

dc_331_11

**INTENZÍV ALAKÍTÁSI ÉS HŐKEZELÉSI FOLYAMATOK
MIKROSZERKEZETRE GYAKOROLT HATÁSÁNAK
ÉRTELMEZÉSE VISSZASZÓRTELEKTRON-DIFFRAKCIÓVAL**

MTA doktori értekezés

Szabó Péter János

*Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem
Gépészmérnöki Kar*

Budapest, 2012.

dc_331_11

TARTALOMJEGYZÉK

1.	BEVEZETÉS.....	5
2.	SZAKIRODALMI ÁTTEKINTÉS.....	9
2.1.	Az ultrafinomszemcsés és a nanoszerkezetű anyagok.....	9
2.1.1.	Fogalmak	9
2.1.2.	Az UFG- és az NS-anyagok tulajdonságai	12
2.1.3.	Az NS- és UFG-szerkezet kialakulása intenzív képlékenyalakítás hatására.....	15
2.2.	A szemcsehatárok szerkezete	17
2.2.1.	Kisszögű határok.....	17
2.2.2.	Nagyszögű határok.....	19
2.3.	Termomechanikus kezelés	24
2.3.1.	A termomechanikus kezelések csoportosítása	24
2.3.2.	Ciklikus termomechanikus kezelés.....	26
2.3.3.	Dinamikus termomechanikus kezelés (többtengelyű kovácsolás)	28
2.3.4.	A kiindulási nagy diszlokációsűrűség előállítása hőkezeléssel.....	29
2.4.	Vizsgálati módszerek	30
2.4.1.	Transzmissziós elektronmikroszkópia	30
2.4.2.	Röntgenvonalprofil-analízis.....	31
2.4.3.	Visszaszórtelektron-diffrakció	34
3.	CÉLKITŰZÉSEK.....	47
4.	VIZSGÁLATOK, EREDMÉNYEK.....	49
4.1.	Ausztenites acél kaliberhengerlése.....	49
4.1.1.	Alapgondolat	49
4.1.2.	Mintaelőkészítés	51
4.1.3.	Mérések, eredmények	52
4.1.4.	Következtetések	59
4.1.5.	Összefoglalás	62
4.2.	Ferrites acél többtengelyű kovácsolása	63
4.2.1.	Alapgondolat	63
4.2.2.	Mintaelőkészítés	64
4.2.3.	Mérések, eredmények	67
4.2.4.	Következtetések	79
4.2.5.	Összefoglalás	81

dc_331_11

4.3.	Léces martenzit alakítása és hőkezelése.....	82
4.3.1.	Alapgondolat	82
4.3.2.	Mintaelőkészítés	84
4.3.3.	Mérések, eredmények	85
4.3.4.	Következtetések	99
4.3.5.	Összefoglalás	101
5.	TÉZISEK	103
6.	KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS.....	107
7.	A KUTATÁSHOZ KAPCSOLÓDÓ SAJÁT PUBLIKÁCIÓK	109
8.	IRODALOMJEGYZÉK	111

1. BEVEZETÉS

Fémes anyagaink tulajdonságait sokféle paraméter határozza meg. A mechanikai tulajdonságok szempontjából döntő fontosságú a) a kristályszerkezet, b) a szemcseméret és c) a szemcsehatár-szerkezet.

- a) A gyakorlatban alkalmazott fémek döntő hányada térben középpontos köbös (TKK) vagy felületen középpontos köbös (FKK), kisebb részük pedig hexagonális. Az egyes kristályszerkezetekben eltérő csúszási rendszerek működnek. Az FKK rácsban az $\{111\}\langle 110 \rangle$ rendszer az egyeduralkodó, de a TKK-ban az aktív csúszási rendszer többféle is lehet: a csúszási irány mindig az $\langle 111 \rangle$ irány, de csúszósík lehet a legsűrűbb $\{110\}$, valamint a kevésbé sűrű $\{112\}$ és $\{123\}$ sík is. Érdekes módon pl. az $\{100\}$ sík síkbeli kitöltési tényezője nagyobb (0,63), mint az $\{112\}$ -é (0,514) vagy az $\{123\}$ -é (0,337), ám az $\{100\}$ síkon nem figyeltek meg csúszást, nyilván azért, mert nem tartalmazza az $\langle 111 \rangle$ irányt [1].
- b) A szemcseméret szerepét a Hall–Petch-egyenlet írja le [2,3]:

$$\sigma_0 = \sigma_i + \frac{k}{\sqrt{d}} \quad (1)$$

ahol σ_0 a folyáshatár, σ_i a rács diszlokációmozgással szembeni ellenállása (azaz az a küszöb feszültség, ahol a diszlokációk mozgása megindul), k a Hall–Petch-együttható (anyagjellemző), d a szemcseátmérő. A szemcseméret csökkenésével a legtöbb mechanikai jellegű paraméter (pl. folyáshatár, szilárdság, fáradással szembeni ellenállás, kopásállóság) kedvezően változik. A jelenség hátterében az áll, hogy az alakítás során keletkező és a szemcsehatár felé haladó diszlokációk mozgását a nagyszögű szemcsehatárok blokkolják. Így a határnál a diszlokációk feltorlódnak, és feszültségterük hozzáadódik a szomszédos szemcsére a külső erőhatásból származó csúsztatófeszültséghez. Minél nagyobb egy szemcse, annál több diszlokáció tud a határnál feltorlódni, és így ez az additív belső feszültség is nagyobb lesz. Ennek eredményeként kisebb külső erő hatására is megindul a szomszédos szemcse képlékeny alakváltozása, amit makroszkopikusan a folyáshatár csökkenéseként érzékelünk. A szemcseméret csökkenésével a szilárdság addig nő, amíg a csúszási mechanizmust a diszlokációk mozgása határozza meg, ezután viszont a Hall–Petch-összefüggés az (1) egyenlet formájában nem érvényes. A szemcseméret csökkenésével a szemcsehatár-diszlokációk koncentrációja egyre nagyobb, és egy bizonyos szemcseméret-csökkenés után az alakítás hatására a szemcsék csúsznak el egymáson, ez az ún. szemcsehatármenti csúszás [4]. Az a szemcseméret, ami alatt a Hall–Petch-egyenlet már nem érvényes, anyagonként változó, réznél pl. kb. 25 nm.

- c) A szemcsehatárok többféleképpen is osztályozhatók. Az egyik legismertebb csoportosítás a nagyszögű és kisszögű határok megkülönböztetése. A nagyszögű határok olyan tartományokat választanak el, amelyek orientációkülönbsége az egymáshoz képesti elforgatás szögével megadva nagyobb, mint 5 fok. A kisszögű határok által elválasztott tartományok szögműködése ennek megfelelően 5 fok alatti. Ez a definíció azonban meglehetősen ön-

kényes. Pontosabb, ha a kisszögű határokat egymás alá felhalmozódott diszlokációknak tekintjük, míg a nagyszögű határok a fémek olvadékállapotból történő dermedésekor a véletlenszerű orientációjú csírák összenövésekor jönnek létre. Más szavakkal: két szemcse között akkor jön létre általános nagyszögű szemcsehatár, ha a szemcsehatár két oldalán lévő krisztallit orientációja legalább annyira eltér egymástól, hogy a szemcsehatár nem épülhet fel rácdiszlokációk felsorakozásából, és az egyik szemcse felületén elhelyezkedő atomok a másik szemcse kristályrácsába csak véletlenszerűen illeszkednek [5]. A kisszögű határok klasszikus metallográfiai vizsgálatokkal nem mutathatók ki (maratás-kor nem láthatók), az általuk határolt anyagrészeket szubszemcséknek hívjuk. A nagyszögű határok általában láthatóvá tehetők hagyományos módszerekkel (kémiai vagy elektrolitos maratással).

A nagyszögű szemcsehatárokat tulajdonságaik alapján lehet osztályozni. A szakirodalom a nagyszögű szemcsehatárokat általános (vagy véletlenszerű) és speciális szemcsehatárok csoportjára bontja. A véletlenszerű szemcsehatárok átlagos diffúziós, mozgékonyági, energia stb. tulajdonságokkal rendelkeznek. A speciális szemcsehatárok valamely tulajdonsága erősen eltér a véletlenszerű határok átlagos tulajdonságától, pl. kevésbé hajlamos a szemcsehatármenti korrózióra [6]. Ezek a különbségek a szemcsehatár-szerkezeti eltérésekből egyenesen következnek, és az egyik fontos tényező, amely speciális tulajdonságokkal ruházhatja fel a határt, a különösen kicsi kitöltetlen szabad térfogat.

A speciális szemcsehatárok jelentősége abban rejlik, hogy a tulajdonságaik általában hatással vannak a polikristályos anyag makroszkópikus tulajdonságaira is. Ennek a ténynek a felismerése vezetett a speciális szemcsehatárok szerkezetének pontos megismerésére és a speciális határok véletlenszerű határokhoz képesti arányának növelésére irányuló kutatások elindításához, valamint a „grain boundary engineering” (a szemcsehatárok tulajdonságainak tudatos módosítását célzó technológiák) kialakulásához [7]. A szemcsehatárok szerkezete és tulajdonságai közötti kapcsolat korántsem világos, ennek feltérképezése a szemcsehatár-kutatások egyik fő célja.

Ha két, egymással szomszédos kristályrácsot képzeletben úgy folytatunk, hogy egymásba érjenek, akkor előfordulhat, hogy egyes atomok mindkét rács részei lesznek. Ha ezeket az atomokat egy új kristályrácsnak tekintjük, akkor az ún. coincide site lattice-hoz, CSL-hez jutunk [8]. A két szemcsét ebben az esetben ennek a CSL-nek egy adott kristálytani síkja választja el egymástól. A CSL-eket az ún. Σ értékkel jellemezhetjük, amely azt mutatja, hogy az eredeti kristályrács atomjainak hányadrésze vesz részt a CSL felépítésében (más szóval: minden hányadik atom közös a két rácsban). Érdekes megjegyezni, hogy a felületen középpontos köbös (FKK) fémeknél létrejövő ikerhatárok $\Sigma 3$ típusú CSL-határnak felelnek meg. Kutatási eredmények azt igazolják, hogy a CSL-határok speciális tulajdonságokkal rendelkeznek. Szemikohereus jellegüknél fogva ellenállóbbak a korróziós folyamatokkal szemben, kúszásállóbbak, és itt a diffúziós folyamatok is lassabbak. Mennyiségük (vagyis az összes szemcsehatár hosszának arányában kifejezett hosszúságuk) különböző termo-mechanikus kezelésekkel növelhető.

Egy adott fémnél vagy ötvözetnél a kristályrács típusát nem tudjuk módosítani, a szemcse-méretet és a szemcsehatárok típusát viszont igen. Ultrafinom szemcseszerkezetet nagy diszlokációsűrűségű anyagok hőkezelésével tudunk előállítani. Nagy diszlokációsűrűséget a legtöbb fém/ötvözet esetében intenzív képlékenyalakítással, egyes ötvözeteknél (pl. az acél) esetében martenzites átalakulással tudunk létrehozni. Intenzív képlékenyalakításról (IKA, Severe Plastic Deformation, SPD) akkor beszélünk, ha az alakváltozás eléri a 0,8-1 értéket.

Dolgozatomban három, egymástól különböző, ám hasonló végeredménnyel bíztató technikát ismertetek ultrafinom szemcseszerkezet előállítására, és vizsgálom ezeknek a mikroszerkezetre gyakorolt hatását. Az első módszernél többszöri hidegalakítás-hőkezelés ciklust alkalmazok, ahol a hidegalakítás kaliberhengerral történik. A második esetben nagysebességű, ismétlődő melegalakítással, több tengelyű kovácsolással jutok el a nagy diszlokációsűrűségig. A harmadik módszernél a képlékenyalakítást kiváltom egy edzési folyamattal, így nyerek nagy diszlokációsűrűségű anyagot.

A kutatásban közös szál a visszaszórtelektron-diffrakciós technika (Electron Back Scattering Diffraction, EBSD) alkalmazása, melyet hazánkban az általam vezetett elektronmikroszkópos laboratóriumban alkalmaztunk először, 2003-ban. Magyarország második ilyen berendezése 2011-ben állt munkába az ELTÉ-n. Így tehát minden hazai előzmény és tapasztalat nélkül fogtunk neki a kutatásnak. Jellemző, hogy az idegen szakkifejezések magyar megfelelőit is nekünk kellett kitalálni.

A következőkben áttekintem az ultrafinomszemcsés anyagok előállításáról és tulajdonságairól szóló szakirodalmat, és részletesen ismertetem a vizsgálati módszereket, kiemelten természetesen a visszaszórtelektron-diffrakciót. Ezután, célkitűzéseim ismertetése után, bemutatom a három módszer alkalmazásakor szerzett tapasztalatokat, végül pedig tudományos állításokat, téziseket fogalmazok meg a kutatás alapján.

dc_331_11

2. SZAKIRODALMI ÁTTEKINTÉS

2.1. Az ultrafinomszemcsés és a nanoszerkezetű anyagok

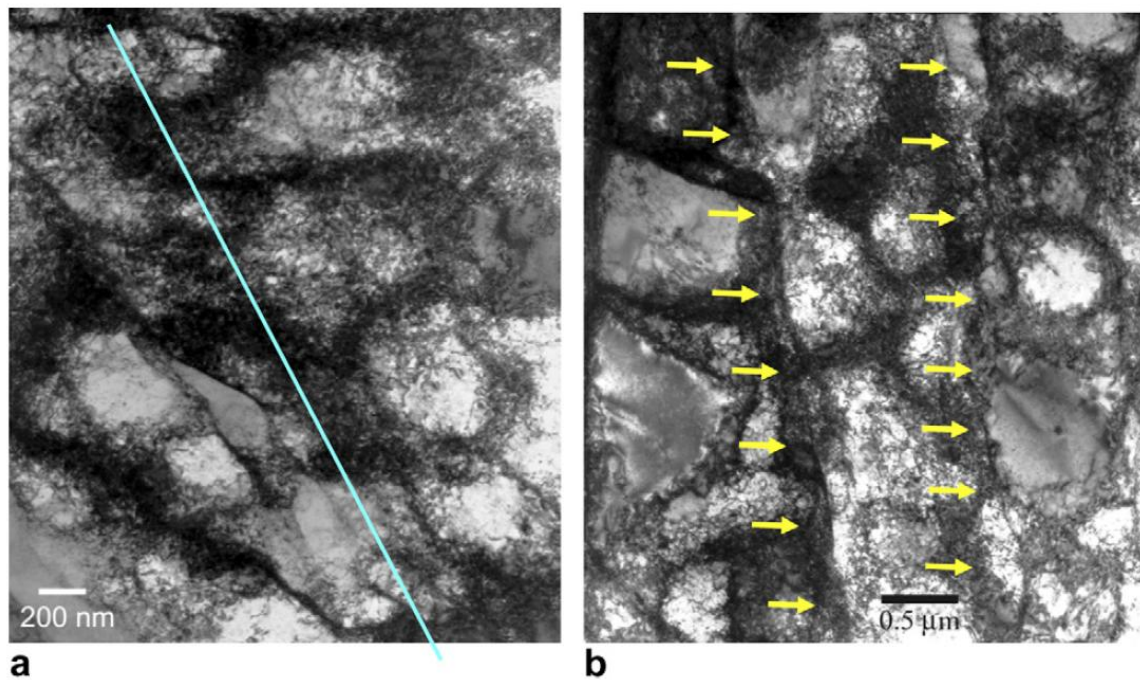
2.1.1. Fogalmak

Elsősorban tisztázni kell, hogy mi a különbség az ultrafinomszemcsés (Ultra Fine Grained, UFG) és a nanoszerkezetű (Nanostructured, NS) tömbi anyagok között. Az NS-anyagokra az jellemző, hogy mikroszerkezetükben olyan, jól megkülönböztethető szerkezeti elemek találhatók, amelyek mérete kb. a 10 nm és a néhányszor 100 nm-es tartományba esik. Ez a definíció azonban nem elég szigorú, hiszen ennek a definíciónak az alapján bármely kiválásosan keményíthető ötvözetet is NS-anyagnak kellene tekinteni, hiszen a precipitátumok mérete kb. 10 nm. Tömbi anyagot szűkebb értelemben akkor nevezhetünk NS-anyagnak, ha magában a mátrixban ismerhetők fel a 10-től néhányszor 100 nm nagyságú szerkezeti egységek. Ezeket a szerkezeti elemeket az angolszász irodalom building blocks-nak nevezi, magyarul celláknak szokták hívni őket.

Ezeket a cellákat határolhatják ún. egyensúlyi, vagy ún. nemegyensúlyi határok. A nemegyensúlyi határok általában diszlokációfalak. A diszlokációs cellaszerkezet erőteljes képlékeny alakváltozás (Severe Plastic Deformation, SPD) során alakul ki, mintegy 0,8–1,0 alakváltozás hatására. NS-állapotú anyagon ezért a szakirodalomban az SPD-n átesett anyagokat értik, amelyek mikroszerkezetét diszlokációs cellák alkotják. A cellafal nagy diszlokációsűrűségű és ennek megfelelően nagyobb szabad energiájú, mint az egyensúlyi szemcsehatárok. A cellafalra jellemző továbbá, hogy a cella belsejéből származó rácdiszlokációk a cellafalnál feltorlódnak, viszonylag „vastag” határfelületet kialakítva. Erre a cellaszerkezetre jellemző még, hogy a cellák belsejében kicsi a diszlokációsűrűség; két-három nagyságrenddel kisebb, mint a cella falában [17]. Az egymással érintkező cellák közötti orientációkülönbség kicsi, legfeljebb néhány foknyi.

A cellák mérete és jellege nem teszi lehetővé direkt megfigyelésüket hagyományos metallográfiai módszerekkel. Direkt leképezésük csak transzmissziós elektronmikroszkóppal (TEM) lehetséges, míg a cellafalakról csak nagyfelbontású transzmissziós elektronmikroszkóp (HRTEM) segítségével tudunk vizuális információt szerezni. Indirekt információt nyújt a röntgendiffrakciós profilanalízis, ugyanis a nagy diszlokációsűrűségű cellafalak és a lényegesen kevesebb diszlokációt tartalmazó cellabelsők egy kvázi-kompozitnak is felfoghatók eltérő ráczállandóval, ami a röntgenvonalak kiszélesedéséhez és aszimmetriájához vezet [18].

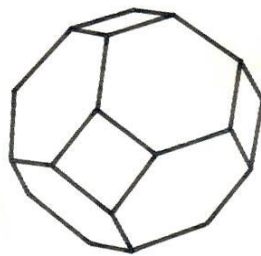
Az 1. ábra egy polikristályos réz mintában intenzív képlékenyalakítás hatására kialakuló nanoszerkezetet mutat [19].



1. ábra: HREM felvétel a polikristályos Cu-mintában intenzív képlékenyalakítás közben kialakult nanoszerkezetről (NS): (a) a diszlokációs cellák rendeződése a fő nyírási irányok közelében; (b) újrendeződött cellafalak a nyírási irányokban [19].

Ha a most leírt cellákat egyensúlyi szemcsehatárok határolnák, akkor valódi nanoszerkezetről beszélhetnénk. A tapasztalat azonban azt mutatja, hogy ilyen anyagot egyelőre nem tudunk előállítani, így nanoszerkezetű anyagon jelenleg az intenzív képlékenyalakításon átesett anyagokat értjük.

Az ultrafinomszemcsés anyagok definíciója eltér a nanoszerkezetű anyagokétól. (Megtévesztő lehet a névben szereplő „ultrafinom” jelző, hiszen ez nem jelent egy jól definiált szemcseátmérőt, hanem anyagról anyagra változhat.) Az UFG- és a NS-anyagok között tehát nem valamely szövetszerkezeti elem méretében meglevő különbség a mértékadó, hanem az, hogy az UFG-anyagokat egyensúlyi, nagyszögű szemcsehatárokkal határolt kristallitok alkotják. Az egyensúlyi jelző itt arra utal, hogy a hármas szemcsehatár találkozási pontban a szemcsehatárok között mérhető szögek átlaga 120° , vagy másképpen megfogalmazva, a szemcsék, a kristallitok alakja megfelel az egyensúlyi szemcsealaknak (tetraidekaéder, 2. ábra).

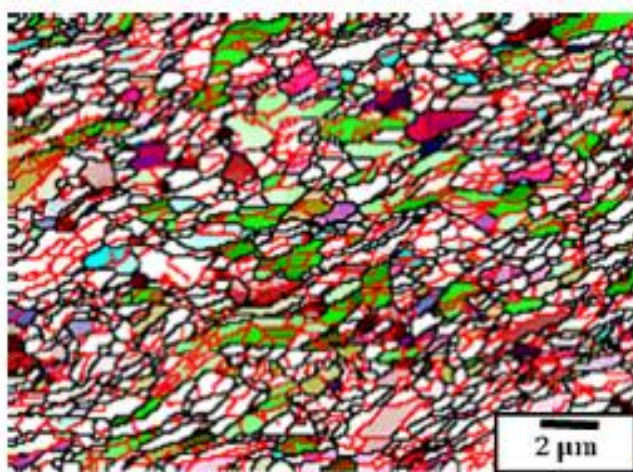


2. ábra: Az egyensúlyi szemcsealak (tetraidekaéder)

Az elmondottakból az is következik, hogy az egyensúlyi szemcsehatár sokkal vékonyabb, mint a nemegyensúlyi, legfeljebb néhány rácsparaméter „vastagságú” és szerkezetének kialakításában nem csak rács-, hanem szemcsehatár diszlokációk is részt vesznek [19]. UFG-szerkezetű anyagok többféleképpen is létrejöhetnek. A lehetséges variációk közül csak hármat emelek ki:

1. Erőteljes képlékenyalakítással, ha az alakítás mértéke 8–10 közötti. Ilyen mértékű alakítás hatására a diszlokációs cellák egymáshoz viszonyítva elfordulnak, az orientációkülönbség nagyobb lesz, mint $9-10^\circ$, és a diszlokációs cellafalak elvékonyodnak; egyensúlyi vagy közel egyensúlyi szemcsehatárok alakulnak ki.
2. Intenzív képlékenyalakításon átesett fémes anyagoknak újrakristályosító izzításakor is kialakulhat UFG-struktúra. Kitüntetett jelentőségű lehet az NS + UFG struktúra kialakulása.
3. Szabályozott körülmények között végrehajtott allotróp átalakulás is eredményezhet UFG-struktúrát. Ez különösen acélok esetében jelent egyedülálló lehetőséget.

Az UFG-anyagok szövetszerkezetének vizsgálatára a fénymikroszkópos technika nem, vagy csak nagyon korlátozottan használható. Ez utóbbi megállapítás a röntgendiffrakciós profilanalízisre is érvényes. Így az UFG anyagok vizsgálatára elsősorban a transzmissziós elektronmikroszkópia (TEM) és a nagyfelbontású elektronmikroszkópia (HREM), mint képalkotó eljárások, valamint a transzmissziós elektronmikroszkóppal megvalósítható SAD-eljárás (Selected Area Diffraction: határolt területű elektrondiffrakció) alkalmas. Új vizsgálati lehetőséget kínál a pásztázó elektronmikroszkóppal (SEM) megvalósítható EBSD-módszer (Electron Back Scattered Diffraction, visszaszórtelektron-diffrakció), amely alkalmas mikroszkópi csiszolaton a legalább $0,1\ \mu\text{m}$ ($100\ \text{nm}$) méretű kristallitok egyedi orientációjának meghatározására, és ennek alapján ún. orientációtérkép felvételére. Ezt a technikát OIM-nek (Orientation Imaging Microscopy) is szokás nevezni. A módszert a későbbiekben részletesen ismertetem. Egy UFG szerkezetű acélmintáról készült orientációtérkép látható a 3. ábrán [20].



