlítanak a 80 MHz ultrahangos módszerrel meghatározott maximális értékekhez ( $50 \mu\text{m}$  a hagyományosan gyártott, és  $35 \mu\text{m}$  az átolvasztott acélra) és a fázisvizsgálatokkal meghatározott jellemző adatokhoz (max.  $20 \mu\text{m}$  elkülönült zárványok esetében).

#### Következtetések

Két gyártási technológiával – hagyományosan gyártott, ill. átolvasztott – acélon végeztünk zárványossági vizsgálatokat különböző módszerekkel. Mindegyik módszernek megvolt a zárvány méret-tartománya és a tisztaság mértékétől függően az a terület/térfogat, amelyet vizsgálni kell a megbízható eredmény érdekében. Modellezés segítségével rekonstruáltuk a háromdimenziós zárvány méret-eloszlást. A modellezés segítségével meg lehetett becsülni az egyes módszerek rugalmasságát. Virtuális szélsőérték-analízissel lehetőség volt az anyagban előforduló legnagyobb zárvány méret meghatározására. A kifaradási határ javulása (25%) az átolvasztás hatására összhangban volt a tisztaság javulásával. A fázisvizsgálatok további információkat nyújtott az alkalmazott módszerekről, különös tekintettel a kisméretű zárvány csoportok hatására a kifaradásra. Megállapítottuk, hogy valamilyen módszer alkalmas volt az adagok tisztaságának a vizsgálatára. A hagyományos módszerekkel különbséget

lehetett tenni a kétfajta gyártási technológia között, de a termék minősítésére leginkább a fázisvizsgálatok alkalmasak.

#### Köszönetnyilvánítás

Ez a kutatás része az ELABORATION projektnek, amelyet az Institut de Recherche Technologique Matériaux et Procédés (Anyagtechnológiák és eljárások Kutató Intézete, IRT NP) koordinál az Agence Nationale de la Recherche (Nemzeti Kutatási Ügynökség, ANR) támogat. A szerzők köszönetüket fejezik ki az ipari partnereknek (Ascometal, Aubert&Duval, Safran) a próbaanyagokért és a metallográfiai vizsgálatokért, továbbá a Datanet egyesületnek a metiS szoftver használatához nyújtott segítségükért.

#### Irodalom

- [1] Hénault, E. (2010). Comparison of Inclusion Assessment Rating Standards in Terms of Results and Reliability by Numerical Simulation. Journal of ASTM International, 7(3), 1–11.

MUCSI ANDRÁS – VALKAI MÁTÉ

## Hőkezelési és alakváltozási paraméterek összefüggései 42CrMo4 acélminőségénél

**A vizsgált 42CrMo4 acélminőséget előszeretettel és gyakran alkalmazák különféle fáradásnak, kopásnak kitett gépelemek alapanyagként. Azon túl, hogy a tárgyalt alapanyag edzhető, átédzhető valamint nitridálható is, további kedvező tulajdonságai vannak, például megeresztési ridegedésre nem hajlamos. A szakirodalom szerint azonos kémiai összetétel és egyes mechanikai jellemzők mellett is különbözhetnek az alakváltozási jellemzők [1]. A következő néhány fejezetben bemutatjuk azt, hogy a különböző módszerrel hasonló keménységre hőkezelt minták milyen mechanikai tulajdonságokat mutatnak.**

*Dr. Mucsi András szakmai életrajzát 2018/1. számunkban közzéltük.*

*Valkai Máté az Óbudai Egyetemen végzős gépészmérnök, CAD-CAM szakirányos hallgató. Jelenleg egy precíziós megmunkálással foglalkozó cégnél dolgozik. Kutatási témája az acélok hőkezelési állapotának és mechanikai tulajdonságainak kapcsolata.*

#### Kísérleti módszerek

A kísérleti anyagul szolgáló 40 mm átmérőjű rúdból 35 mm külső átmérőjű, 15 mm belső átmérőjű, 150 mm hosszú csövek készültek. A csőalak elősegítette a keresztmetszet homogénre való hőkezelését. Összesen hat próbatestet munkáltunk ki, melyekből 3-3 darabon két típusú hőkezelést végeztünk el. Az egyik hőkezelési mód az ausztenitesítés utáni edzés és megeresztés, míg a másik az ausztenitesítés utáni különböző hőmérsékletű izotermás hűtés volt (1. ábra). A hőkezelések eredmé-