3. ábra: Ultrafinomszemcsés IF-acélról készült orientációtérkép [20]

2.1.2. Az UFG- és az NS-anyagok tulajdonságai

A fémekkel kapcsolatos anyagtechnológiák jó része azt célozza meg, hogy a jó alakíthatóság megtartása mellett növeljük meg az anyag szilárdságát. A szilárdságnövelés alapelve hagyományos fémes anyagoknál az, hogy az alakváltozást előidéző diszlokációmozgásokat gátoljuk. Ehhez különböző akadályokat kell létrehoznunk. Ezek az akadályok lehetnek oldott atomok, második fázisú kiválások, további diszlokációk, valamint a szemcsehatárok [21-24]. Ezeket az akadályokat létrehozhatjuk ötvözéssel, felületi ötvözéssel, hőkezeléssel (pl. kiválásos nemesítés, diszperziós keményítés), képlékeny hidegalakítással (pl. hideghengerlés), vagy szemcseméret-csökkentő technikákkal (intenzív képlékenyalakítás).

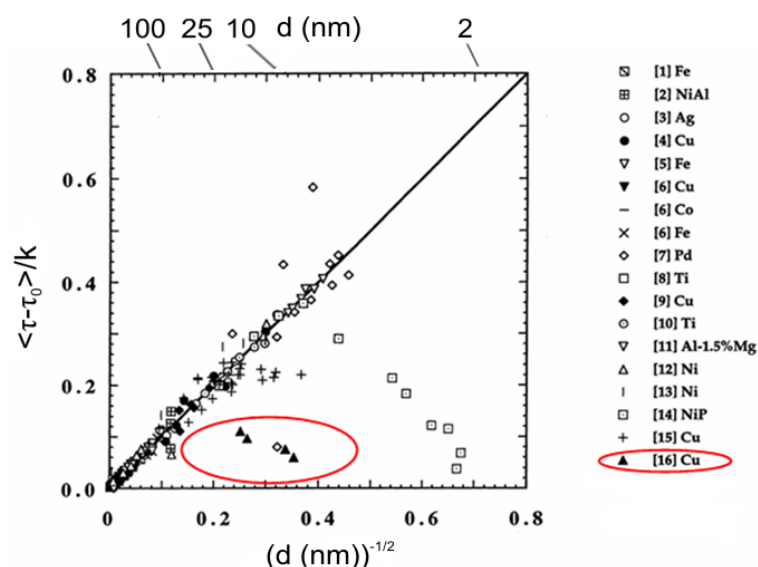
A diszlokációsűrűség folyáshatár-növelő hatását a következő összefüggés írja le:

$$\sigma = \sigma_0 + \alpha M G b \sqrt{\rho} \quad (2)$$

Ahol σ_0 az anyag belső szilárdsága, α korrekciós tényező, M a Taylor-paraméter, G a csúsztató rugalmassági modulus, b a diszlokáció Burgers-vektorának valódi hossza, ρ a diszlokációsűrűség. A diszlokációsűrűség hidegalakításnál jellemzően 10^{10} m^{-2} -ről 10^{15} m^{-2} -re nőhet. Ekkor a szilárdság nő, a képlékenyalakváltozó-képesség csökken.

A szemcseméret csökkentésével a mechanikai tulajdonságok többsége – a szilárdság, szívósság, fáradással szembeni ellenállás, kopásállóság – kedvezően változhat. A szemcsehatárok akadályozzák a diszlokációk mozgását az egyik szemcséből a másikba a szomszédos kristallitok egymástól eltérő orientációja miatt. Ultrafinom- és nanoszerkezetű acéloknál, melyeket erőteljes képlékenyalakító módszerekkel hoztak létre, a szakítószilárdság értéke az 500-1000 MPa-t is elérheti [25]. A (szub)mikronos tartományban a térfogatra vetített szemcsehatár-felület olyan nagy, hogy a mechanikai tulajdonságokat már ezek a határfelületek határozzák meg. A szemcseméret csökkenésével a szilárdság addig nő, amíg a csúszási mechanizmust a diszlokációmozgás határozza meg, és eddig a pontig érvényes a bevezetőben említett HallPetch-összefüggés.

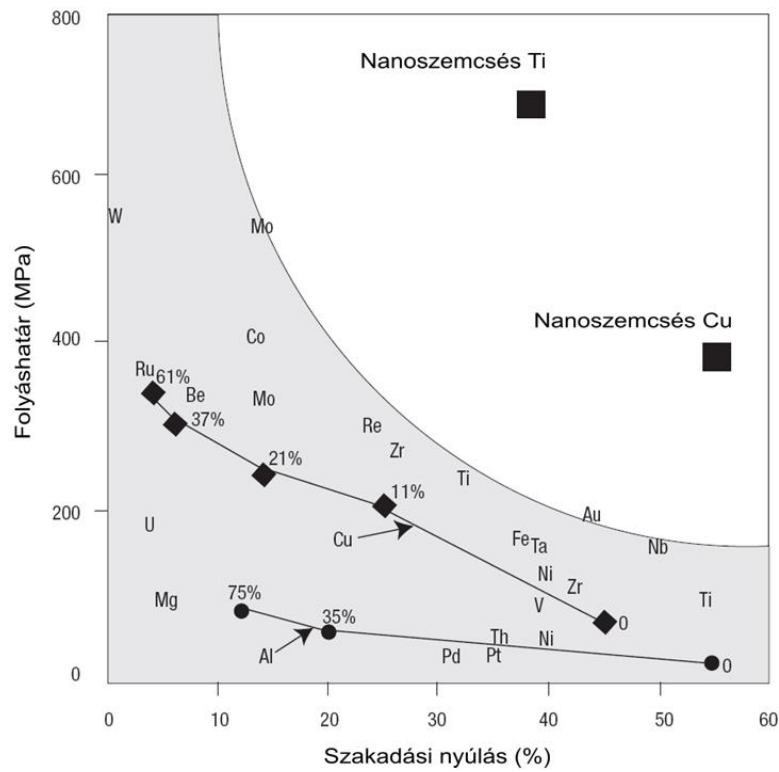
A 4. ábrán különböző anyagok normált folyáshatárát látjuk a szemcseméret függvényében. Megfigyelhető, hogy a legtöbb mérés egy egyenesbe eső pontokat eredményezett, viszont kilóg a sorból (azaz nem érvényes a HallPetch-összefüggés) egy 25 nm-es szemcsenagyságú réz minta (lásd a bekarikázott részt az ábrán) [26]. Egy adott szemcseméret esetén ugyanis a HallPetch-összefüggés megváltozik, és az ún. inverz HallPetch-viselkedés tapasztalható. Ebben az esetben a szemcseméret további csökkenésekor a szilárdsági mutatók romlása tapasztalható. Az alakváltozás fő mechanizmusa a diszlokációk csúszása helyett a szemcsék egymáson való elcsúszása lesz.



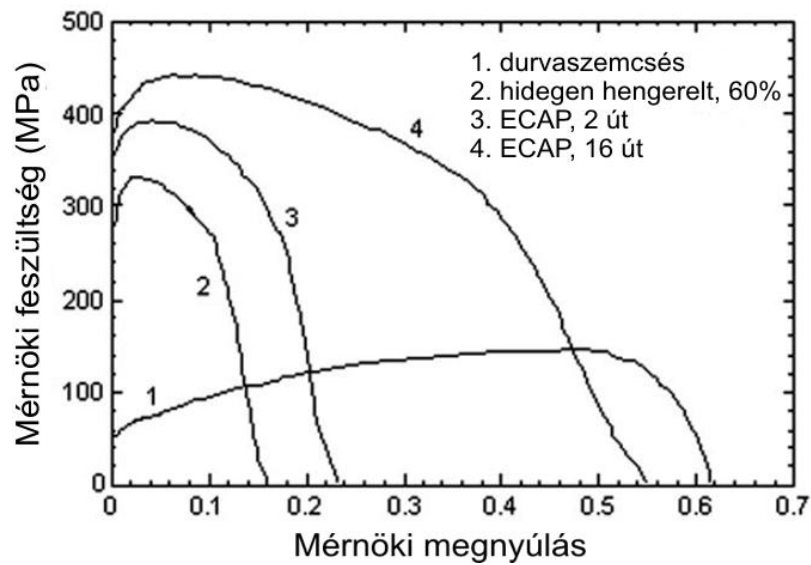
4. ábra: Normált folyáshatárértékek a szemcseméret függvényében, különböző anyagokra [26]

Az intenzív képlékenyalakítással létrehozott anyagok képlékenysége sokkal jobb lehet, mint a hagyományos hidegalakítással készült fémeké. Az 5. ábrán különböző anyagok különböző hengerlési mértékkel létrehozott próbatestjeinek folyáshatára látható. A szürke tartományban a hengerelt durvaszemcsés minták találhatók. Megfigyelhető, hogy nagymértékű hengerlés (pl. 61%) hatására nagyobb folyáshatárérték adódott (kb. 350 MPa), de emellé az érték mellé egy mindössze 5% alatti szakadási nyúlás párosul [27], [28]. Ugyanebben az ábrában megfigyelhetjük, hogy a nanokristályos titán és réz minták esetén a rendkívül nagy folyáshatár mellett 40, illetve 55%-os szakadási nyúlás tapasztalható.

A mechanikai tulajdonságok nem csak a szemcsemérettől függenek, hanem az előállítási technológiától is. Ha például nanoporok szintézisével állítunk elő NS-anyagot, akkor a porozitás miatt előfordulhat kis szilárdság. Az 6. ábrán különböző alakítási technikával készült réz próbatestek szakítógörbéi láthatók. Az 1. görbe durvaszemcsés kiindulási állapotot mutat, a 2. görbe 60%-os fogyással hidegen hengerelt mintáé, a 3. és 4. görbék intenzív képlékenyalakítással készült próbatestekhez tartoznak (2 fordulós illetve 16 fordulós könyöksajtolás). Jól látszik a durvaszemcsés anyag nagy nyúlása és kis szakítószilárdsága, valamint a hidegen hengerelt anyag nagy szakítószilárdsága és kis nyúlása. A legkedvezőbb mechanikai tulajdonságokat (nagy szakítószilárdság és nyúlás) az intenzív képlékenyalakítással előállított minta mutatta [29, 30].



5. ábra: Folyáshatár a szakadási nyúlás függvényében [27, 28 alapján]



6. ábra: Különböző technológiával alakított rézminták szakítógörbéi [29, 30 alapján]

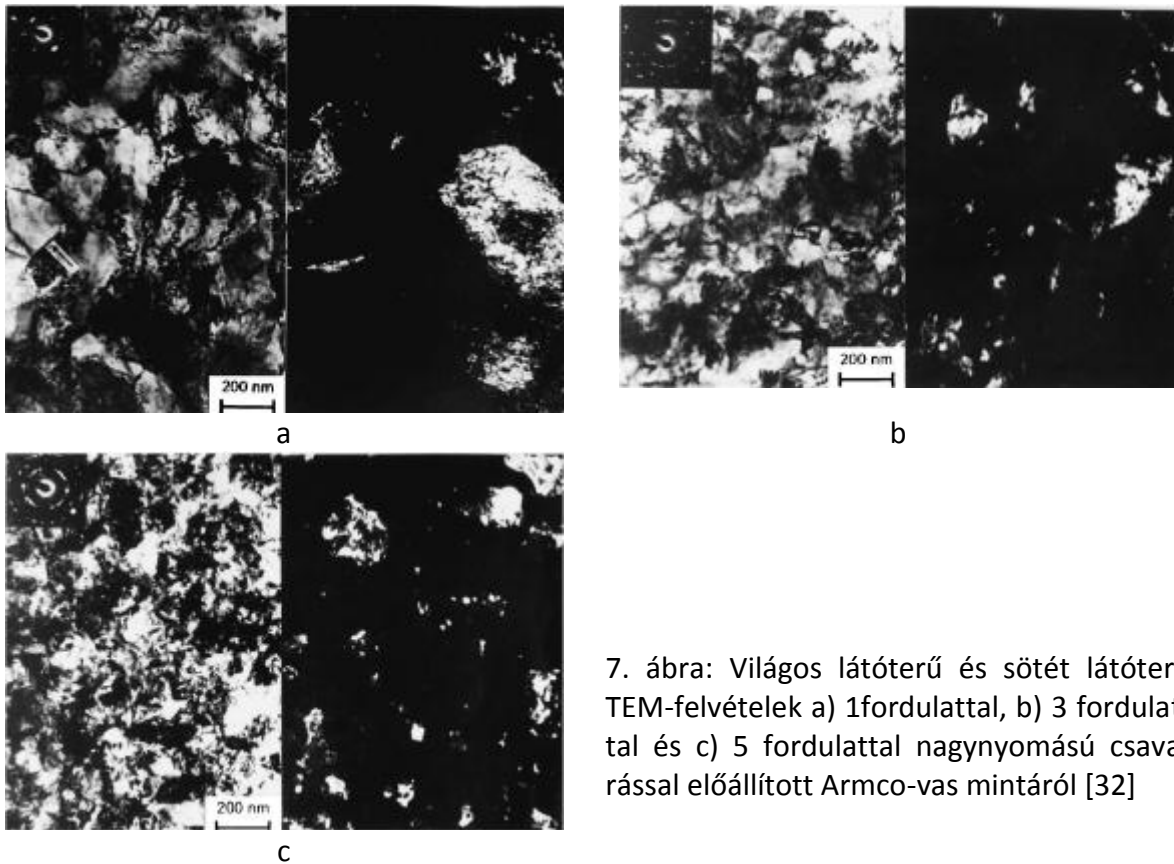
2.1.3. Az NS- és UFG-szerkezet kialakulása intenzív képlékenyalakítás hatására

Általánosságban elmondható, hogy a keletkezett mikroszerkezet nemcsak az anyagtól függ (kiindulási szövetszerkezet, fázisösszetétel, valamint a kristályrács típusa), hanem az intenzív képlékenyalakítás paramétereitől (sebesség, hőmérséklet és feszültség) is. A hőmérséklet csökkentése, az alakítóerő növelése, valamint az ötvözés mind a finomabb szemcsés mikroszerkezet irányába tolja el a végeredményt.

Egy korábbi kutatás során [31] réz, nikkel és Cr-Ni alapú ötvözetet vizsgáltak. Az intenzív képlékenyalakítási folyamat végén kb. 100 nm-es szemcseméretet figyeltek meg. A mikroszerkezet-változás folyamatos nyomon követése és a keménységmérési eredmények elemzése után a szerzők a következő mechanizmust állapították meg a szerkezetváltozásra. A nagyobb rétegződésihiba-energiájú anyagok (réz és nikkel) esetén az alakváltozás elején a diszlokációk gyakorlatilag teljesen a cellafalakba koncentráálódtak, a cellabelsők szinte hibamentesek voltak. A további alakítás során a cellák méretének csökkenését és a cellák közti orientációkülönbség növekedését figyelték meg. Ezt követően az alakváltozás már szemcsehatárok egymáson történő elcsúszásával (grain boundary sliding) folytatódott.

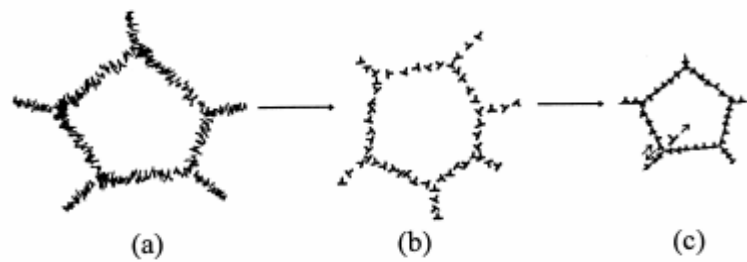
A kisebb rétegződésihiba-energiájú anyagban (Ni-Cr alapú ötvözet) a cellásodás helyett nyírási sávok alakultak ki a teljes térfogatban, és ezek aprózódása vezetett az UFG- ill. NS-szerkezethez.

Egy másik vizsgálat [32] transzmissziós elektronmikroszkópos képei azt mutatták Armco-vas és alacsonyan ötvözött acél esetében, hogy az intenzív képlékenyalakítás több lépésben okozta a mikroszerkezet változását (7. ábra). Itt az alakítás maga nagynyomású csavarás (high pressure torsion, HPT) volt. A 7a ábra a mikroszerkezetet mutatja 1 fordulat után, a 7b 3 fordulat után, a 7c pedig 5 fordulat után. A 7a ábrán cellás diszlokáció-szerkezet látszik, kb. 400 nm-es cellamérettel. A cellák közti orientációkülönbség 2-3°-os. A következő képen (7b) egy átmeneti szerkezet látható, amelyben megvannak a cellák is, de már a nanoszerkezet is kezd kialakulni, nagyszögű határokkal. Ahogy az alakváltozás növekszik, a cellaméret csökken, és a cellák közti orientációkülönbség is egyre nagyobb lesz. A harmadik képen (7c) egy homogén nanoszerkezet látszik, ahol a mintegy 100 nm-es szemcséket nagyszögű határok választják el egymástól az Armco-vasban, az acélban ennél valamivel kisebb szemcseméretet detektáltak. A szemcsékben erős rugalmas torzulást figyeltek meg, amelyek a nemegyensúlyi szemcsehatárookban (lásd később) felhalmozódott extrinsic diszlokációk feszültségteréből származnak.



7. ábra: Világos látóterű és sötét látóterű TEM-felvételek a) 1fordulattal, b) 3 fordulattal és c) 5 fordulattal nagynyomású csavarással előállított Armco-vas mintáról [32]

Mindezek után a következő mechanizmus alapján képzelhetjük el a nanoszerkezetű, illetve az ultrafinomszemcsés anyagok kialakulását (8. ábra).



8. ábra: Vázlat a diszlokációszerkezet átalakulásáról

Valamely intenzív képlékenyalakítási folyamat hatására a diszlokációfalakban a diszlokációsűrűség elér egy telítési értéket (8a ábra). Ekkor (energiabevitel hatására, ami lehet hőkezelésből, illetve képlékenyalakításból) egy részleges diszlokációannihiláció indul meg (8b ábra), és a szemcsehatárokon nagyjából azonos előjelű diszlokációk maradnak (8c ábra). Ezek közül a szemcsehatár-diszlokációk közül azok, amelyeknek Burgers-vektora a hátfelületre merőleges, növelni fogják az orientációkülönbséget a két szomszédos szemcse között, így kialakítva a valódi (nem cellás), vékonyfalú szemcseszerkezetet.

2.2. A szemcsehatárok szerkezete

A szemcsehatárokat sokféleképpen lehet csoportosítani. Az egyik lehetőség az, hogy megnézzük a szemcsehatárok felépítését, így meg tudunk különböztetni egyensúlyi és nemegyensúlyi határokat. Előbbi típusúak annyi diszlokációt tartalmaznak, amennyi geometriailag szükségszerű, vékonyak (2-3 atomátmérőnyi a vastagságuk), és nem jellemzi őket nagy kiterjedésű rugalmas feszültségtér. Mindig leírhatók egy egykristály elmetszésével, majd a két metszet egymáshoz képesti elforgatásával (csavart szemcsehatár) vagy eldöntésével (dőlt szemcsehatár) [33]. A nemegyensúlyi szemcsehatároknak két fontos tulajdonságuk van: többlet szemcsehatármenti energiával bírnak, valamint nagy kiterjedésű rugalmas feszültségmező jelenléte jellemzi. Ezek a szemcsehatárok nem síkok, hanem hajlottak vagy hullámosak. A TEM felvételeken ezek a határok elmosódottak, valamint nem homogén a diffrakciós kontraszt a szemcsén belül, ez is a nagy belső feszültségek jelenlétére utal, valamint a kristályrács rugalmas deformáltságát bizonyítja [30].

Egy másik lehetőség a csoportosításra a szemcsehatár által elválasztott két térfogategység orientációkülönbsége. Amennyiben ez egy bizonyos érték (a szakirodalomban általában 5-15° között van, ami nagyon nagy szórás) alatt van, akkor kisszögű határról beszélünk, ha ezt az értéket meghaladja, akkor nagyszögűről. Fontos tudni, hogy a két szomszédos szemcse között mindig lehet találni egy olyan tengelyt (kristálytani irányt), amely a két szemcsében egymással párhuzamos. Az orientációkülönbséget mindig az e tengely mentén történő akkora elforgatásnak tekintjük (fokban megadva), amely ahhoz szükséges, hogy az egyik szemcsét a másikkal azonos helyzetbe forgassuk.

2.2.1. Kisszögű határok

Az orientációkülönbség mértékén alapuló megkülönböztetés formálisnak tekinthető. A kisszögű szemcsehatárok jellemzését ezért célszerű kristálytani oldalról megközelíteni. Ilyen, tehát kristálytani értelemben azokat a szemcsehatárokat tekintjük kisszögűnek, amelyeket egyedi diszlokációk építenek fel, vagyis az orientációkülönbséget kiegyenlítő él- vagy csavardiszlokációk egymástól olyan távolságra helyezkednek el, hogy a kölcsönhatásuk nem számottevő, feszültségtereik kölcsönhatása elhanyagolható.

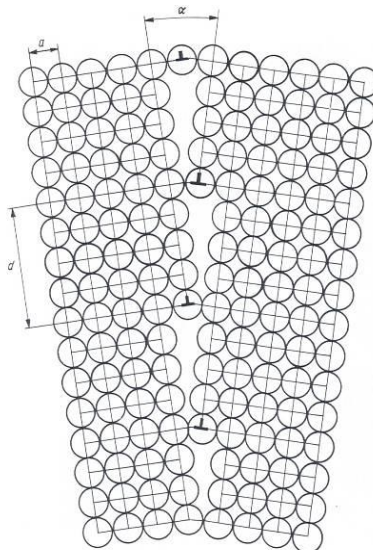
A csavardiszlokációk alkotta kisszögű határ sematikus, meglehetősen bonyolult ábrája számos szakkönyvben megtalálható.

Sokkal egyszerűbb az éldiszlokációkból felépülő dőlt kisszögű szemcsehatár kristályszerkezetét felvázolni. A 9. ábra szerinti vázlaton, adott orientációkülönbségű kristallitok közötti, egymástól d távolságra lévő éldiszlokációkból felépülő dőlt kisszögű szemcsehatár vázlata látható [34].

Az orientációkülönbség és a d távolság között az

$$\frac{a}{d} = \sin \frac{\alpha}{2} \quad (3)$$

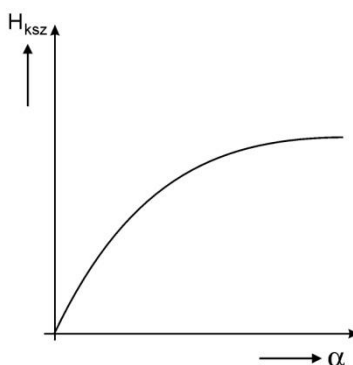
összefüggés érvényes, ahol a a rácsállandó, d a diszlokációk távolsága, α a határ által elválasztott két tartomány közti orientáció-különbség.



9. ábra: A dőlt kisszögű szemcsehatár felépítése [34]

Az orientáció-különbség növekedésével a határt felépítő éldiszlokációk távolsága csökken, feszültségterek egymásra lapolódnak, és adott, kb. $5\text{-}10^\circ$ -nyi szögeltérésnél már nem képzelhető el ez a struktúra.

Ez az egyszerű szerkezeti modell arra is alkalmas, hogy a kisszögű szemcsehatárok entalpiáját megbecsüljük. Az egyedi éldiszlokációk entalpiájára a $G \cdot b^2$ kifejezés érvényes. Mivel az éldiszlokáció vonalszerű hiba, a Gb^2 entalpia egységnyi hosszra vonatkoztatható. Egységnyi felületű határban jelenlevő éldiszlokációk hosszának összege a közöttük lévő távolság csökkenésével nő, így könnyen belátható, hogy az orientációkülönbség növekedésével a kisszögű szemcsehatár H_{ksz} entalpiája is nő. Ezt szemlélteti a 10. ábra: $\alpha < 5\text{-}10^\circ$ -ig a görbe a H_{ksz} erőteljes növekedését jelzi. Ezt az elméleti eredményt a kísérleti eredmények is megerősítik.

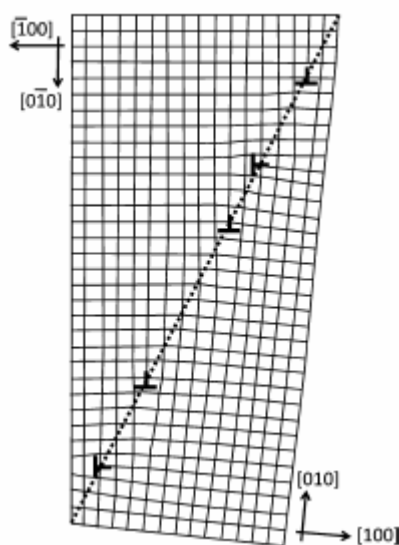


10. ábra: A kisszögű határ entalpiájának változása az orientációkülönbség függvényében

A kisszögű határok energiáját a ReadShockly-formulával is leírhatjuk [36]:

$$\gamma_{\text{gb}} = E_0 \theta (A - \ln \theta) \quad (4)$$

ahol E_0 és A a szemcsehatár síkjának orientációjától függ, de a fő paraméter a két szemcse közti θ orientációkülönbség. Egy ilyen, többféle diszlokációból álló kisszögű határt mutat a 11. ábra [37].



11. ábra: Kisszögű határ, különböző típusú éldiszlokációkból felépítve [37]

A Read-Shockley-formula érvényességét többen is vizsgálták [38, 39], és azt találták, hogy kb. 6° -os orientációkülönbség alatt jó egyezést mutat a mérési eredményekkel. Ennél nagyobb orientációkülönbségeknél a diszlokációk magjait már kevesebb, mint 10 atomtávolság választja el, és így a köztük lévő kölcsönhatások felerősödésével a rugalmas elmélet már nem alkalmazható.

2.2.2. Nagyszögű határok

Ha a szemcsehatár két oldalán lévő szemcsék orientációja egy adott koordinátarendszerhez viszonyítva legalább annyira eltér egymástól, hogy a szemcsehatár nem épülhet fel a diszlokációk felsorakozásából, mert a diszlokációk magjai egymásra lapolódnának, továbbá a két szemcse kölcsönös orientációja olyan, hogy az egyik szemcse felületén lévő atomok a másik szemcse rácspontjaihoz csak véletlenszerűen illeszkednek, a két szemcse közötti határt általános nagyszögű szemcsehatárnak nevezzük [35]. Ilyen szemcsehatárt úgy hozhatunk létre, hogy két kristályt egy-egy tetszőleges sík mentén elvágunk, majd a két kristályt a metszési síkok mentén egymáshoz illesztjük. Az első művelethez két-két szabadsági fokot használunk el, míg a kristályok egymáshoz illesztéséhez egyet; vagy másképpen szemlélve a helyzetet, azt mondhatjuk: a két kristály kölcsönös orientációját három, míg a határ hajlását két szabadsági fok határozza meg. Egy általános nagyszögű szemcsehatárnak tehát öt szabadsági foka van, azaz öt független adattal egyértelműen megadható.

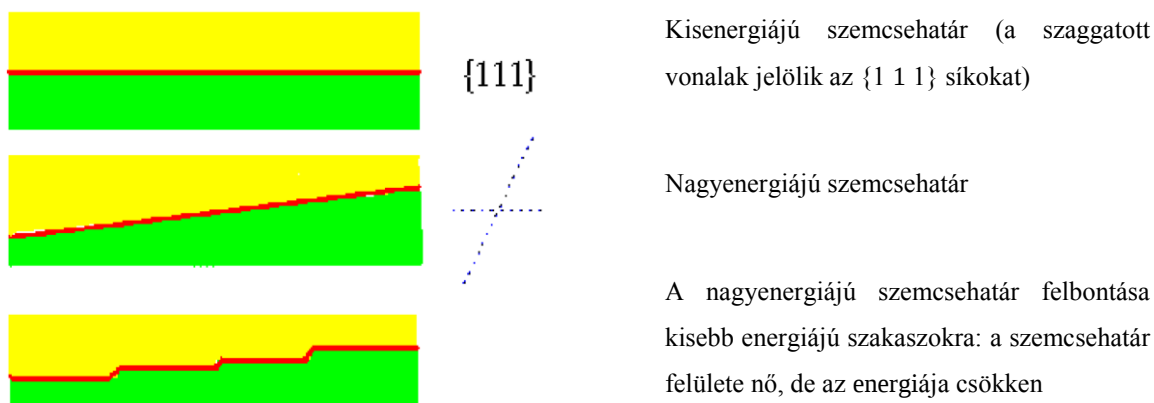
A nagyszögű szemcsehatárokat a felületi szabadentalpiával és a felületi feszültséggel jellemezzük. A felületi szabadentalpia a rendszer szabadentalpiájának a határ egységnyi felületére vonatkoztatott megváltozása egy geometriai határ keletkezése esetén. Vizsgálatok során

kimutatták, hogy a szemcsehatárzóna méreteihez képest nagy minták esetében a felületi szabadentalpia nem függ a szemcsehatárok helyi görbületeitől számottevően [40]. A szemcsehatár felületi feszültsége az a munka, amely a szemcsehatár felületének deformációval történő megnöveléséhez kell, a szemcsehatárban lévő atomok számának megváltozása nélkül. A felületi szabadentalpia és a felületi feszültség a csúsztatófeszültségek ébredése miatt szilárd anyagokban nem egyezik meg, azok csak a folyadékokban egyenlők.

Amennyiben a két szomszédos szemcse orientációja között meghatározott orientációs kapcsolat van, a két szemcse között húzódó szemcsehatárt speciális nagyszögű szemcsehatárnak nevezzük.

A speciális nagyszögű határ két oldalán lévő szemcsék rácsai között tehát kristálytanilag megadható összefüggés van. A speciális nagyszögű határok egyik tipikus képviselője az ikerhatár. Két szemcse akkor van ikerhelyzetben, ha az egyik orientációját tekintve a másik a tükörképének felel meg. Az a kristálysík pedig, amelyre nézve az ikerhelyzet teljesül, jelenti az ikersíkot. Ha e sík mentén a két kristály érintkezik, iker-határról beszélünk.

Általában elmondható, hogy a speciális határok valamely tulajdonsága (általában a határfelületi energiája, és az ezzel összefüggő tulajdonságok, pl. szemcsehatár-menti korrózióra való hajlam) jelentősen eltér a véletlenszerű határokétól. Ez olyan jelentős mértékű is lehet, hogy adott feltételek teljesülése esetén a határfelület úgy alakul át, hogy bár az összfelület növekszik, az összenergia csökken. Ilyen eset látható a 12. ábrán, ahol a nagy energiájú határ (középső rajz, ferde vonal) kis energiájú határszakaszokra és az ezeket összekötő kisméretű, nagyenergiájú szakaszokra bomlik [5].

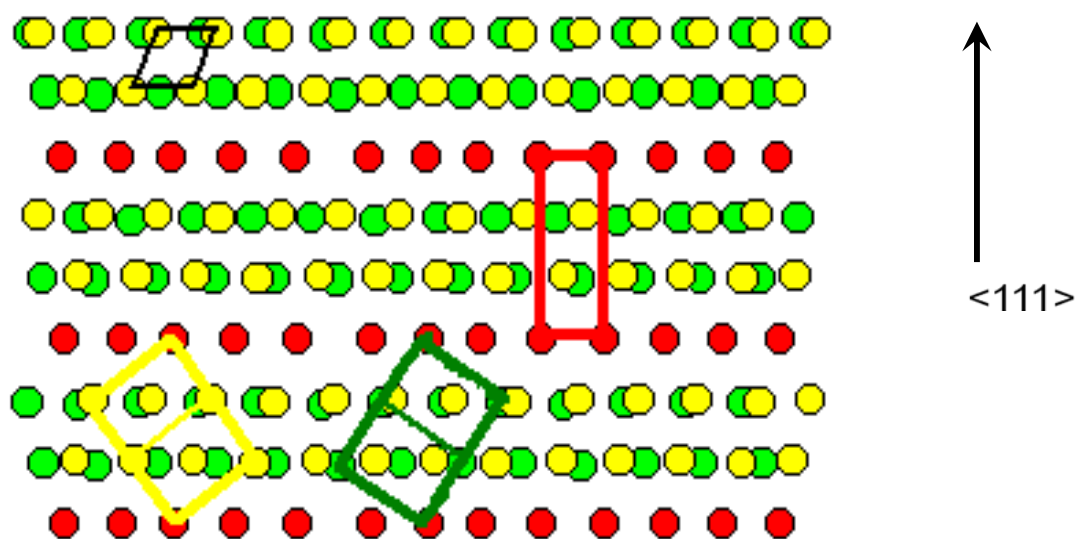


12. ábra: Nagyenergiájú határszakasz felbomlása

Mivel ez a folyamat az atomok viszonylag kis mozgásával jár, ezért – ha a hőmérséklet nem túlzottan kicsi – könnyen lejátszódhat, megváltoztatva a szemcsehatár síkját. Ha a fenti feltételezést elfogadjuk, azzal a szemcsehatár-sík helyzete már nem olyan fontos számunkra, mert a szemcsehatár-energia a folyamattal optimalizálható.

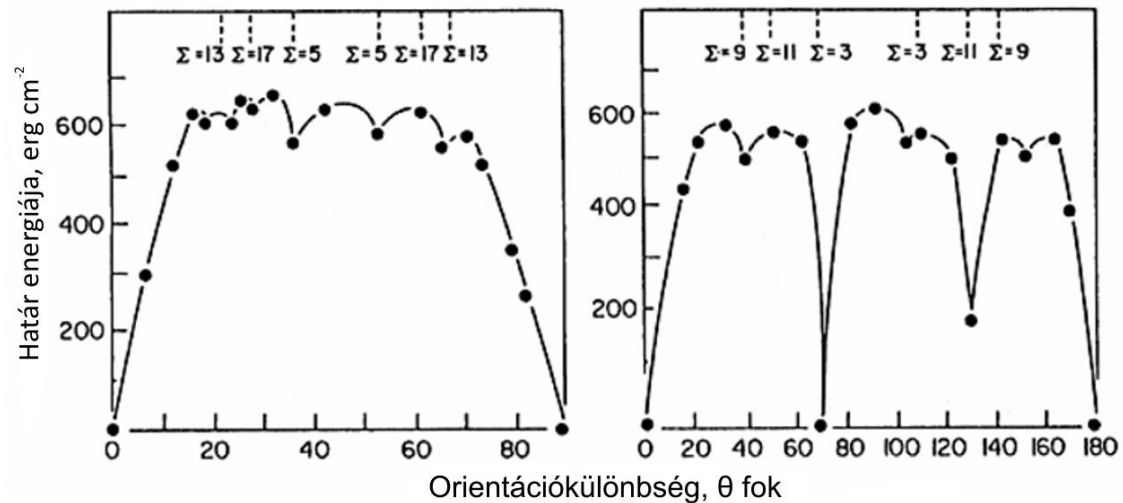
Speciális szemcsehatáron szinte mindig a CSL-határokat értik a kutatók. Mint azt már a bevezetőben említettem, ha két, egymás mellett lévő szemcsét képzeletben egymásba tolunk és

a két szemcse között egy speciális geometriai kapcsolat van, akkor előfordulhat, hogy a két szemcse egyes rácspontjai egybeesnek. Ezeket a pontokat egybeeső rácspontoknak nevezzük, az így keletkezett új kristályrácst pedig egybeeső pontok rácsának (coincidence site lattice – CSL) hívjuk. A szemcsehatár felülete ennek a CSL-nek általában valamilyen kis Miller-indexű síkja. Azt, hogy a szomszédos szemcsék minden hányadik pontja esik egybe, a Σ -értékkel jellemezzük. Egy $\Sigma 3$ -as CSL-nél például minden harmadik rácspont esik egybe. Ugyanez vonatkozik a két szemcsét elválasztó CSL-határra is. Fontos megjegyezni, hogy egy adott Σ -érték többféleképpen is megvalósítható. Tipikus CSL-határ a $\Sigma 3$ -as, amely az FKK-fémekben keletkező koherens ikerhelyzetet is leírja. Minden koherens iker $\Sigma 3$ -as határ, de fordítva ez már nem igaz: $\Sigma 3$ -as határ lehet a koherens ikertől eltérő is. Például a koherens ikerhatárnál az FKK anyagokon belül igaz, hogy $(111) \parallel (111)$, és a határfelületi energia $0,02 \text{ J/m}^2$. Ugyanakkor a $(211) \parallel (211)$ típusú szemikohérens ikrek is $\Sigma 3$ -as típusúak, de határfelületi energiájuk jóval nagyobb, $0,55 \text{ J/m}^2$. A 13. ábrán az FKK rács ikerhelyzetben lévő két szemcséje (sárga és zöld pontok), illetve a kialakult CSL (piros pontok) láthatók. A két eredeti elemi cella ikerhelyzetben van, mert egyiket az $\langle 111 \rangle$ irány mentén 60° -kal elforgatva megkapjuk a másikat, és $\Sigma 3$ -as helyzet alakult ki, mert minden harmadik rácspont esik egybe [41].



13. ábra: FKK rács vetülete az $\langle 110 \rangle$ irányból. Az $\langle 111 \rangle$ irány a lap teteje felé mutat [41]

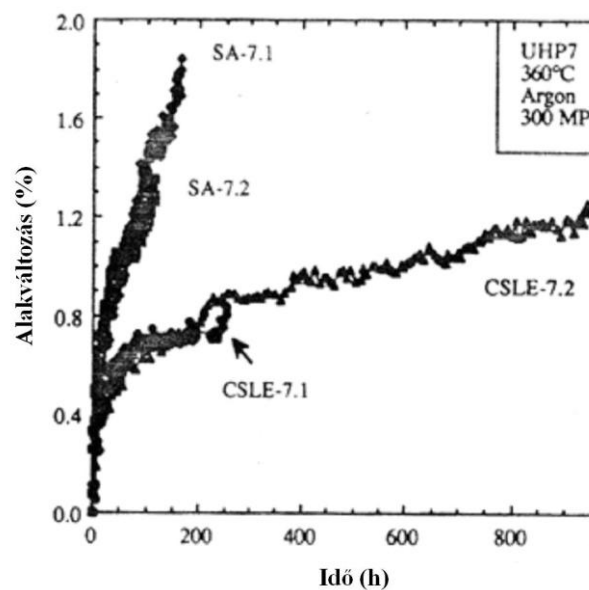
A CSL-határok jelentősége abban van, hogy határfelületi energiájuk lényegesen kisebb, mint a hagyományos véletlenszerű határoké. A 14. ábra az $\langle 100 \rangle$ vagy $\langle 110 \rangle$ tengely körüli forgatással előállított szimmetrikus, döntött határok számított energiáját mutatja alumíniumban [16].



14. ábra: Az $\langle 100 \rangle$ vagy $\langle 110 \rangle$ tengely körüli forgatással előállított, szimmetrikus döntött határok számított energiája alumíniumban, az orientációkülönbség függvényében [16]

Látható, hogy a kisebb Σ -értékeknel a szemcsehatár-energia is valóban kisebb lesz, de nehéz pontosan meghatározható összefüggést találni. Az azonos Σ -értékkel, de különböző energiával szereplő határoknál a szemcsék orientációs kapcsolata azonos, de a szemcsehatár síkja különböző.

A CSL-határok szerepével, illetve azok hatásával a különböző károsodási folyamatok során többen is foglalkoztak. A 15. ábrán nikkelalapú ötvözet kúszási görbéi láthatók. Az SA jelű ötvözetet hagyományos módon lágyították, a CSLE jelűt pedig speciális termomechanikus kezelésnek vetették alá (lásd később), amelynek következtében a CSL-határok fajlagos aránya mintegy háromszorosa az SA ötvözethez képest [42].



15. ábra: Ni-alapú ötvözet kúszásdiagramja [42]

Az ábrából kitűnik, hogy a nagy mennyiségű CSL-határt tartalmazó ötvözet sokkal jobban ellenáll a kúszásnak, mint a hasonló összetételű, de zömében véletlenszerű határokat tartalmazó anyag.

Az ilyen és hasonló megfigyelések alapján Watanabe bevezette a „Grain Boundary Design and Control” (szemcshatár-tervezés és –kontroll) koncepcióját [7], amit később a Grain Boundary Engineering (GBE, szemcsehatár-technológiák) kifejezés elterjedése követett. Ugyancsak ő vezette be a Grain Boundary Character Distribution (GBCD) fogalmát, amivel a szemcsehatár-szerkezet számszerűen minősíthető. Watanabe a kifejezést a szemcsehatárok különböző típusai, előfordulási gyakoriságuk és konfigurációjukként definiálta [43]. Más megfogalmazásban a GBCD a határok által elválasztott szemcsék orientációkülönbsége és a határfelület síkjának orientációja szerint megkülönböztetett szemcsehatárok relatív területeit jelenti. Ezt követően számtalan munka jelent meg a GBCD-ről különböző (elsősorban FKK) anyagokról. A TKK anyagokban az ikerképződésnek, és általában a speciális szemcsehatárok kialakulásának jóval kisebb az esélye a nagy rétegződésihiba-energia miatt.

Lin, Palumbo és társai a kis Σ -értékű CSL-határokat nagy arányban tartalmazó anyagok előnyös tulajdonságait (korrózióállóság, szemcsehatármenti kiválások) mutatták meg nikkelötvözetek, korrózióálló acélok, hőálló szuperötvözetek, akkumulátorrács anyagok, IF-acélok esetében [47, 48]. Feltételezték, hogy a lágyítási iker az összes szemcsehatár kétharmadánál nem tehetnek ki nagyobb részt, és ezt kísérleti úton igazolták.

Shimada és társai kimutatták, hogy a szemcsehatármenti feszültségkorrózió jelentősen csökkenthető AISI 304 típusú ausztenites acél ötvözetekben a kisenergiájú CSL-határok előfordulási gyakoriságának növelésével [46]. Kéregyítés után 0-60% mértékben hidegen hengerelték a mintákat, majd fél órán keresztül 1023 °C-on hőkezelték, végül vízben lehűtötték őket. Megvizsgálták a szemcsehatártípus-eloszlást, és a legnagyobb CSL-határ arányt az 5%-ban alakított mintáknál találták. Ezután korróziós vizsgálatoknak vetették alá a mintákat, ahol a legnagyobb CSL-hányaddal rendelkező minták szerepeltek a legjobban.

Tsurekawa és társai ausztenites acél esetében végrehajtották a szemcsehatár-hálózat, ezen belül a véletlenszerű szemcsehatárok kapcsolódásának kvantitatív értékelését, majd a szemcsehatár-szerkezet kapcsolódásával és a GBCD-vel kapcsolatban kiértékelt paramétereket kapcsolatba hozták a korrózióval [47].

Bi és társai AISI 304 típusú termomechanikusan kezelt acélban (5%-os hideghengerlés után félórán keresztül 1050 °C-on hőkezelték, majd öt órán keresztül 700 °C-on öregítették, végül vízben lehűtötték a mintákat) vizsgálták a karbidkiválásokat a speciális szemcsehatárok mentén [48]. Azt találták, hogy a kis Σ -értékű határoknál nem váltak ki karbidok, valamint kevésbé jött létre krómszegény réteg a határok mentén. Ezzel nemcsak a korrózióval szembeni ellenálló-képességet növelik, hanem megszakítják a folytonos korróziós hálózatot a felületről (azaz a korróziós folyamatok terjedése lelassul az anyag belseje felé haladva az előnyösebb tulajdonságú speciális szemcsehatárok véletlenszerű szemcsehatárok közötti megjelenése miatt). Többet további hasonló vizsgálatokról számoltak be [49-52].

2.3. Termomechanikus kezelés

A következőkben összefoglalom mindazokat a technológiákat, amelyek úgy módosítják az anyag állapotát, hogy ehhez képlékenyalakítást és hőkezelést alkalmaznak, egyszerre, vagy egymástól elkülönülten. A dolgozatban bemutatandó kísérletek miatt három típust különböztetek meg:

1. statikus hidegalakítást követő hőkezelés (egyszeri vagy ciklikus)
2. ciklikus dinamikus alakítás folyamatosan változó hőmérsékleten (többtengelyű kovácslás)
3. hőkezelést követő hidegalakítás, majd újabb hőkezelés (ilyenkor a kiinduláshoz szükséges nagy diszlokációsűrűséget hozzuk létre az első hőkezeléssel).

2.3.1. A termomechanikus kezelések csoportosítása

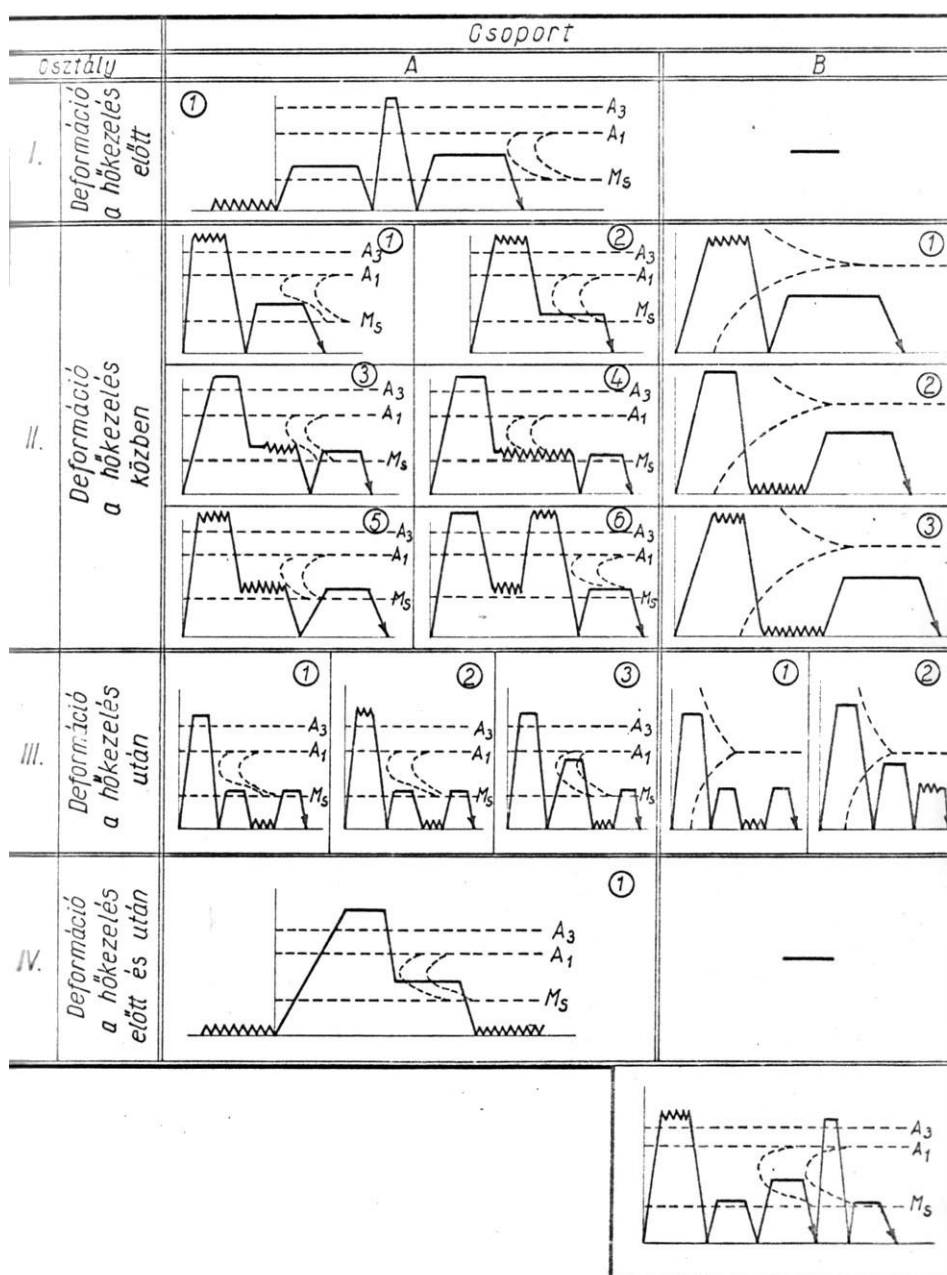
A termomechanikus kezelési technológiák kifejlesztése az 1950-es években kezdődött. A technológia úttörő fejlesztői Harvey [9], valamint Lips [10] voltak. Harvey (a martemperálás feltalálója) tapasztalta, hogy ha a martemperáláshoz lehűtött gyengén ötvözött, de nagy karbontartalmú, vékony acéllemezt söréteznek, akkor a sörétezett rész az ausztenit bomlása után keményebb lesz, és csökken az át nem alakult ausztenit mennyisége. Lips és Van Zuilen vékony rugóacélszalagot túlhűtött ausztenites állapotban hengerelt, mely után jelentős szilárdságnövekedést mutattak ki. Eredményeik hatására kutatások indultak az eljárás ipari alkalmazásának lehetőségeire, mivel így lehetőség van olcsóbb anyagok esetén is a drágább, nagyobb ötvöztartalmú anyagok tulajdonságainak elérésére, illetve a nagyobb ötvöztartalmúak esetében speciális tulajdonságok kialakítására [11].

A hőkezelések és a képlékenyalakítás összekapcsolásának lehetőségeit Bernstein foglalta össze [12]. A 16. ábrán az egyes eljárások hőmérséklet-idő diagramjai láthatók. Ezek közül az elvi lehetőségek közül csak keveset alkalmaznak a gyakorlatban. Leggyakrabban a II.B.1 és a IV.A.1 eljárásokat alkalmazzák. A II.B.1 eljárás alkalmazása: villamos vezetékhelyzetek (pl. Al-Mg₂Si) előgyártmányainak extrudálásánál az extrudálószerszámból kilépő alakos alumíniumrudat közvetlenül vízbe vezetnek (edzés), majd öregítik. A IV.A.1 eljárás pedig az acélhuzal gyártásánál alkalmazott patentírozás. Az eljárások célja a szokásos hőkezelési eljárásokkal elérhető szilárdsági tulajdonságoknál nagyobb értékek elérése. Mivel ötvöztelen acélok esetén ismert termomechanikus eljárásokkal extrém tulajdonságokat lehet elérni, ezért van értelme hőkezelés-alakítás kombinációkkal kísérletezni nagy szilárdságnövekedés elérésére más anyagok esetében is. A feltüntetett egyéb eljárások közül a legismertebb a II.A.3. jelű, amelynél az acélt A₃ hőmérséklet felett ausztenitesítik, majd gyorsan hűtik a rekristallizációs hőmérséklettartomány alá, de a martenzites átalakulás kezdeti hőmérséklete (M_s) fölé. Ezután képlékenyen alakítják, majd gyors hűtéssel martenzitesre edzik, végül megereszlik. Az eljárás angol neve „low ausforming”, a magyar nyelvű irodalomba Verő József „hideg melegalakítás” néven vezette be [13].

A hideg melegalakítás lényegében a TRIP-acél gyártástechnológiáját jelenti: Verő szerint közepesen ötvözött acélfajták esetében lehetőség van 400...550 °C-on túlűtött ausztenites állapotban történő alakításra, amikor a deformált, nem újrakristályosodott ausztenit alakul át és ennek eredményeként meglepő tulajdonságokhoz juthatunk. A hideg melegalakítás után martenzitté átalakult acél szakítószilárdsága és folyáshatára nagyobb, szívóssága azonban lényegében ugyanolyan, esetleg jobb, mint a nem alakítotté.

A másik ismert eljárás a II.A.1. jelű. Ez a „kovácsmelegből edzés” régi technológiáját takarja. Ennek az a lényege, hogy az alakítást az ausztenitmező alsó határán kell végrehajtani és az alakítás után azonnal, gyorsan lehűteni. Az alakítást és edzést követő megeresztés után adódó szilárdság nagyobb, mint az azonos hőmérsékleten megeresztés utáni szilárdság, anélkül, hogy az anyag képlékenysége lényegesen megváltozna. Az angol irodalomban az eljárást high ausformingnak, cold-hot workingnek vagy modified ausformingnek nevezik, magyarul pedig Verő óta meleg hidegalakításnak nevezzük; bár ez a kifejezés nem túl elterjedt [11].

Mint a fenti példákból látszik, a termomechanikus kezeléseket kezdetben elsősorban mechanikai tulajdonságok javítására használták. Az 1980-as években azonban felfedezték, hogy a szemcsehatár-szerkezet módosítására kitűnő lehetőséget kínálnak a termomechanikus kezelések. A szemcsehatárok módosítását célzó termomechanikus kezelések esetében szinte kizárólag az I.A jelű eljárást alkalmazzák, annyiban leegyszerűsítve, hogy az alakítást követő hőkezelés nem több, hanem egy lépésben történik. Mivel ezek az eljárások még nem széles körben elterjedt technológiák, nem állnak rendelkezésre megbízhatónak tekinthető paraméterek a hőkezelés idejét vagy hőmérsékletét illetően az adott anyagokhoz. Emiatt bizonyos mértékű hidegalakítás után felhevítik az anyagot, és hosszú [14] vagy rövid ideig tartó, nagy hőmérsékletű hőkezelést [15] vagy hosszú ideig tartó kis hőmérsékletű hőkezelést követően lehűtik.



16. ábra: A termomechanikus alakítási eljárások osztályozása [12]

2.3.2. Ciklikus termomechanikus kezelés

Ez utóbbiakat akár többszöri ciklusban megismétlik, ezt hívják ciklikus termomechanikus kezelésnek. Meg kell jegyezni, hogy a nagyszámú ciklikus termomechanikus kezeléssel foglalkozó kutatásnak elsősorban a szemcsehatár-szerkezetre gyakorolt hatás vizsgálata a célja, a szemcse méret-csökkenéssel általában nem foglalkoznak. A cél mindig az, hogy a speciális szemcsehatárok arányát növeljük az anyagban.

A ciklikus termomechanikus kezelések „mechanikus” része általában hideghengerlés, ritkábban húzás. A szakirodalomban két csoportra osztják a ciklikus termomechanikus kezeléseket.

Az első csoportba az alakítás-lágyítás szekvenciák tartoznak. Ilyenkor általában kisebb mértékű (tipikusan 3-7%) hidegalakítás után hosszú idejű lágyítás következik. Thomson és Randle munkájában [53] nagytisztaságú nikkelt 6%-kal deformáltak, majd 168 órán keresztül lágyítottak. Azt tapasztalták, hogy nőtt a speciális szemcsehatárok aránya.

Was és társai [42] nagytisztaságú Ni-16Cr-9Fe ötvözetten végeztek ciklikus alakítás-lágyítási kezelést. Megfigyelésük szerint már a második, illetve a harmadik ciklus után jelentősen javul a szemcsehatár-eloszlás, növekszik a speciális határok aránya.

Palumbo és társai 5-30% alakítás után alkalmaztak rövidebb idejű, 2-10 perces lágyítást. Kumar későbbi megfigyelései szerint [55-58] az ilyen fajta termomechanikai ciklusok lehetővé teszik a deformáció indukálta szemcsehatár-vándorlást, anélkül, hogy különösebb szemcsedurvulásra kellene számítani. Ez a fajta technológia lehetővé teszi finomszemcsés, textúramentes anyagok előállítását, amelyben a többszörös ikerképződés során $\Sigma 3$ -as, $\Sigma 9$ -es és $\Sigma 27$ -es határok is keletkeznek.

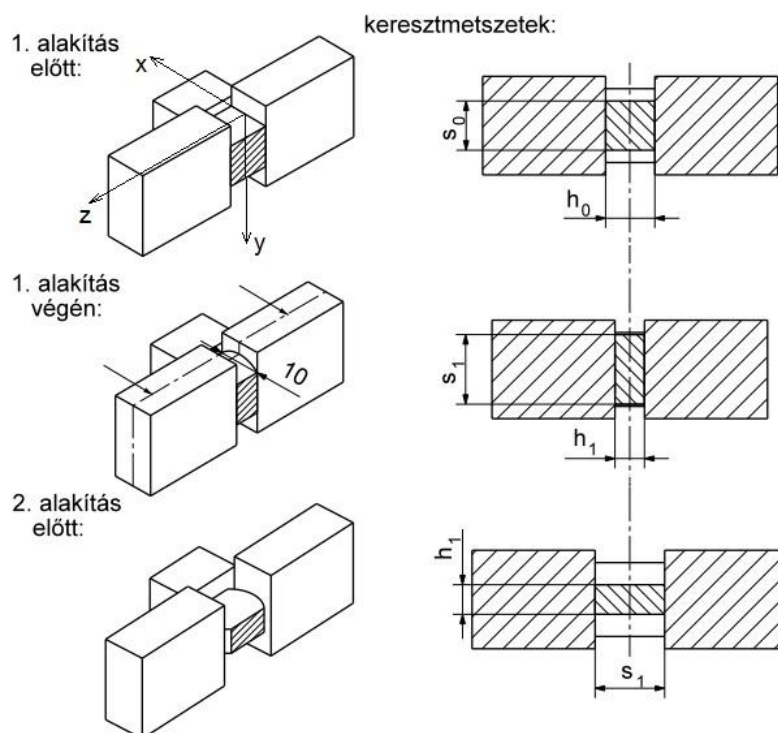
Fontos szem előtt tartani azonban, hogy ezeknek a technológiáknak akkor van létjogosultsága, ha esély van arra, hogy az ipari méretű gyártás során is alkalmazni tudjuk őket. Egy hagyományos metallurgiai üzemben a leöntött bugákat több lépésben hengerlik, majd hőkezelik. A hengerek nagy alakváltozás létrehozására képesek, viszont a hosszú hőkezelési idő nem gazdaságos. Éppen ezért többen is olyan kísérleteket végeztek [59-62], ahol nagyobb mértékű alakítást rövidebb idejű hőkezelés követett.

Schwartz és társai [63] munkájuk során tiszta réz mintákat vizsgáltak, többféle termomechanikus kezelésnek alávetve őket. Először 82%-os összenyomás után 10 perces hőkezelést alkalmaztak 400, 560 és 800 °C-on, másodszor ugyanekkora hengerlést, és ugyancsak 10 perces hőkezeléseket. A harmadik sorozatban ciklikusan deformálták a mintát mindig 20%-os vastagságcsökkentésű hengerléssel addig, amíg az eredő vastagságcsökkenés el nem érte a 67%-ot. Minden egyes hengerlés után 10 perces hőkezelést alkalmaztak 400, 560 és 800 °C-on. Azt tapasztalták, hogy bár a $\Sigma 3$ -as határok száma mindegyik esetben növekedett, csak a ciklikus kezelés során volt megfigyelhető az egyéb, tipikusan $\Sigma 3^n$ jellegű határok számának növekedése. Ez azt jelenti, hogy az egylépcsős esetekben a szemcséken belül újrakristályosodási ikrek jelentek meg, ami a statisztikát javítja, de a random határszerkezet folytonosságát nem szaggatja meg, míg a ciklikus kezelésnél a random szerkezet folytonossága gyengült.

Fontos megállapítani, hogy az itt ismertetett kutatási eredmények *nem* intenzív képlékenyalakítást alkalmaznak a hidegalakítás során, hiszen a legerőteljesebb alakváltozás sem haladja meg *általában* a 0,7 értéket. Ez adta a gondolatot, hogy kössük össze az intenzív képlékenyalakítást a ciklikus termomechanikus eljárással.

2.3.3. Dinamikus termomechanikus kezelés (többtengelyű kovácsolás)

Többtengelyű kovácsolás során egy téglatest alakú próbatestet (melynek mérete általában 10x10x195 mm és 25x25x195 mm közé esik) nagy sebességgel összenyomunk oldalról (tulajdonképpen megütünk), majd a mintát 90 fokkal elfordítva ismét összenyomjuk (megütjük). Ezt a szekvenciát tetszés szerinti számban megismételhetjük, vagyis ciklikus alakítást végezhetünk. Az alakítási sebesség elérheti a 2000 mm/s értéket is. A 17. ábrán az alakítási folyamat első néhány lépése látható.



17. ábra: A többtengelyű kovácsolás lépései

Ennek az alakításnak több jellemzője is van. Intenzív képlékenyalakításhoz $\varepsilon=1$ -nél nagyobb alakváltozás szükséges, egyes források $\varepsilon=4$ -et emlegetnek. A gyakorlatban alkalmazott alakváltozásoknál, mint a hengerlés, szúrásonként 0,3-0,4-es alakváltozás érhető el, azaz pl. egy $\varepsilon=4$ -es alakváltozáshoz 10 szúrás szükséges. Alakítás közben az anyag bámerre áramolhat, emiatt az alakítási térben rendkívül lecsökken az anyagmennyiség. A többtengelyű kovácsolás során kétirányú deformáció történik, míg a harmadik irányban az alakváltozás (a robosztus befogásnak köszönhetően) gátolt. Ezzel a módszerrel akár $\varepsilon=10$ mértékű alakváltozás is lehetséges a minta tönkremenetele nélkül úgy, hogy az eredeti keresztmetszet több mint 80%-a megmarad, és tovább vizsgálható.

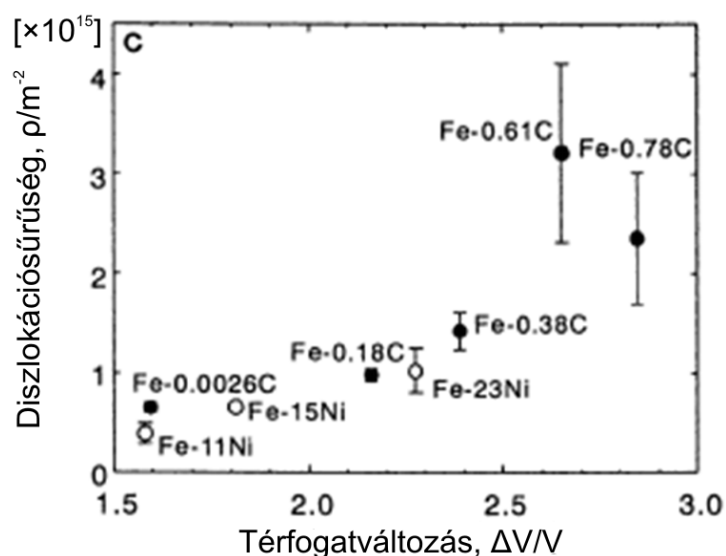
A 17. ábrán látható, hogy a kezdetben négyzet keresztmetszetű, $s_0 \times h_0 \times 10$ mm méretekkkel jellemzett alakított térfogat (kocka) az első alakítás végén íves paláستtal határolt alakzattá torzul, melynek közép-keresztmetszete egy $s_1 \times h_1$ méretű téglalap. A további alakítások során a minta 90°-os forgatása mellett a 17. ábra szerinti utolsó két lépés ismétlődik. Az íves pa-

lástfelület kialakulása a próbatest hossz tengelyének irányában („x” irány) jellemző gátolt alakváltozással magyarázható, melynek következtében a próbatest anyaga – a térfogat-állandóság miatt – oldalirányba, illetve az alakítást közvetlenül el nem szenvedő, átmeneti tartomány felé kényszerül áramlani. E palástfelület a 17. ábra szerinti „z” irányban is kis mértékben íves, mely erősen hasonlatos az egytengelyű nyomóvizsgálatoknál a szerszám és a darab közötti súrlódás hatására kialakuló hordósodás jelenségéhez. Így tehát nyírási alakváltozással is számolni kell az alakított térfogatban.

A többtengelyű kovácsolás elvégezhető szobahőmérsékleten, illetve konstans vagy változó értékű nagyobb hőmérsékleten is.

2.3.4. A kiindulási nagy diszlokációsűrűség előállítása hőkezeléssel

Az UFG-anyagok előállításához szükséges nagy diszlokációsűrűség nem csak intenzív képlékenyalakítással, hanem hőkezeléssel is előállítható egyes anyagoknál. Viszonylag kis karbon tartalmú acéloknál megfigyelték, hogy magas (1000 °C fölötti) hőmérsékletre leedzve a keletkezett martenzites szövet igen nagy diszlokációsűrűséggel rendelkezhet. A nagyszámú diszlokáció kialakulásának oka abban keresendő, hogy az ausztenit-martenzit átalakulása során létrejövő alakváltozást a martenzit kristályrácsa rugalmasan, diszlokációk (elsősorban éldiszlokációk) létrehozásával és beépítésével ellensúlyozza [65]. Elvileg ha az M_s hőmérséklet csökken, akkor a diszlokációsűrűség megnő, mert az öntemperálás miatti megújulás kisebb mértékű. Ezt a jelenséget azonban nem sikerült egyértelműen kísérletileg igazolni. Nagyobb jelentősége van viszont az ausztenit-martenzit átalakuláskor fellépő térfogatváltozásnak. Különböző átalakulási térfogatváltozással rendelkező anyagok martenzites átalakulás utáni diszlokációsűrűségét mutatja a 18. ábra [66].



18. ábra: A különböző ötvözetekben létrejövő martenzit diszlokációsűrűségének függése az ötvözetekben az átalakulás során fellépő térfogatváltozástól ([66] alapján)

Acélokban a karbontartalom is befolyásolja a martenzites átalakulást. Bizonyos karbontartalom alatt a martenzites átalakulás nem, vagy csak részlegesen következik be. Ugyanakkor a karbontartalom növekedésével megnő a különbség a tetragonális martenzit a és c rácsparamétere között, azaz nagyobb lesz az ausztenithez képesti rácstorzulás, így nagyobb diszlokációsűrűség alakul ki.

2.4. Vizsgálati módszerek

A következőkben azokról a vizsgálati módszerekről lesz szó, amelyekkel a különböző technológiákkal előállított ultrafinomszemcsés anyagok egyes tulajdonságait vizsgálni lehet. Nem térek ki azokra az eljárásokra, amelyek széles körben ismertek. Ilyen módszer a klasszikus metallográfia az optikai mikroszkópos vizsgálattal, a mechanikai anyagvizsgálatok (szakítóvizsgálat, keménységmérés). Viszont röviden ismertetem a transzmissziós elektronmikroszkópiát és a röntgenvonalprofil-analízist, és részletesebben a visszaszórtelektron-diffrakciót.

2.4.1. Transzmissziós elektronmikroszkópia

A szemcseorientáció meghatározásának legelterjedtebb módja a transzmissziós elektronmikroszkópos (TEM) vizsgálat. Ennek során egy kiválasztott területről (kihasználva a TEM kettős működését, hogy ti. egyidejűleg képes nagy nagyítású képek előállítására, és az adott terület elektrondiffrakciós vizsgálatára) elektrondiffrakciós felvételt készítünk, és azt kiértékeljük [67]. A transzmissziós elektronmikroszkópos vizsgálatok legnagyobb hátránya a bonyolult mintaelőkészítés. Fémes anyagainkat legalább 200 nm-re el kell vékonyítanunk [68], ráadásul nem lehetünk abban biztosak, hogy ez az elvékonyítás a minta mely részén valósul meg (pl. jet vagy double-jet módszer esetén). Jellemző adat, hogy a minta kimunkálásától a megfelelően vékony minta előállításáig esetleg félnapos idő- és munkabefektetés is szükséges lehet. Ezzel együtt mind a mai napig a TEM a legütőképesebb módszer a kristályos anyagok mikroszerkezeti vizsgálata terén. Az eljárás során pontokból álló mintázatot nyerünk (Selected Area Diffraction, SAD), amely azonban csak közelítést ad az orientációra, ugyanakkor a Kikuchi-mintázat alapján 0,2 foknál pontosabb orientáció is mérhető optimális esetben. Ez azért van, mert az orientáció néhány fokos eltérése esetén sem látszik a különbség a mintázatban az ún. dinamikus hatások miatt (a reciprokrácsban a reciprokrácsponatok véges átmérőjű gömbökké táguznak, és így kis orientációkülönbség esetén is még rajta vannak az Ewald-gömbön [69]). Ugyanakkor a Kikuchi-mintázat helyzete láthatóan megváltozik a minta mozgathatóságakor, mert míg az elektrondiffrakciós ábra pontjainak helyzete a beeső nyaláb irányától függ, addig a Kikuchi-ábra pozíciója a minta döntésétől [70].

Kikuchi-mintázatot kapunk viszonylag vastag kristály vagy mikrosugár alkalmazása esetén, amely mikrodiffrakció (MD) néven ismert. A lényeges gyakorlati különbség a SAD és MD között, hogy a SAD esetén a terület, amely hozzájárul a diffrakciós mintázat létrejöttéhez, egy apertúra segítségével állítható be, ugyanakkor az MD technika esetén a területet az elekt-

ronsugár mérete határozza meg. Ha összetartó elektronsugarat bocsátunk a minta felületére (Convergent Beam Electron Diffraction, CBED), akkor 1 nm átmérőjű területről vehetünk mintát. A CBED nagy felbontóképessége és pontossága miatt ez a technika különösen alkalmas mikrotextúra vizsgálathoz deformált, kristályhibákat tartalmazó minták esetén; újrakristályosodás során a csíráképződés tanulmányozására; második fázisok jelenléte esetén, mert a mintavételi hely kicsinsége megengedi, hogy gyakorlatilag adott kristályokat vizsgáljunk.

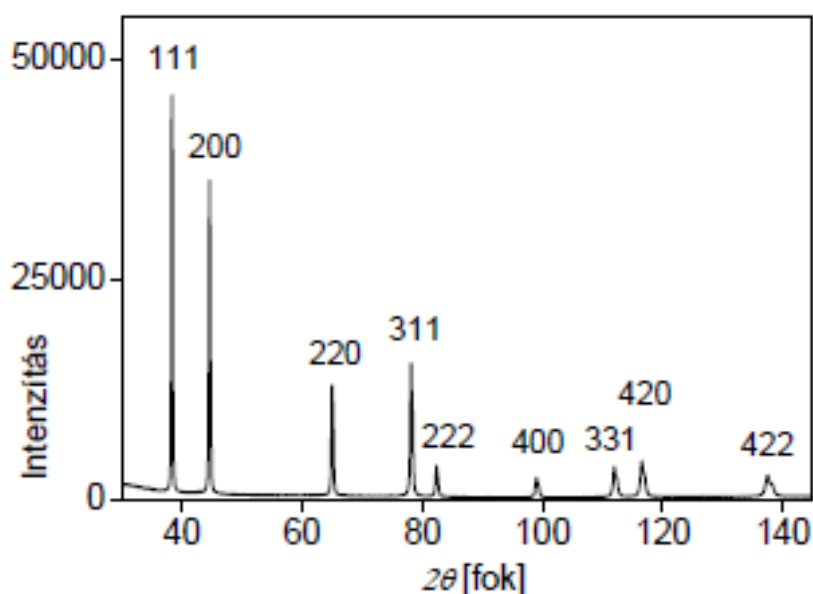
2.4.2. Röntgenvonalprofil-analízis

A klasszikus röntgendiffrakciós vizsgálat során a kristályos anyagra (általában monokromatikus) röntgensugárzást bocsátunk, amely azon a Bragg-egyenletnek megfelelően elhajlást szenved. A Bragg-egyenlet legismertebb alakja:

$$n \lambda = 2 d \sin \Theta \quad (5)$$

ahol n egy egész szám, λ a röntgensugárzás hullámhossza, d a reflexiót adó rácssíksereg tagjai közötti távolság, Θ pedig a sugárzás beesési szöge.

A beesési szög változása esetén az egymással párhuzamos kristálytani síkokról visszaverődő röntgensugarak interferálnak egymással, aminek következtében csak bizonyos, a Bragg-feltételt kielégítő szögeknél kapunk visszavert röntgensugárzást, reflexiót. Ennek a detektált reflektált sugárzásnak az intenzitását a beesési szög függvényében ábrázolva egy ún. diffraktogramot kapunk, amelyen az egyes mért reflexiókhoz csúcsjellegű intenzitásmaximumok tartoznak (19. ábra).



19. ábra: Röntgendiffraktogram, amelyben a detektált röntgenintenzitás látható a beesési szög függvényében

Amennyiben a kristályrács hibákat tartalmaz, pl. diszlokációkat, akkor a diffrakció nem egy konkrét szögnél valósul meg, hanem egy véges szögtartományon belül. Ez azt fogja eredményezni, hogy a 19. ábrán látható diffrakciós csúcsok kiszélesednek. Ugyanezt az effektust okozza az is, ha a krisztallitméret lecsökken egy adott érték alá.

Ha feltételezzük, hogy a szemcseméret lecsökkenése és a deformáció a vonalak kiszélesedésének az oka, akkor a vonalprofilok Fourier-transzformáltja a következőképpen írható le [71]:

$$\ln A(L) \cong \ln A_L^S - 2\pi^2 L^2 g^2 \langle \varepsilon_{g,L}^2 \rangle \quad (6)$$

ahol A_L^S a mérethatásra vonatkozó Fourier-együttható, L a Fourier-paraméter, g a diffrakciós vektor. A rácsdeformáció okozta vonalszélesedést a deformáció négyzetes középértékével adjuk meg, ami diszlokációk által okozott deformációk esetén [72]:

$$\langle \varepsilon_{g,L}^2 \rangle = (b/2\pi)^2 \rho C f(\eta) \quad (7)$$

ahol b a Burgers-vektor, ρ a diszlokációsűrűség, $f(\eta)$ pedig az ún. Wilkens-függvény, amelyben $\eta = R_e/L$, az R_e pedig a diszlokáció külső levágási sugara, amely azt mutatja meg, hogy a diszlokációk deformációs tere a magtól milyen távolságra tekinthető elhanyagolhatóan kicsinek. A C faktor kifejezi, hogy a vonalprofil-szélesedés a Burgers-vektor, a diszlokáció vonalvektor és a diffrakciós vektor egymáshoz viszonyított állásától is függ. Ez azt jelenti, hogy ugyanaz a diszlokációszerkezet a különböző indexű diffrakciós csúcsok eltérő mértékű kiszélesedését eredményezi. Ezt a jelenséget deformációs anizotrópiának nevezzük [73-81]. Textúramentes polikristályos anyag esetén a különböző irányú diszlokációk vonalkiszélesedésre gyakorolt hatása kiátlagolódik. Ekkor a deformáció négyzet átlag (7) egyenletébe az ún. átlagos kontraszt faktor, C kerül. Az átlagos kontraszt faktor a hkl reflexiókra a következő formulával adható meg köbös szerkezet esetén [82]:

$$\bar{C} = \bar{C}_{h00}(1-qH^2) \quad (8)$$

ahol $\bar{C}_{h00}$ a $h00$ reflexiók átlagos kontraszt faktora, a q paraméter az anyag rugalmas állandóitól és a mintában lévő diszlokációk típusától függ (tisztá éldiszlokáció esetén $q=1,3$, tisztá csavardiszlokációnál $q=2,7$), és $H^2 = (h^2 k^2 + h^2 l^2 + k^2 l^2) / (h^2 + k^2 + l^2)^2$.

A krisztallitméret okozta vonalkiszélesedést leíró Fourier-együttható adott méreteloszlás sűrűségfüggvény esetén számítható. Log-normális méreteloszlást feltételezve a Fourier-együttható alakja:

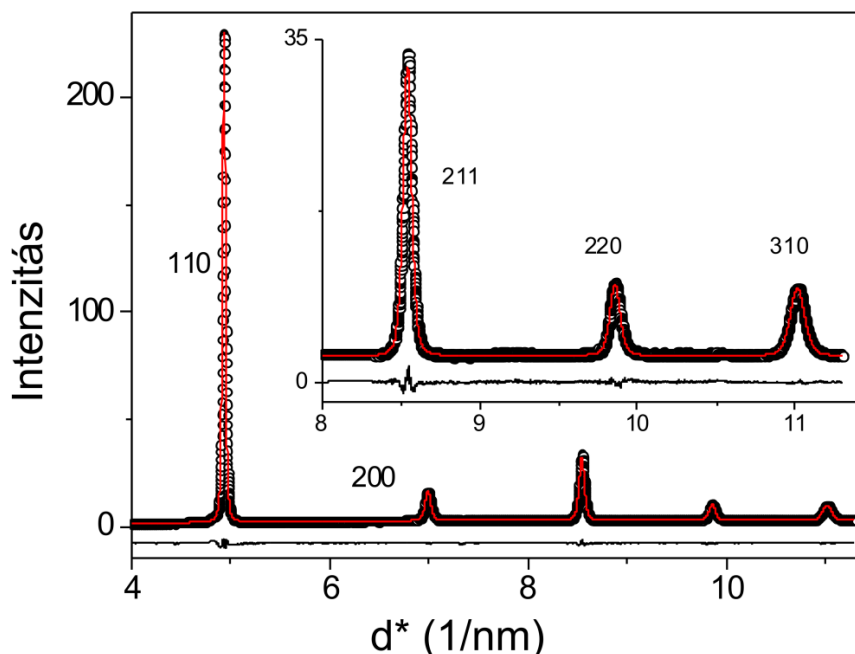
$$A^S(L) = \int_{-\infty}^{\infty} (\mu^2 - |L|) \operatorname{erfc} \left[\frac{\log \left(\frac{\mu}{m} \right)}{\frac{1}{2\sqrt{2}}\sigma} \right] d\mu \quad (9)$$

ahol $erfc$ a komplementer hibafüggvény, m és σ pedig a log-normál méreteloszlás-függvény mediánja és varianciája. Bebizonyítható, hogy az átlagos kristallitméret [83]:

$$\langle x \rangle_{\text{area}} = m \exp(2.5\sigma^2) \quad (10)$$

Az elméletben használt „szemcseméret” vagy „kristallitméret” kifejezésnek, mint Guinier [83] megmutatta, semmiféle kapcsolata nincs a metallográfiai szemcsemérettel, hanem a Wilson-elméletben is szereplő koherensen szóró tartományokat jelenti. Guinier a világosabb megkülönböztetés érdekében a „kristályblokk” elnevezést javasolta. Több szerző azonban [pl. 4] azon aggályának adott hangot, hogy bár a jól körülírt elnevezés sok félreértés elkerülését teszi lehetővé, ezzel még nem oldódik meg a koherensen szóró tartományok fogalmával kapcsolatos fizikai probléma.

A konkrét vizsgálatok során a mért diffrakciós profilokra illesztik az elmélet alapján kiszámolt csúcsokat a CMWP-módszer (Convolutional Multiple Whole Profile – konvolúciós teljes profil illesztés) segítségével [85]. Az illesztés megadja az analízisből származtatható 5 paramétert: m és σ a log-normál méreteloszlás mediánja és varianciája (amik a koherensen szóró tartományok méretének meghatározásához kellene), ρ a diszlokációsűrűség, M a diszlokáció elrendeződés paraméter (a diszlokációk minél jobban leárnyékolják egymás deformációs terét, azaz dipólokba rendeződnek, annál kisebb lesz M értéke), q pedig a diszlokáció jellegére utaló paraméter (tisztá éldiszlokáció esetén $q=1,3$, tisztá csavardiszlokációnál $q=2,7$). A 20. ábra egy tipikus vonalprofil illesztést mutat, ahol a mért profil adatait körök jelzik, míg az illesztett profilt folytonos (piros) vonal. Az illesztés a CMWP eljárással készült. A görbék alatt látható az illesztett és a mért görbék közötti különbség. A három utolsó reflexiót az ábra ki-nagyított része tartalmazza. Ugyancsak feltüntettem az egyes csúcsokhoz tartozó reflexiókat.



20. ábra: Mért és illesztett vonalprofil

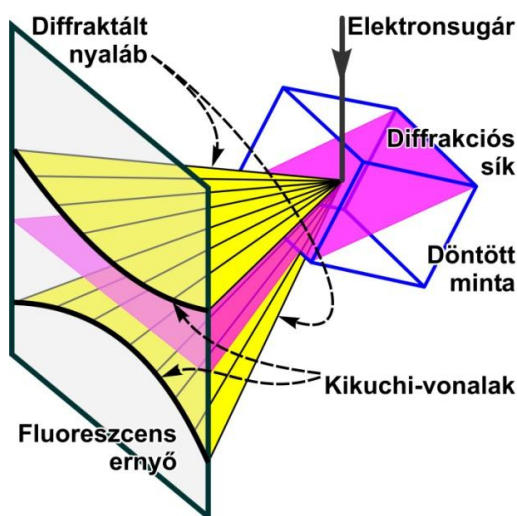
2.4.3. Visszaszórt elektron-diffrakció

A visszaszórt elektron-diffrakció (electron back scattering diffraction, EBSD) technika egy olyan mérési elrendezés, amely egyedi mérési pontok orientáció-meghatározását teszi lehetővé a pásztázó elektronmikroszkópban (scanning electron microscope, SEM).

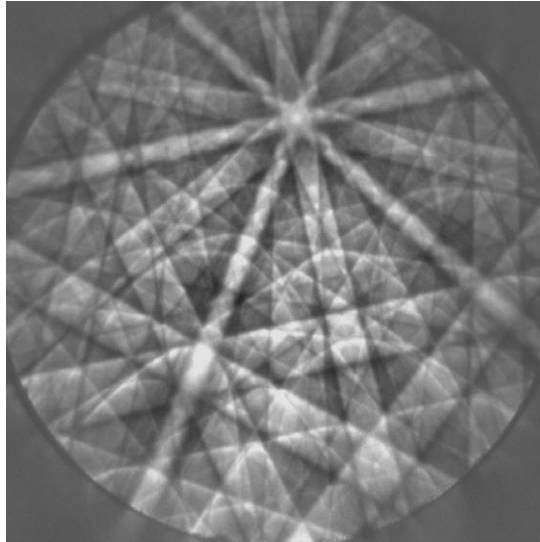
Kristályorientáció meghatározását más technikákkal is megvalósíthatjuk. Például a transzmissziós elektronmikroszkópban egy elektrondiffrakciós felvételt elkészítve, ha ismerjük a minta és a beeső elektronnyaláb relatív helyzetét, meghatározhatjuk a mérési pont orientációját. Hasonlóképpen egy röntgendiffrakciós Laue-vizsgálatnál egy egykristály orientációja meghatározható. Ezek a módszerek azonban rendkívül időigényesek. Egy megfelelő elektrondiffrakciós felvétel elkészítése, a mintaelőkészítést is beleszámítva, több óra lehet, és nem sokkal rövidebb egy Laue-felvétel elkészítése sem. Az EBSD technikával egy mérési pont orientáció-meghatározása néhány tized-, esetleg századmásodperc, ami statisztikus mennyiségű mérési adat begyűjtését teszi lehetővé, vagyis nagy felbontású orientációs térképek készíthetők elfogadható mérési időn belül.

Az ún. nagyszögű Kikuchi-szóródást 1954-ben figyelték meg először [86]. 1973-ban sikerült először a kristályorientáció meghatározása a pásztázó elektronmikroszkópban [87]. Az újabb mérőldő 1987-ben történt, amikor a számítástechnika már lehetővé tette a diffrakciós ábrák on-line indexelését [88]. 1992-től alkalmazzák a Kikuchi-vonalak felismerésére a Burns-módszert, majd a Hough-transzformációt [89, 90].

A vizsgálat a visszaszórt elektrondiffrakción (Electron Back Scattering Diffraction, EBSD) alapul. A primer elektronnyaláb útjában elhelyezett mintában a primer elektronok rugalmatlan szóródást szenvednek, majd ezek a rugalmatlanul szórt elektronok az egyes kristálytani síkokon rugalmas, a Bragg-feltételnek megfelelő újabb szóródáson mennek keresztül. Ez utóbbi diffrakció eredményeképpen az elektronok a kristálytani síkról egy kúppalást mentén szóródnak (21. ábra), és ennek a kúppalásnak, valamint egy alkalmas helyen elhelyezett felfogó ernyőnek a metszési síkjában egy jellegzetes vonalas rajzolat, az ún. Kikuchi-ábra alakul ki (22. ábra) [91].

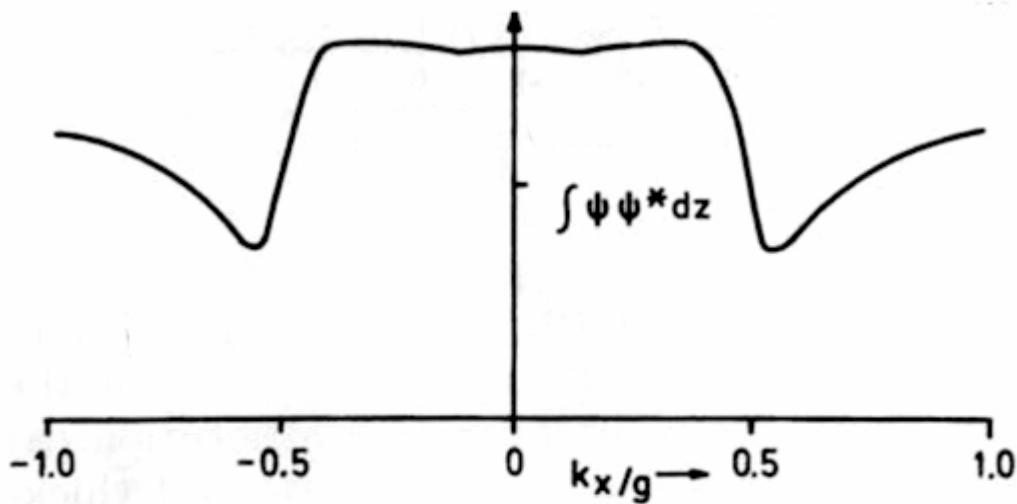


21. ábra: A Kikuchi-ábra kialakulása



22. ábra: Kikuchi-ábra

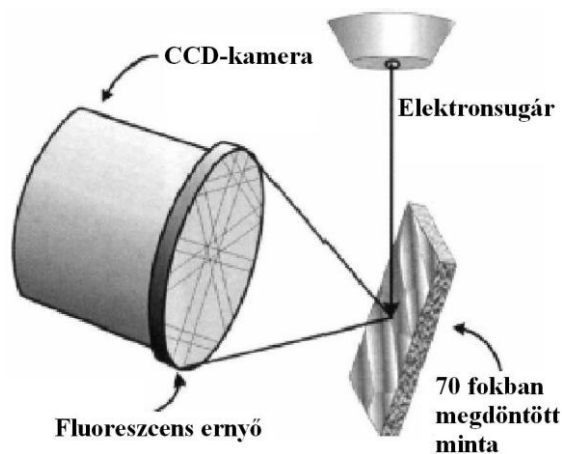
A fenti megfontolások alapján két, egymással párhuzamos vonalat kellene látnunk reflexióként, ehelyett fényes sávokat látunk. Ennek magyarázata a szóródás dinamikus tulajdonságaiban rejlik. Ha figyelembe vesszük azt, hogy a szóródott nyaláb további szóródásokat szenved a kristály periodicitása miatt (azaz a Schrödinger-egyenletben a rács periodikus potenciálját is figyelembe vesszük), akkor belátható, hogy az egyes reflexiókhoz ún. Butterfly (pillangó) intenzitáseloszlás tartozik, amint ezt a 23. ábrán láthatjuk.



23. ábra: A Kikuchi-sávok intenzitáseloszlása

Technikailag a Kikuchi-ábra detektálása egy fluoreszcens ernyővel történik, amit a pásztázó elektronmikroszkóp megfelelő helyén helyeznek el (24. ábra). A mintát kb. 70 fokban megdöntik a beeső nyalábhoz képest. Ez a döntési szög tulajdonképpen egy hagyomány miatt alakult ki, ugyanis a visszaszórtelektron-diffrakció intenzitása annál nagyobb, minél nagyobb a döntési szög. Viszont a Kikuchi-ábra kalibrálására legelterjedtebben használt 001 orientáci-

újú szilícium egykristály vizsgálatánál a minta [114] zónatengelye akkor esik a fluoreszcens ernyő közepére, ha a minta döntési szöge 69,8 fok.

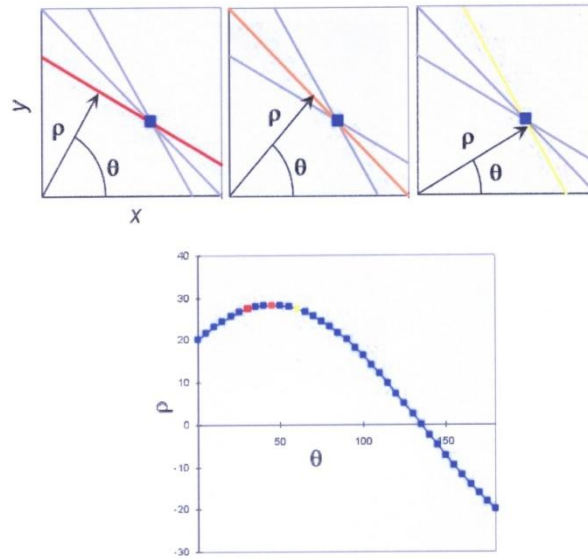


24. ábra: A Kikuchi-ábra detektálása

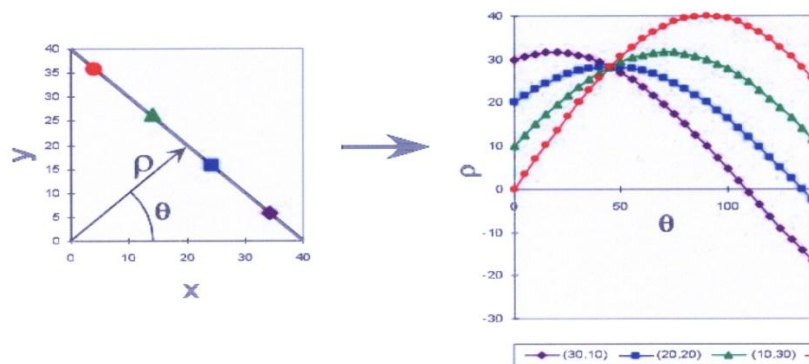
A fluoreszcens ernyőn megjelenő Kikuchi-ábra meglehetősen gyenge minőségű, ezért azt az eljárást alkalmazzák, hogy egy nagyobb területről készítsenek diffrakciós képet, amikor sok szemcse kerül reflexiós helyzetbe, és így az ernyőn egy folytonos szürke háttér keletkezik. A konkrét Kikuchi-ábra detektálásakor ezt a felvett háttérrel levonják a képből, és így kapják meg a 22. ábrán látható képet. Az intenzitás növelése érdekében a detektáló CCD-kamera pixeljeit összevonják (a kamera eredeti felbontása tipikusan 1300x1030 pixel) úgy, hogy 2x2-es, 4x4-es vagy 8x8-as tömböket képeznek belőlük. Ezzel természetesen a felbontás jelentősen lecsökken, viszont az így összevont pixelek intenzitása nagymértékben megnő, ami sokkal gyorsabb kiolvasást és feldolgozást tesz lehetővé (a mai legkorszerűbb berendezéseken 400 kép/másodperc az elérhető on-line képfeldolgozási sebesség).

A Kikuchi-ábra vonalait a Hough-transzformáció segítségével azonosítják. Ezt az eljárást eredetileg világos egyenesek azonosítására találták ki sötét háttéren. A módszer lényege az, hogy az x-y koordináta-rendszerben lévő ponton keresztül végtelen számú egyenes fektethető, amelyek viszont megadhatók két paraméterrel: az origóból rájuk bocsátott merőleges szakasz hosszával (ρ) és az x tengellyel bezárt szögükkel (θ). Egy pont képe tehát a ρ - θ koordináta-rendszerben egy jól definiált görbe (25. ábra). Egy egyenesre az x-y koordináta-rendszerben viszont végtelen számú pont fektethető, amelyekhez végtelen számú Hough-görbe tartozik. Ez azt jelenti, hogy ha egy egyenes képét a Hough-síkban (a ρ - θ koordináta-rendszerben) ábrázoljuk, akkor az egy lokális intenzitás-maximum lesz (26. ábra). Így az egyeneshez egy pont rendelhető, ami detektálható, és egy inverz Hough-transzformáció segítségével az egyenes helyzete meghatározható. Az EBSD-s mérések esetében nem világos egyeneseket, hanem világos sávokat kell azonosítani. Ennek megfelelően a Hough-síkban nem pontokat, hanem világos foltokat kapunk. Ezek intenzitáseloszlása a függőleges irányban a 27. ábrán látható módon egy pillangóeloszlás, amellyel maszkolva az ábrát a pont

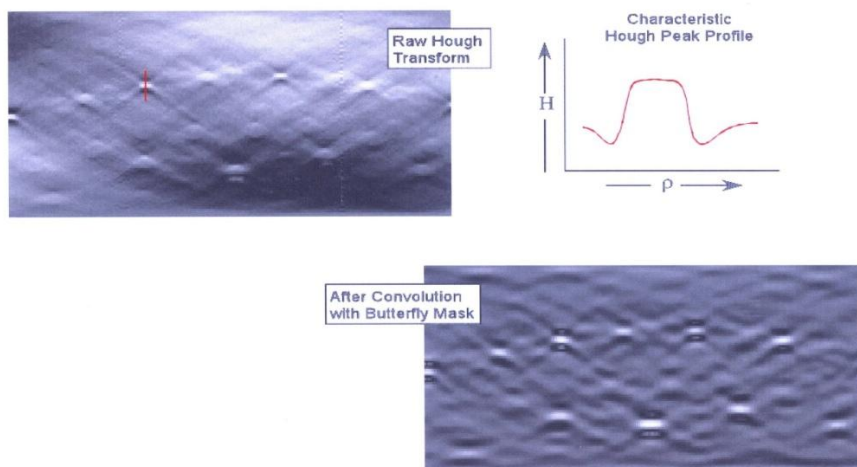
helyzete precízen meghatározható. A Hough-transzformáció segítségével tehát a vonalak helyzete beazonosítható (28. ábra).



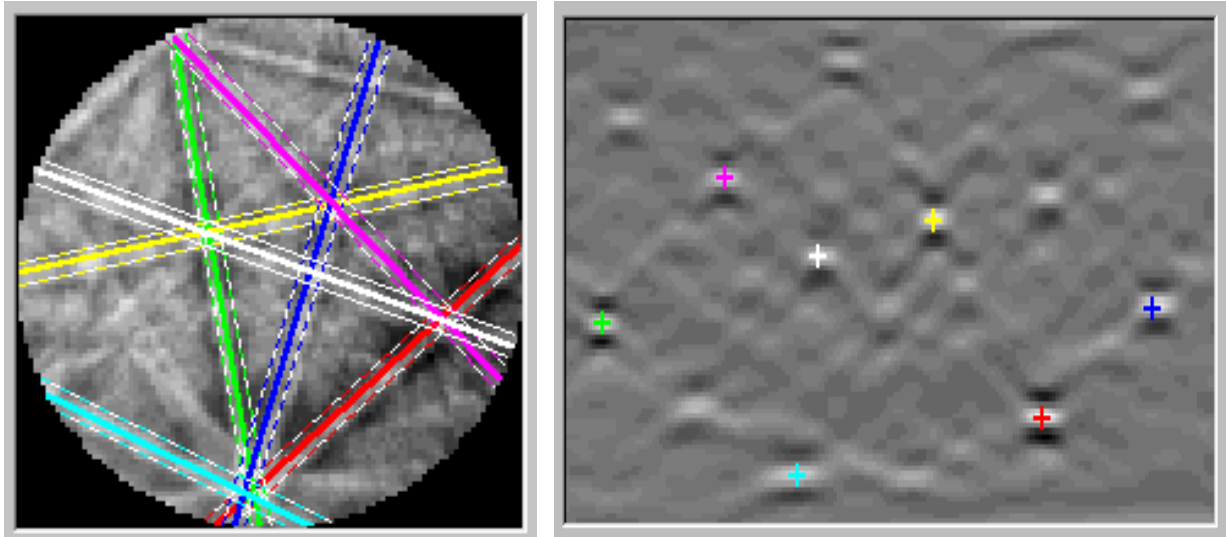
25. ábra: Egy pont képe a Hough-síkban



26. ábra: Egy egyenes képe a Hough-síkban

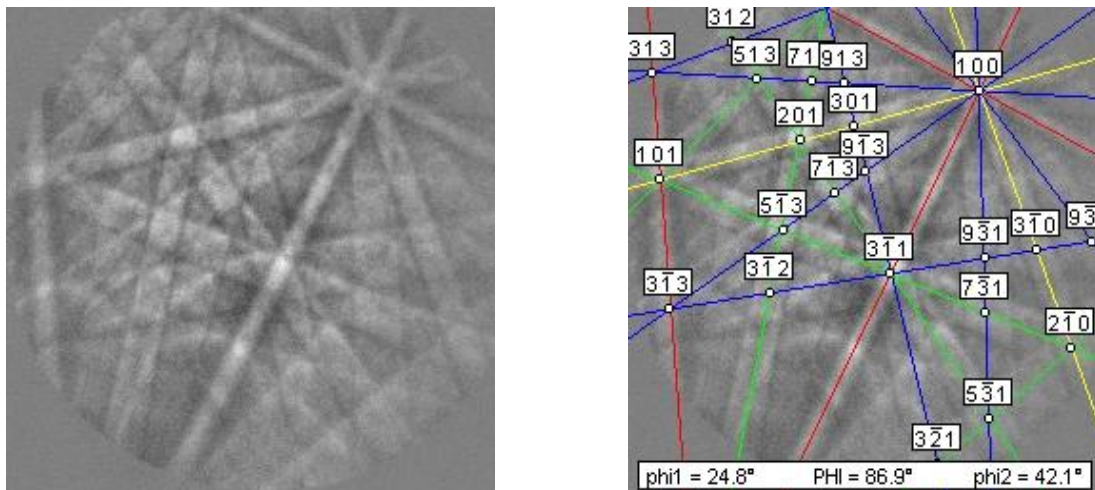


27. ábra: A Hough-sík képe, és a pillangószűrő



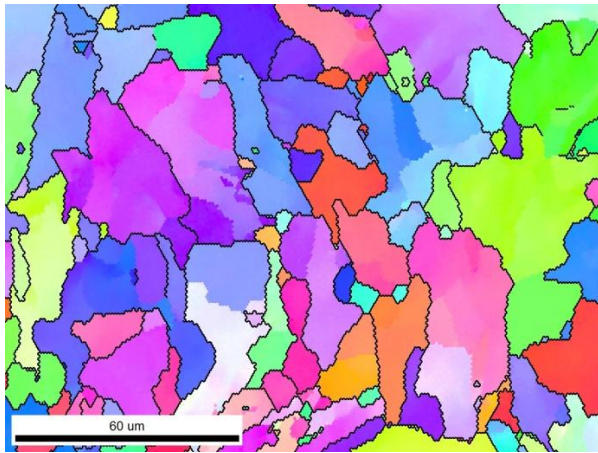
28. ábra: A Kikuchi-sávok azonosítása a Hough-transzformáció segítségével

A Kikuchi-vonalak detektálása után az automatikus orientációmeghatározás következik. A detektált vonalakat ún. tripletekbe rendezzük, azaz hármas csoportokat képezünk belőlük, és megnézzük az adott három vonal közti szögeket. Ennek alapján (a kristályrendszer ismeretében) a három vonalhoz Miller-indexek rendelhetők, természetesen többféleképpen. Amennyiben ezt minden lehetséges tripletre elvégezzük, akkor kialakul egy ún. voting table (szavazó táblázat), amelyből kiderül, hogy melyik indexelés „kapta a legtöbb szavazatot”. A továbbiakban a mérési pont orientációjaként ezt az indexelést fogadjuk el (29. ábra).

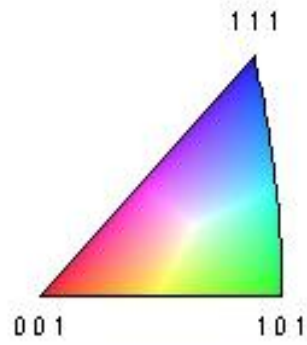


29. ábra: A Kikuchi-ábra indexlése

Az egyedi mérési pontok orientációjának meghatározásával különböző térképeket, grafikonokat, és egyéb információkat állíthatunk elő. Az egyik legtipikusabb végeredményt az ún. orientációs térkép, ami valójában nem más, mint a vizsgált minta inverz pólusára térképe. Ez a térkép úgy készül, hogy a megmért orientációkat a minta kristályszerkezetéhez rendelhető inverz pólusára egységháromszögével színekódoljuk, és így készítünk belőlük térképet (30. ábra).



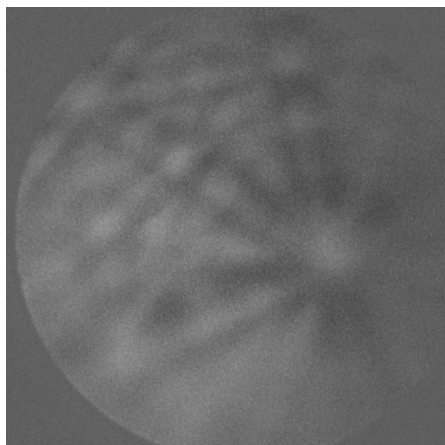
a



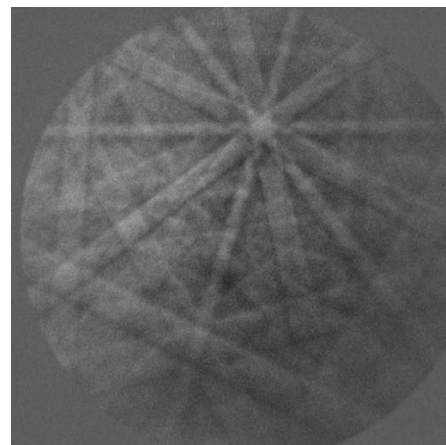
b

30. ábra: Acélminta inverz pólusábra térképe (a), és az inverz pólusábra egységsháromszögének színkódolása (b)

Egy másik fontos információ, ami a visszaszórtelektron-diffrakciós mérésekből származtatható, az az ún. képminőségtérkép (image quality map, IQ-map). Ennek az összeállításakor az egyes mérési pontokban detektálható Kikuchi-ábra minőségét vesszük figyelembe. Ez az ábra ugyanis éles és jól feldolgozható, ha a mérési pontban a kristály viszonylag ép (hibamentes), és diffúz, elmosódott, ha a mérési pontban a kristály torzult, hibás. Például a szemcsehatároknál tipikusan rossz a képminőség, hiszen itt egy erősen torzult rácsrészlettel van dolgunk. A képminőségérték valójában nem más, mint az adott ponthoz tartozó Hough-kép legnagyobb és legkisebb intenzitású pontjának az intenzitás-hányadosa. Ezeket az értékeket az ábrázolhatóság kedvéért be szokták normálni 0 és 255 közé, így szürkeségi értékeket lehet az egyes pontokhoz rendelni, és ez alapján egy (az elektronmikroszkópos képhez nagyon hasonló) szürkeárnyaltos képet lehet generálni. A 31. ábrán egy kis és egy nagy IQ-val rendelkező Kikuchi-ábrát láthatunk.



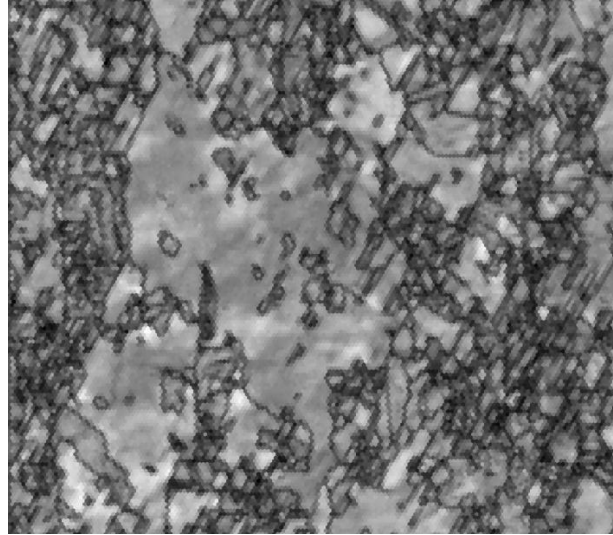
a



b

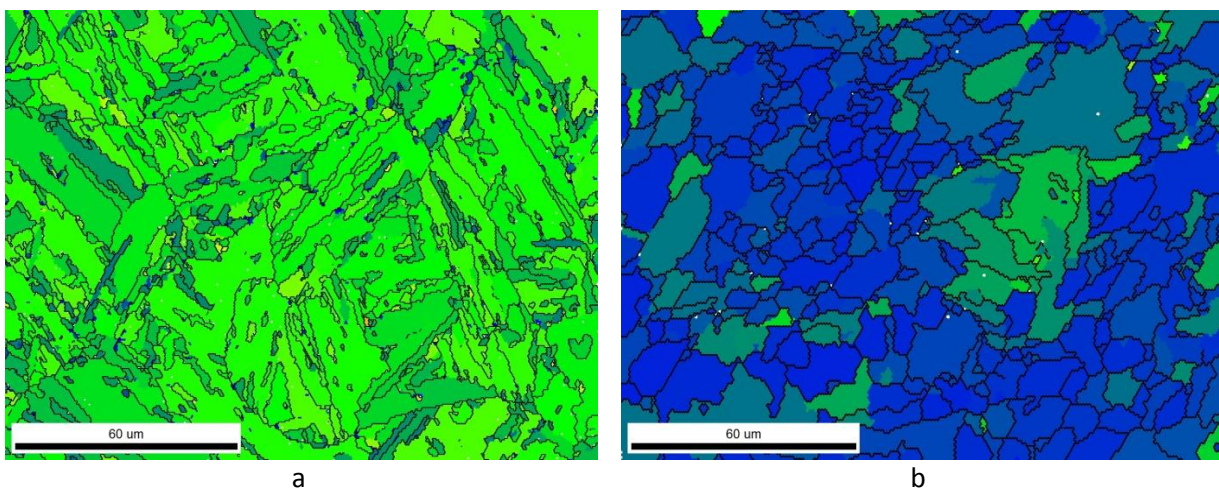
31. ábra: Kis (67) IQ-val rendelkező (a), és nagyobb (120) IQ-val rendelkező Kikuchi-ábra

A 32. ábrán egy részlegesen újrakristályosodott réz minta IQ-térképét láthatjuk. megfigyelhető, hogy az újrakristályosodott (és így kis rácshiba-koncentrációval rendelkező) tartományok jóval világosabbak, mint a még deformált állapotban lévő (és így nagyobb hibakoncentrációval rendelkező) tartományok.



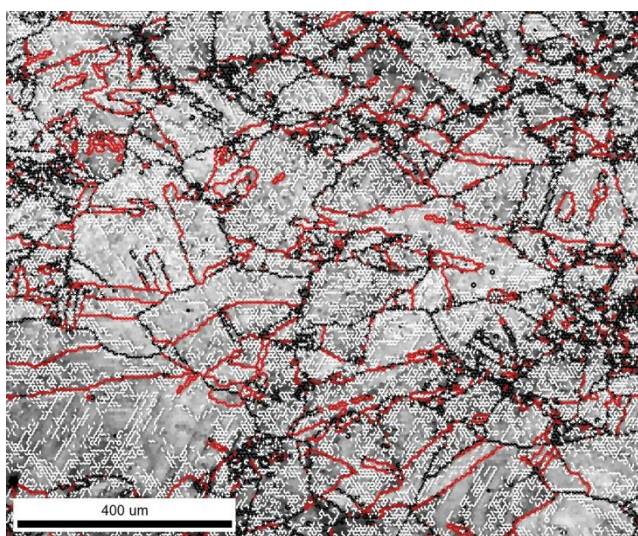
32. ábra: Részlegesen újrakristályosodott réz IQ-térképe

Egy másik térkép, amit az EBSD-s vizsgálatok alapján össze lehet állítani, a szemcsék deformációjára utal. Grain average misorientation (GAM, átlagos szemcsén belüli orientációkülönbség) a neve. Úgy készül, hogy a szemcsén belül minden szomszédos mérési pontnak kiszámítjuk a fokban kifejezett orientációkülönbségét, és ezt a szemcsére kiátlagoljuk. Ezt követően egy színskála alapján térképet rajzolunk. A 33. ábra a) része egy edzett, a b) része egy lágított acél minta GAM-térképét mutatja. A színskála a kéktől (zérus orientációkülönbség) a pirosig (5° -os orientációkülönbség) terjed. Jól látható, hogy a lágított minta átlagos szemcsén belüli orientációkülönbsége lényegesen kisebb.



33. ábra: Edzett (a) és lágított (b) acél GAM-térképe

A térképeken bejelölhetjük a szemcsehatárokat is. Az EBSD-vizsgálatoknál a szemcsehatárok nem mérhetők közvetlenül, mert vagy nagyon torzult rácsot jelentenek (és ilyenkor jól láthatók a képminőség térképeken), vagy egyszerre két szemcse orientációja is megjelenik a Kikuchi-ábrán, ami megtéveszti a kiértékelést. A szemcsehatárok típusára ezért indirekt módon, a két szomszédos szemcse orientációs viszonyaiból következtethetünk. Fontos megemlíteni, hogy az EBSD-vizsgálatok során a *szemcse* fogalma egy kissé eltér a hagyományos metallográfiában elfogadottól. A visszaszórtelektron-diffrakciós vizsgálat során a szemcsét a következőképpen határozhatjuk meg. Egy adott $n \times m$ pixeles térképezés során egy kiválasztott pixel orientációját a Kikuchi-ábrából meghatározzuk. Ezt követően a pixel szomszédjainak orientációját is kiszámítjuk, és amennyiben ezek orientációja és az előző pixel orientációja jobban eltér egymástól, mint az általunk megadott „*grain tolerance angle*”, vagyis az a maximális szögeltérés, amelynél nagyobb eltérés esetén már új szemcse részeként tekintjük a szomszédos pixelt, akkor a két pixel között szemcsehatárt tételezünk fel [91]. A két szomszédos szemcse orientációkülönbsége alapján bejelölhetjük a térképen a nagyszögű és kisszögű határokat, vagy akár a CSL-határokat is. A 34. ábrán egy képminőségterképet látunk, amelyre feketével berajzoltam a nagyszögű véletlen határokat, pirossal a CSL-határokat, és fehérrel a kisszögű határokat. A minta ausztenites acél volt.



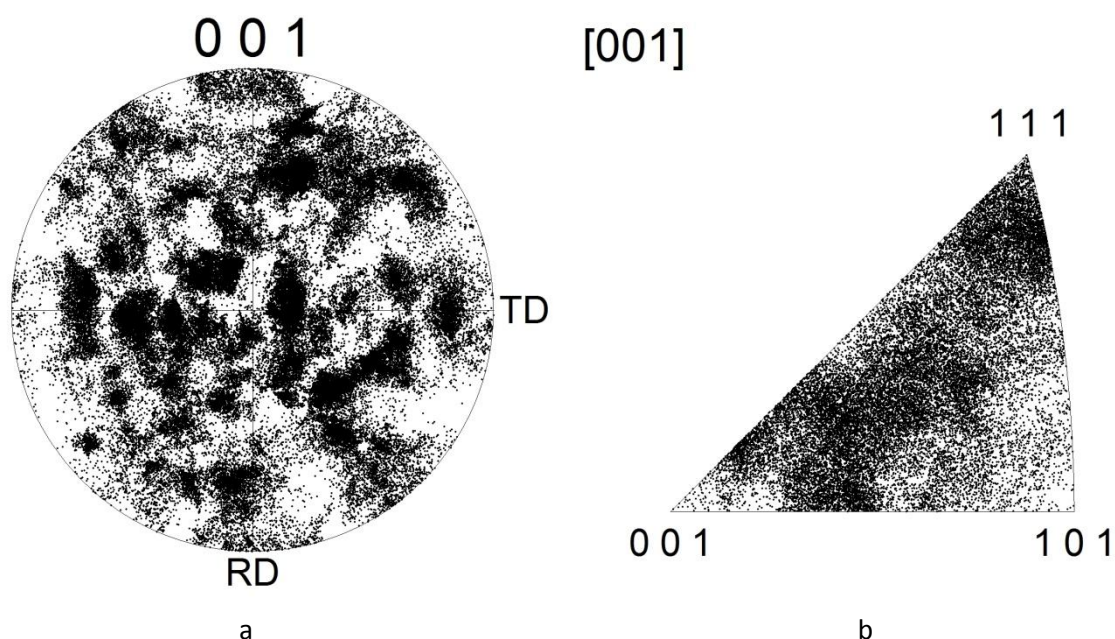
34. ábra: Véletlenszerű, CSL- és kisszögű határok ausztenites acél mintában

Az orientációs adatokból a minta textúrájára is következtethetünk. Diszkrét pólusábrát, illetve diszkrét inverz pólusábrát generálhatunk pusztán a mérési adatokból (35. ábra). Ezekben az esetekben az egyes mérési pontokból kiszámított orientációt helyeztük el a pólusábrán, illetve az inverz pólusábrán.

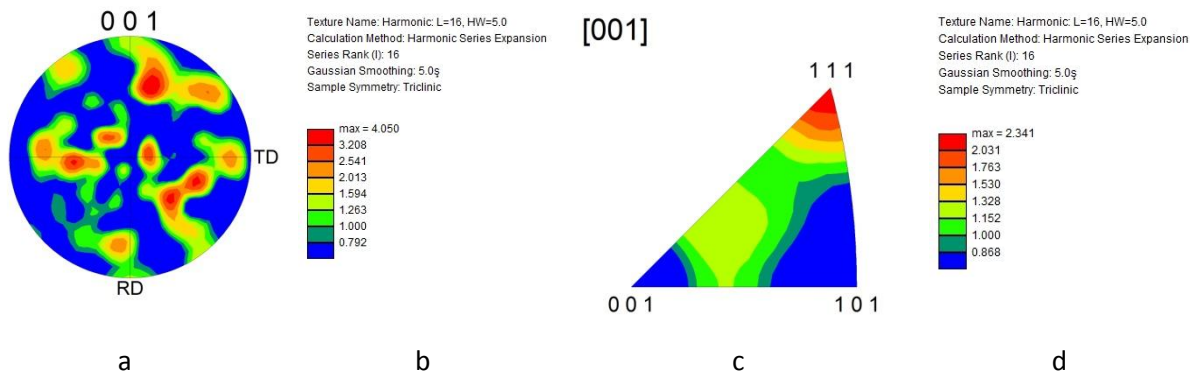
Van azonban arra is lehetőség, hogy a mérési eredményekből statisztikus módszerekkel textúra-függvényeket számítsunk ki, és így bizonyos orientációk valószínűségét határozzuk meg. Ebben az esetben az egyes orientációk valószínűségét a véletlenszerű orientáció többszöröseként kapjuk meg, azaz azt tudjuk kiszámítani, hogy egy adott orientáció a véletlenszerű orientáció hányszorosa fordul elő. A 36. ábrán ábrázolt diszkrét pólusábrából, illetve

dc_331_11

diszkrét inverz pólusábrából számolt textúra alapján megrajzolt pólusábra, illetve inverz pólusábra a 35. ábrán látható.



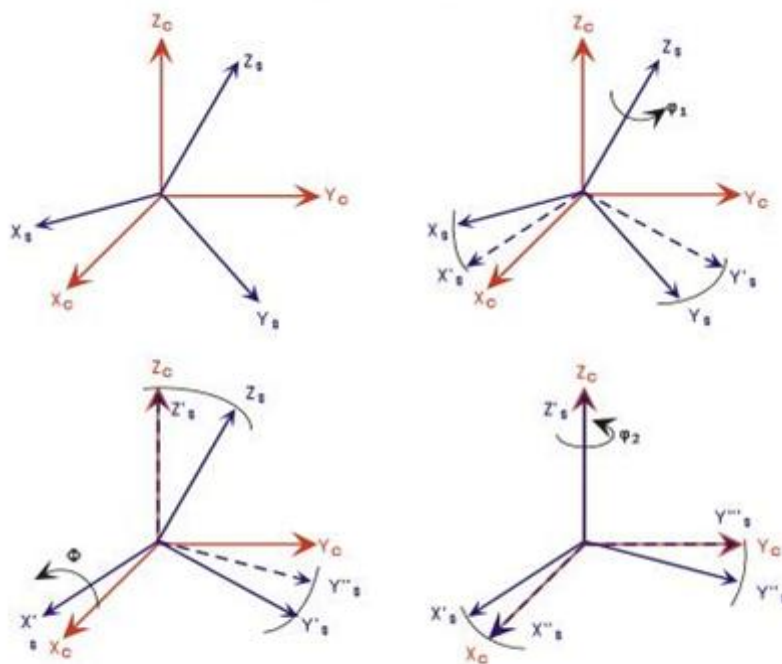
35. ábra: (001) diszkrét pólusábra (a) és [001] diszkrét inverz pólusábra a 31. ábrán bemutatott ausztenites acélról



36. ábra: Pólusábra (a) és annak színkódja (b), illetve inverz pólusábra (c) és annak színkódja (d) ausztenites acélról

Az orientáció megadásának a legkorrektebb módja az ún. orientáció eloszlásfüggvény (Orientation Distribution Function, ODF). Ehhez definiálni kell, hogy tulajdonképpen mit is értünk orientáció alatt. Az orientáció az adott mérési pontban található kristallithoz rendelhető koordináta-rendszer és a test makroszkopikus koordináta-rendszere közötti kapcsolat. Ezt a kapcsolatot többféleképpen is megadhatjuk. Például ha a kristallit és a test koordináta-rendszerének tengelyei közötti szögek cosinusát egy 3x3-as mátrixba rendezzük, akkor megkapjuk az orientációs mátrixot. Egy másik módszer szerint bebizonyítható, hogy a kristallit koordináta-rendszere 3 forgatással beforgatható a test makroszkopikus koordiná-

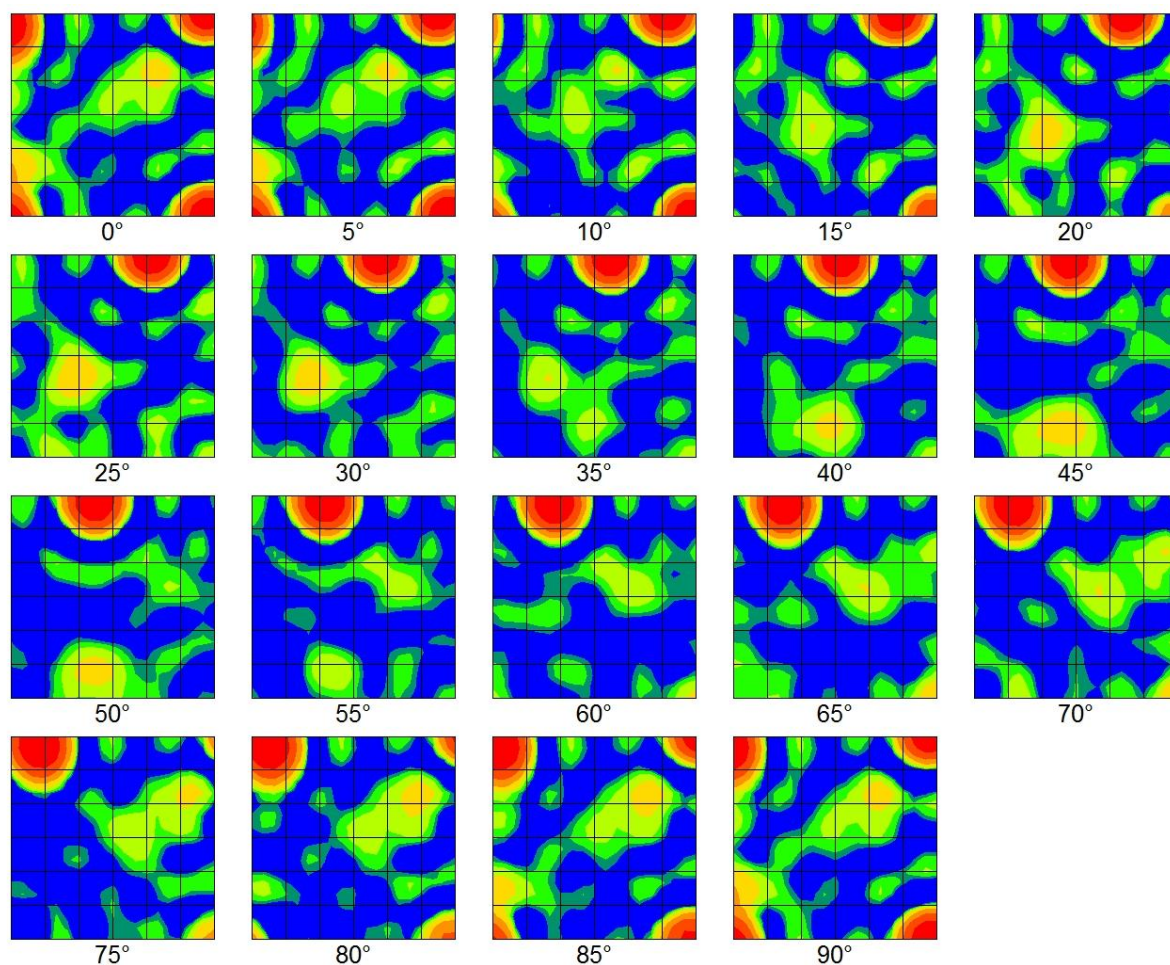
ta-rendszerébe (37. ábra). E három forgatás szögét hívjuk Euler-szögeknek, és rendre φ_1 , Φ és φ_2 -vel jelöljük.



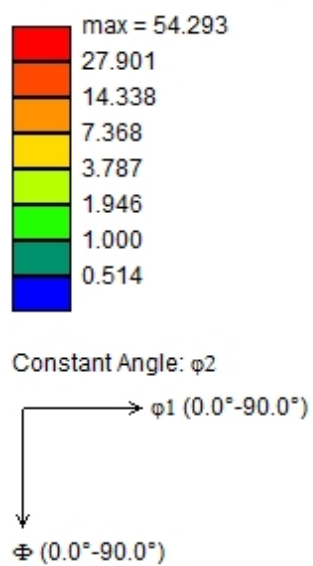
37. ábra: Az Euler-szögek értelmezése

A három Euler-szög segítségével kifeszíthetjük az Euler-teret, amelynek három tengelyén a φ_1 , Φ és φ_2 szög értéke található. Így ennek a térnek bármely pontja egy kristálytani orientációt ad meg. Ha ebben a térben feltüntetjük (pl. színkódolással), hogy melyik orientáció milyen valószínűséggel fordul elő, akkor megkapjuk az orientáció-eloszlás függvényét (pontosabban annak grafikus alakját). Ábrázolni úgy szokás az ilyen függvényt, hogy alkalmas síkmetszeteit rajzoljuk fel. A 38. ábrán egy újrakristályosodott rézminta orientációeloszlás függvénye, a 39. ábrán pedig a színkódolás (azaz hogy adott orientáció hányszor valószínűbb, mint a véletlenszerű orientáció) látható.

dc_331_11



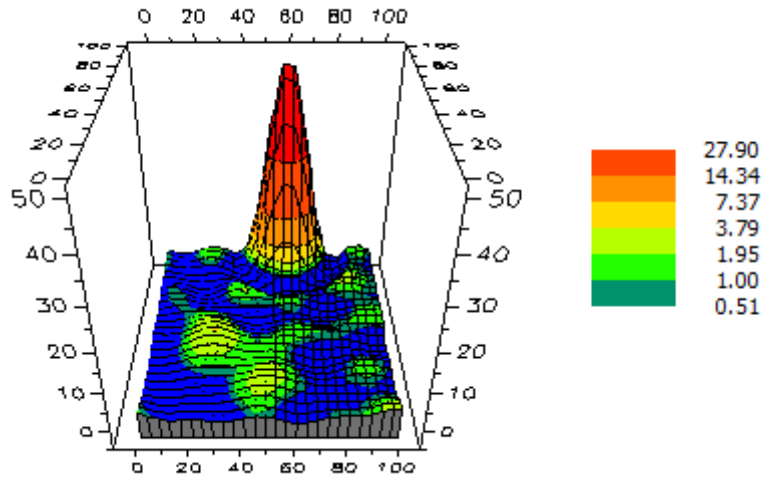
38. ábra: Újrakristályosodott réz orientációeloszlás függvénye



39. ábra: A 37. ábrán látható orientációeloszlás színekódolása

dc_331_11

A 40. ábrán a fenti orientációeloszlás függvény háromdimenziós ábrázolása látható. Jól megfigyelhető, hogy az újrakristályosodott rézben nagyon karakteres textúra alakult ki, ami az Euler-térben egy szálként, az angolszász szakirodalomban használt kifejezés szerint „fiber”-ként jelentkezik.



40. ábra: A 37. ábra ODF-jének háromdimenziós ábrázolása

dc_331_11

3. CÉLKITŰZÉSEK

Az előző fejezetben áttekintettem az ultrafinomszemcsés anyagok előállításának alapelvét, ismertettem három elvileg különböző kivitelezési módot, valamint bemutattam a fémfizikai folyamatok és a kialakult szemcse- és szemcsehatárszerkezet vizsgálati módszereit. Megállapítható, hogy többféle módszert is elterjedten használnak UFG anyagok előállítására, de közös bennük, hogy nagy diszlokációsűrűségű állapotból indulnak ki a következő lépések.

A fentiek alapján célom az volt, hogy

- megvizsgáljam, hogyan jön létre a nagy diszlokációsűrűségű állapot az egyes technikák alkalmazásánál
- milyen jellegű ez a diszlokációs szerkezet
- milyen egyéb technológiával lehet ezt a szerkezetet előállítani
- megvizsgáljam, hogy a szakirodalmi összefoglalóban ismertetett technológiák, amelyekkel vagy ultrafinom szemcseszerkezet, vagy nagymennyiségű speciális szemcsehatár állítható elő, kombinálható-e
- milyen mikroszerkezeti folyamatok révén valósul meg az ultrafinom szemcseszerkezet, és milyen folyamatok befolyásolják a szemcsehatár-szerkezetet.

Az ultrafinomszemcsés anyagok előállításának és széles körű felhasználásának az az alapja, hogy a létrejöttük során végbemenő folyamatokat és az ezek révén kialakuló tulajdonságokat nagy biztonsággal megismerjük. Ekkor lehet ugyanis előre meghatározott tulajdonságú anyagokat tervezni és előállítani. Fontos tehát e mikroszerkezeti folyamatokat a legkorszerűbb vizsgálati technikákkal nyomon követni és elemezni. Ez a kutatási tevékenység arra is alkalmas, hogy ezeket a korszerű vizsgálati módszereket teszteljük, bizonyítsuk alkalmazhatóságukat, és megállapítsuk korlátaikat.

A következő fejezetben ennek a kutatómunkának a lefolyását és eredményeit, majd az elért új tudományos eredményeket ismertetem.

dc_331_11

4. VIZSGÁLATOK, EREDMÉNYEK

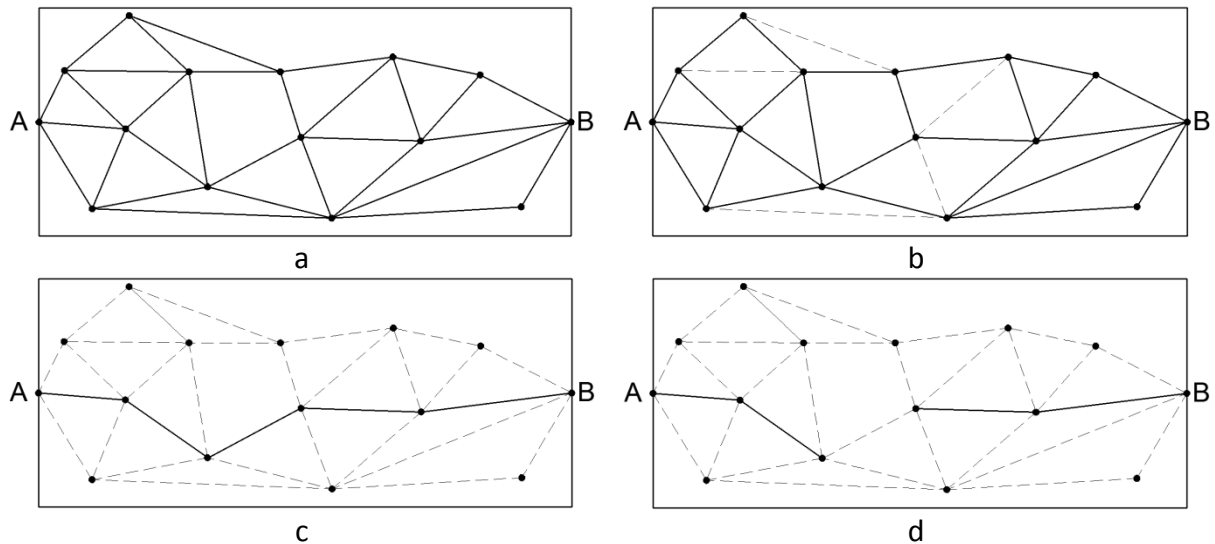
A következőkben ismertetem azokat a vizsgálatokat, amelyeket az elmúlt években végeztem (természetesen kutatótársakkal együttműködve), és bemutatom e vizsgálatok eredményeit, illetve a belőlük levonható következtetéseket is. Először a statikus ciklikus termomechanikus kezelések közül a kaliberhengeres alakítást ismertetem. Ezt követően a dinamikus termomechanikus kezelések csoportjából a többtengelyű kovácsolásos kísérletekről számolok be, majd a fejezet végén a „fordított” termomechanikus kezelések (tehát ahol előbb van hőkezelés, és azt követi képlékenyalakítás) közül egy kis karbontartalmú acélcsaládon végzett edzés-alakítás-lágyítás ciklus során megfigyelhető változásokról számolok be.

4.1. Ausztenites acél kaliberhengerlése

4.1.1. Alapgondolat

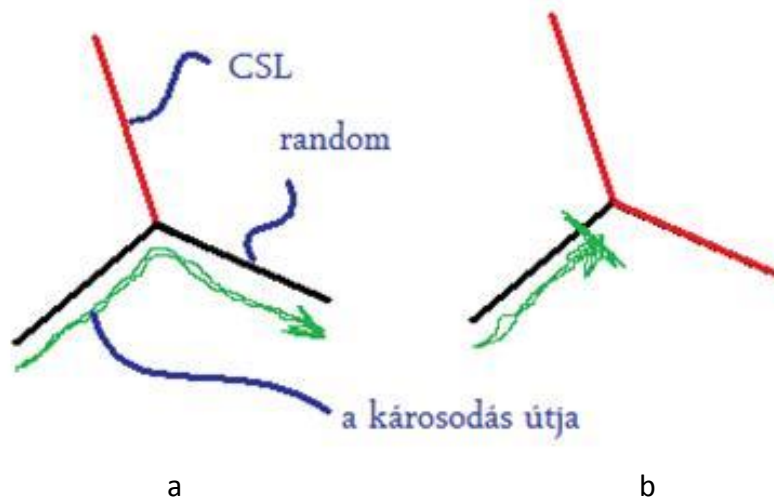
Amint azt a 2. fejezetben láthattuk, a speciális szemcsehatároknak nagy jelentősége van a fémek tulajdonságaiban. Nagy mennyiségük lassítja a kúszást, a szemcsehatármenti korróziót, valamint minden egyes olyan károsodást, ami szemcsehatármenti diffúzióval történik. A speciális szemcsehatárok relatív mennyiségét kell növelni valamilyen eljárással, de itt óvatossá kell lenni a cél megfogalmazásával. A felületen középpontos köbös kristályrácsú fémek egyszerű újrakristályosodása során számtalan koherens ikerhatár képződik, általában egy nagyszögű határral körülvett szemcse belsejében. A koherens ikerhatár speciális határ, a CSL-elmélet szerint $\Sigma 3$ -as határnak tekintendő. Így ha a szemcsehatárok hosszát lemérjük, azt tapasztaljuk, hogy a speciális határok aránya megnőtt. Azonban ez csak látszateredmény, hiszen a random határok alkotta hálózat nem töredezett össze, így a határmenti károsodásokkal szemben nem lett ellenállóbb az anyag.

A cél tehát olyan anyag előállítása, amelyben a speciális határok aránya úgy növekszik, hogy közben a véletlenszerű határok alkotta hálózat összetöredezik. A random hálózat töredezettségét egy egyszerű perkolációs modellel tudjuk leírni, amelyet a 41. ábrán látható egyszerű, de szemléletes modellel lehet a legegyszerűbben megérteni. Az ábrán sematikusan az „A” várost „B” várossal összekötő telefonhálózat-szakaszok (két központ közötti kábelek) láthatók. A 41a. ábrán a hálózat erősen redundáns, azaz a beszélgetés a két város között több úton is lefolyhat. Ha a hálózat valamilyen okból szakadozni kezd, azaz egyes szakaszok kiesnek, akkor már kevésbé lesz a rendszer redundáns (41b. ábra). További szakaszok kiesésével elérkezünk ahhoz az állapothoz, amikor már csak egy vonalon tudunk kapcsolatot létrehozni a két város között (ezt hívjuk a perkoláció határállapotának, 41c. ábra), és ha ezután bármelyik szakasz kiesik, akkor megszűnt az összeköttetés (41d. ábra). Ugyanezt kell elérnünk a fémekben is, ahol a telefonvonal-szakaszoknak a random határszakaszok, míg magának a beszélgetésnek a szemcsehatármenti károsodás felel meg.



41. ábra: Magyarázat a perkoláció megértéséhez

A véletlenszerű szemcsehatárok felszakadozottságát a következőképpen tudjuk számszerűsíteni. A szemcsehatárok találkozásánál, az ún. hármaspontoknál (triple junctions) meg kell vizsgálnunk, hogy milyen típusú határok találkoznak. Tegyük fel, hogy két véletlenszerű és egy speciális határ találkozik (42a. ábra).



42. ábra: Egy CSL és két random határ (a), illetve két CSL és egy random határ találkozása

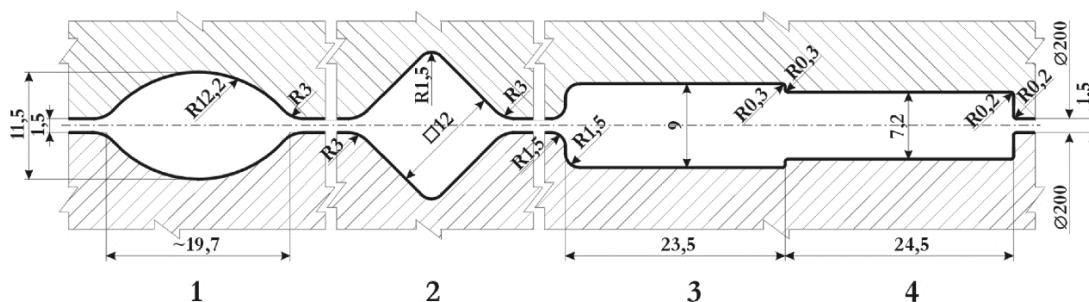
Ebben az esetben egy random határ mentén érkező károsodási folyamat folytatni tudja az útját a másik random határ irányában. Ha azonban a hármaspontban két speciális és egy véletlenszerű határ találkozik (42b. ábra), akkor a véletlenszerű határ mentén érkező károsodási folyamat elvileg nem tud továbbhaladni a hármaspontból, mert mindkét irányban speciális határral találkozik, amelyeken nem tud terjedni. Ha mindhárom határ, amelyik a hármaspontban találkozik, véletlenszerű, akkor nincs gátló hatás, ha pedig mindhárom speciális, akkor elvileg el sem éri a károsodás a hármaspontot. Vagyis a random hálózat felszakadását a „jó” (tehát legalább két speciális határt tartalmazó) és a „rossz” (tehát a kettőnél

kevesebb speciális határt tartalmazó) hármaspontok aránya jól jellemzi. A vizsgálatok során ezt a mérőszámot egy saját készítésű szoftver segítségével meg is határoztam.

A CSL-határok növelésére leggyakrabban a termomechanikus kezeléseket alkalmazzák. Ezekben a módszerekben az a közös, hogy kis vagy közepes alakváltozást hoznak létre a mintában, amelyet ezután hőkezelnek, és ezeket a lépéseket ismétlik ciklikusan. Az irodalmi összefoglalóból kitűnt, hogy a nagymértékű képlékeny alakváltozás viszont a szemcseméret radikális csökkenéséhez vezethet, ultrafinom szemcseszerkezet kialakulásával. Célszerűnek látszott a két módszert (a ciklikus termomechanikus kezelést és a nagymértékű képlékeny alakítást) kombinálni.

4.1.2. Mintaelőkészítés

Hidegalakításként kaliberhengerlést alkalmaztam. A 43. ábrán látható az alkalmazott négy üreg keresztmetszeti rajza.



43. ábra: A kaliberhenger 4 üregének keresztmetszeti rajza

Mintaanyagként Ø20 mm-es AISI 304-es ausztenites acél rudakat használtam. Az acél ötvözőinek mennyisége az 1. táblázatban található.

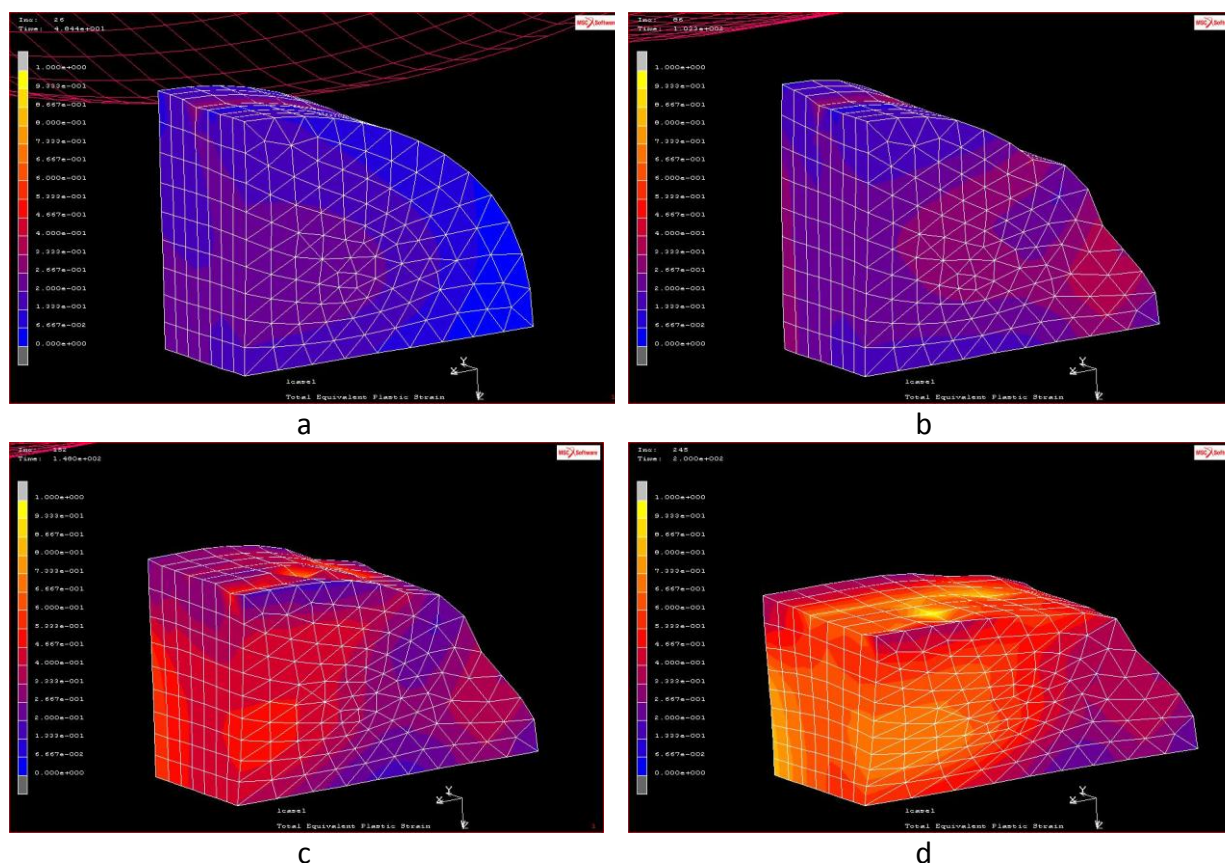
Elem	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Cu	Ni	N
tömeg%	0,038	0,62	1,48	0,025	0,025	18,27	0,40	0,60	8,68	0,087

1. táblázat: Az AISI 304-es ausztenites acél ötvözőinek mennyisége

A kereskedelemből beszerzett rudakat először 30 percig hőkezelttem 1050 °C-on, majd vízben hűtöttem. Ezt követően forgácsolással került kialakításra a próbatestek végleges mérete, mely Ø16x180 mm volt.

Minden szűrés után a próbatestet 850°C-on 10 percig hőkezelttem. A hőkezelés időtartamát előkísérletekkel állítottam be. A cél az volt ugyanis, hogy a próbatest ne kristályosodjon újra teljes térfogatában. Egy szűrés és hőkezelés ciklus után levágtam a rúdból egy akkora darabot, amely már elégséges a vizsgálatok elvégzéséhez, és elvégeztem a következő szűrést, majd hőkezelést. Így összesen négy különböző állapotú mintasorozathoz jutottam.

A minták összalakváltozását végeselemes módszerrel modelleztük. Az anyagon zömítővizsgálatokat végezve meghatároztuk a kiindulási anyag folyásgörbéjét, mely bemenő adatként szolgált a MARC végelem szoftvernek. Ezt követően létre kellett hozni a rúd és a kaliberhengerek geometriáját. Mivel a rúd tengelyszimmetrikus, ezért elég csak az egy-negyedét modellelni. Az alkalmazott modell számtalan egyszerűsítést tartalmaz, ezért az általa szolgáltatott eredmények csak közelítőleg fogadhatók el. A 44. ábrán látható a négy szűrés utáni alakváltozási állapot.

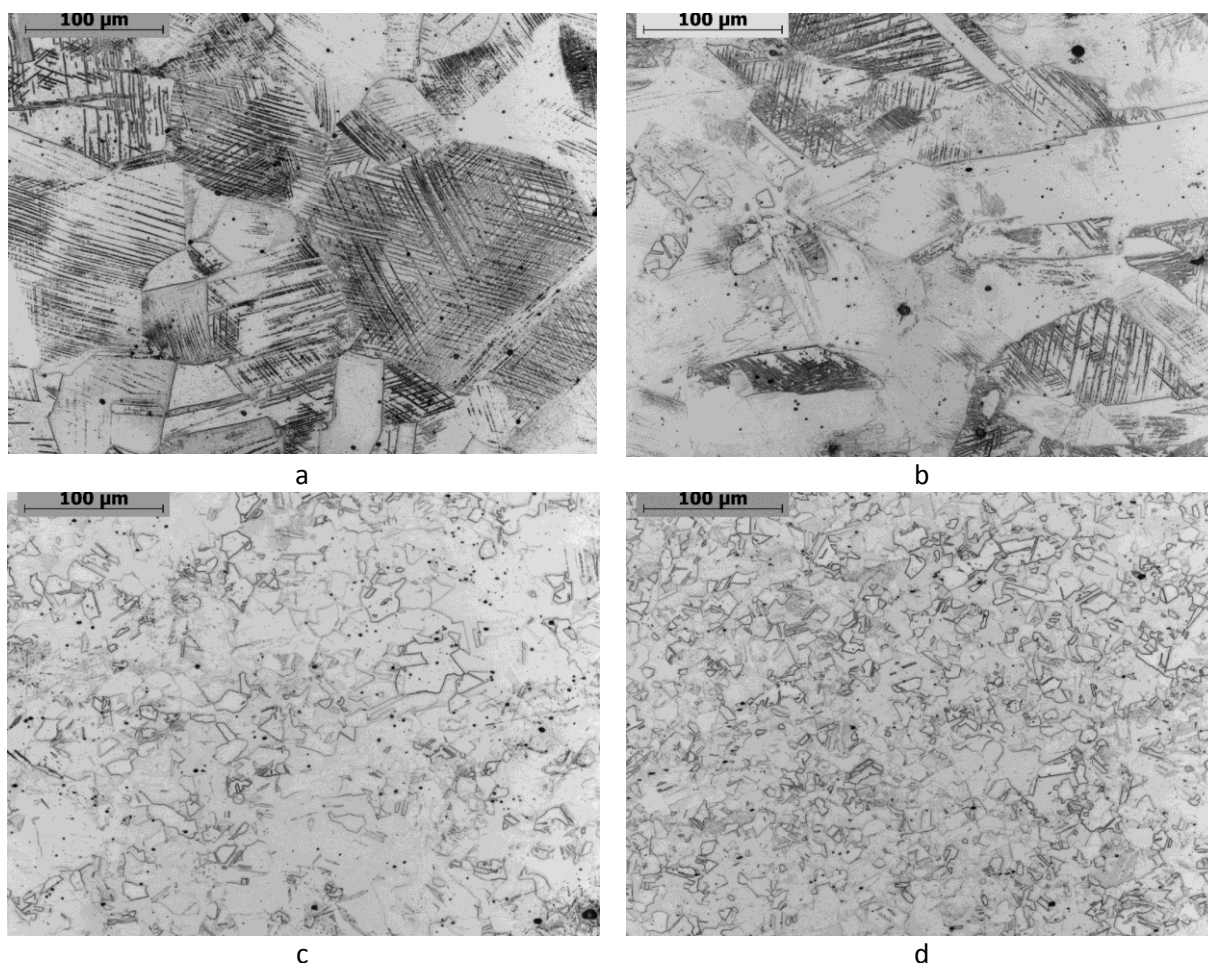


44. ábra: Az első (a), a második (b), a harmadik (c) és a negyedik (d) szűrés utáni alakváltozási állapot

Megfigyelhető, hogy az egyszerűsítések ellenére a minta összalakváltozása meghaladja az 1-et, vagyis intenzív képlékenyalakításnak tekinthető.

4.1.3. Mérések, eredmények

Az előző alfejezetben ismertetett módon előkészített mintákat klasszikus metallográfiai mintaelőkészítés után optikai mikroszkóppal vizsgáltam először. A 45. ábrán látható az első, a második, a harmadik és a negyedik szűrés és hőkezelés utáni szövet.



45. ábra: Az első (a), a második (b), a harmadik (c) és a negyedik (d) szúrás és hőkezelés utáni szövet

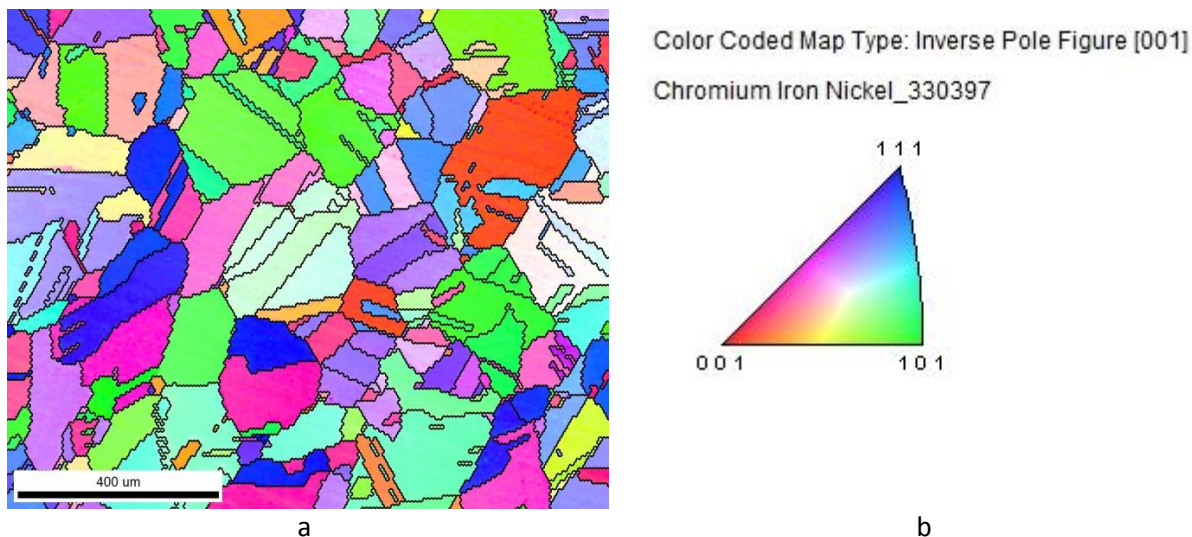
Megfigyelhető a 45a. ábrán, hogy a minta nagyszemcsés, és az egyes szemcséken belül jól látható alakítási vonalak vannak. A második szúrás-hőkezelés ciklus után (45b. ábra) megjelenik néhány apró újrakristályosodott szemcse. A harmadik ciklus után (45c. ábra) a szemcsék nagyobbik hányada újrakristályosodott, de azért még lehet látni alakított tartományokat, míg végül a negyedik ciklus után (45d. ábra) egy újrakristályosodott aprószemcsés szövet látható.

Ezután következtek a visszaszórtelektron-diffrakciós (EBSD) vizsgálatok. Az EBSD-hez speciális mintaelőkészítésre van szükség, hogy a felületi Beilby-réteget (a hagyományos metallográfiai előkészítés során létrejövő deformált, „elkent” réteget) eltávolítsuk, ezt elektropolírozással valósítottam meg. A méréseket egy Philips XL-30 típusú pásztázó elektronmikroszkópra szerelt EDAX-TSL EBSD-rendszerrel végeztem, a kiértékelést pedig a TSL OIM Analysis szoftverrel.

Az elektronmikroszkóp nagyítása 65x, a pásztázásra kijelölt terület 1200x1000 µm, a lépésköz 7 µm volt. A CCD-kamera sebessége 16,9 kép/másodpercre volt állítva. Ettől eltértem a negyedik ciklus utáni mintánál, mert ott a szemcseméret annyira kicsi volt, hogy készítettem

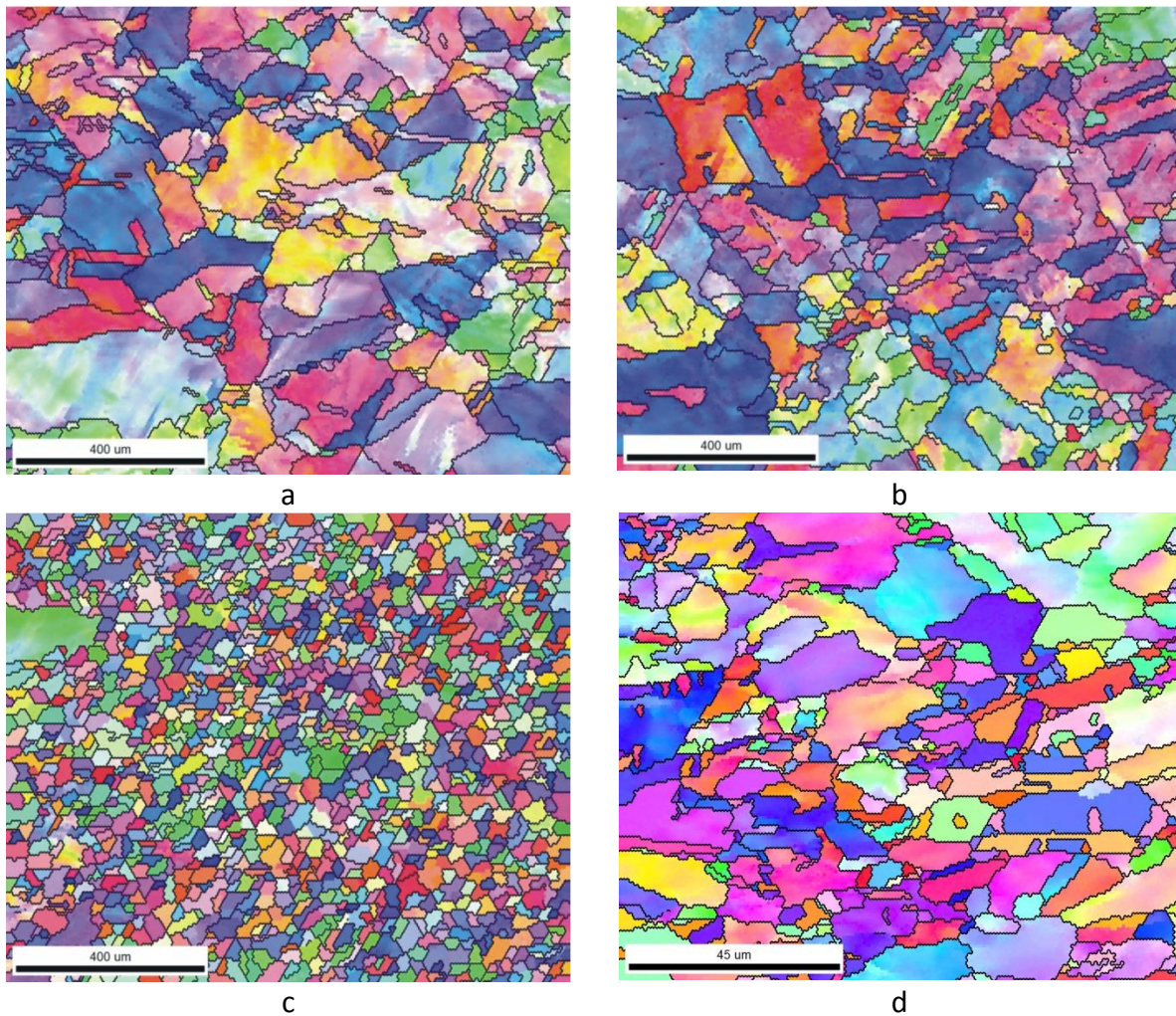
egy tízszer akkora nagyítású képet is (650x-es SEM nagyítás, 120x100 μm pásztázott terület, 0,7 μm lépésköz).

A 46. ábrán láthatjuk az alapanyag orientációs térképét (precízebben megfogalmazva az inverz pólusábra térképét, melynek színkódolása ennél a vizsgálatnál mindenütt ugyanaz, ezért csak a 46. ábrán tüntetem fel).



46. ábra: A kiindulási állapotú anyag inverz pólusábra térképe (a) és a térkép színkódolása(b)

A 47. ábrán az első, a második, a harmadik és a negyedik ciklus utáni állapotú minták inverz pólusábra-térképe látható. Megfigyelhető, hogy a szemcseméret a harmadik ciklustól már jelentősen lecsökken, a negyedik után pedig az eredeti 65x-ös nagyításban gyakorlatilag nem is láthatóak a szemcsék (ezért a 47d. ábra 10-szer akkora nagyítású, 650x-es). A konkrét szemcseméreteket a 2. táblázat tartalmazza. Azt is érdemes megfigyelni, hogy az első két inverz pólusábra térképen a szemcséken belül nem homogén a színek eloszlása, hanem kisebb árnyalatbeli ingadozások vannak. Ez arra utal, hogy az orientáció a szemcsén belül kis mértékben ingadozik, ami a szemcsén belüli lokális deformáció jele. Ezt támasztja alá a kis szögű szemcsehatárok aránya, amelyet ugyancsak a 2. táblázat mutat. Látható, hogy százalékos arányuk jelentősen lecsökkent a harmadik termomechanikus ciklus után.

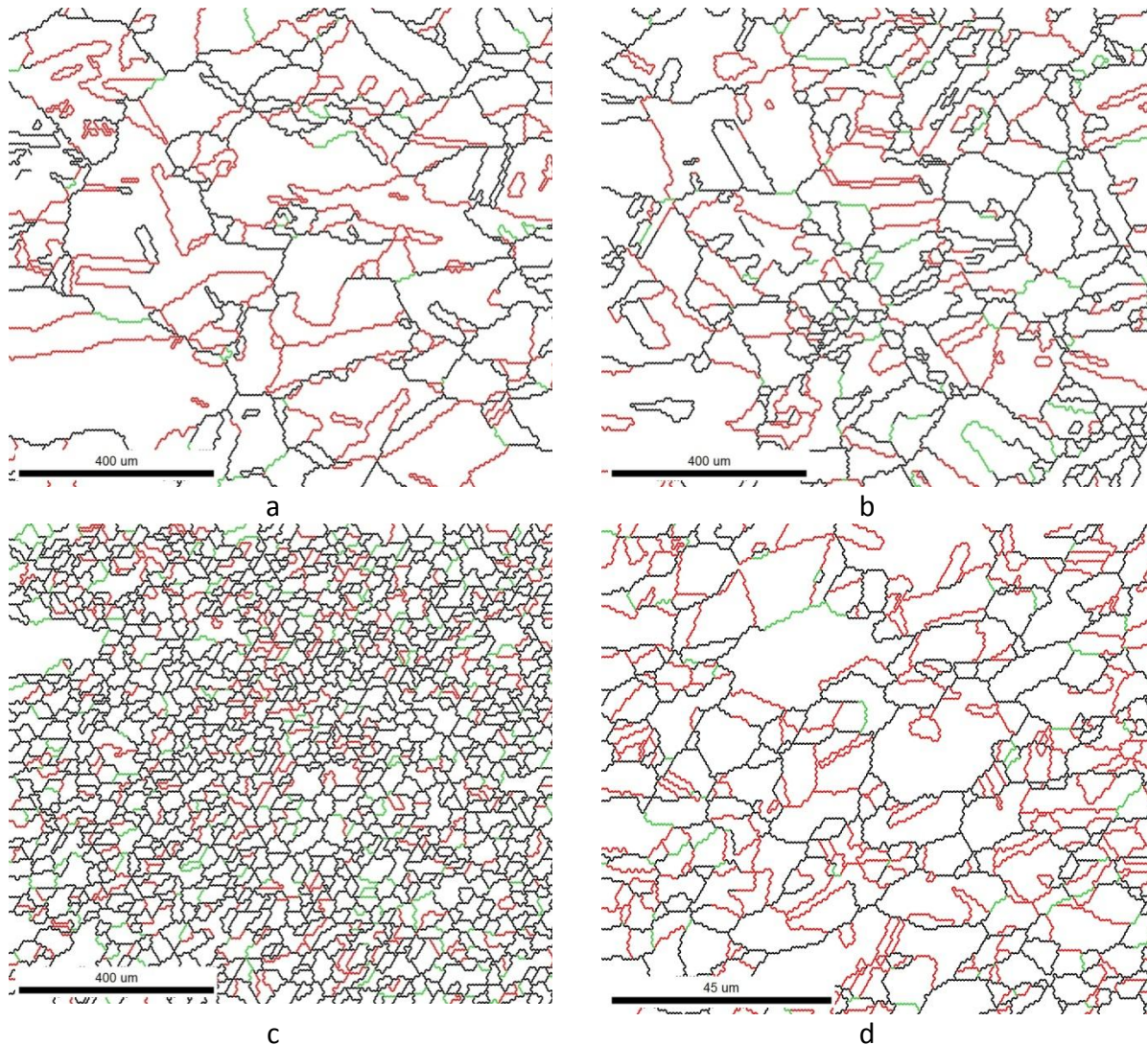


47. ábra: Az első (a), a második (b), a harmadik (c) és a negyedik (d) ciklus utáni állapotú minták inverz pólusábra-térképe. A (d) ábra nagyítása tízszerese az első háromnak!

Ciklusok száma	1	2	3	4
Átlagos szemcse nagyság, μm	44	45	17	2,5
Kisszögű határok aránya, %	49,2	49,7	10,4	4,3

2. táblázat: Az átlagos szemcseméret és a kisszögű határok arányának változása a ciklusszám függvényében

A 48. ábra mutatja a minták szemcsehatár-szerkezetét. A fekete vonalak a véletlenszerű határokat jelölik, a pirosak a $\Sigma 3^n$ típusú CSL-határokat, a zöld pedig az egyéb CSL-határokat, $\Sigma 29$ -cel bezárólag. Az első termomechanikus ciklus után relatíve nagy CSL-arány alakult ki, ami fokozatosan csökkent a második és harmadik ciklus után, végül a negyedik ciklus után ismét nőtt, és elérte a legnagyobb értékét. A CSL-határok számszerű arányát a 3. táblázat tartalmazza. Fontos megemlíteni, hogy a negyedik ciklus után olyan kis szemcseméret adódott, hogy nem lenne látható az első három mintához hasonló nagyításban, ezért a 48d. ábra a többiekhez képest ismét 10-szer nagyobb nagyítású.



48. ábra: Szemcsehatár-szerkezetek az első (a), a második (b), a harmadik (c) és a negyedik (d) ciklus után. A fekete vonalak a véletlenszerű határokat jelölik, a pirosak a $\Sigma 3^n$ típusú CSL-határokat, a zöld pedig az egyéb CSL-határokat, $\Sigma 29$ -cel bezárólag. A (d) ábra nagyítása tízszerese az első háromnak!

Ciklusok száma	1	2	3	4
CSL_határok aránya, %	39	29	21	47

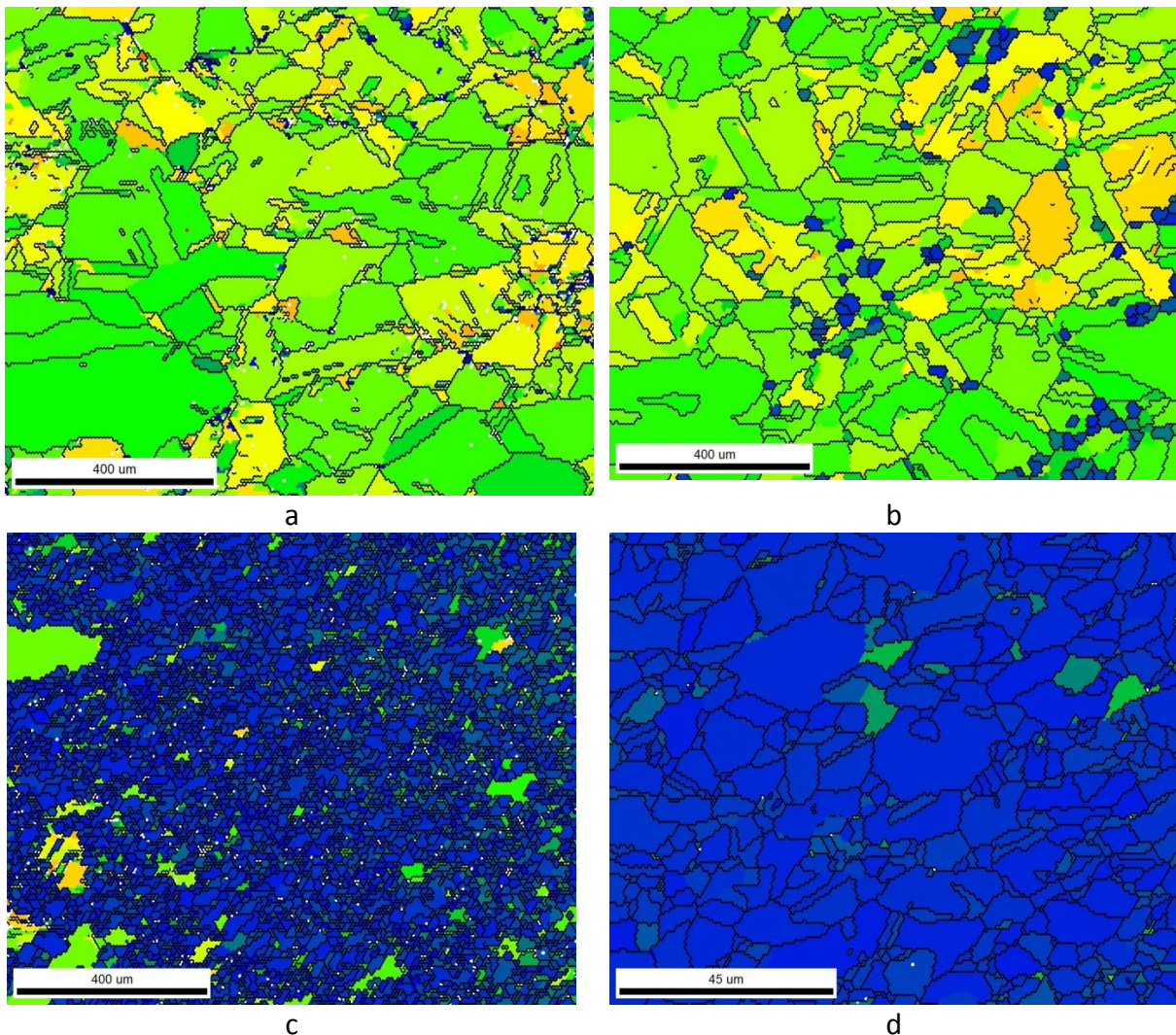
3. táblázat: A CSL-határok arányának változása a ciklusszám függvényében

A szemcsehatár-szerkezet jellemzésére a véletlenszerű határok töredezettségének mértéke jellemző, ehhez pedig meg kell számolni a „jó” (tehát legalább két speciális határt tartalmazó) és a „rossz” (tehát a kettőnél kevesebb speciális határt tartalmazó) hármaspontokat. Ebből a célból egy szoftver készült, ami az EBSD-mérés grafikus kimenete alapján számolja meg az adott típusú hármaspontokat. Ennek eredménye a 4. táblázatban található. Látható, hogy az első ciklus után csökkenő tendencia a negyedik ciklus után megfordul, és végül ez a mutató is a legnagyobb értéket veszi fel.

Ciklusok száma	1	2	3	4
„jó” hármaspontok aránya, %	20,3	13,7	7,1	23

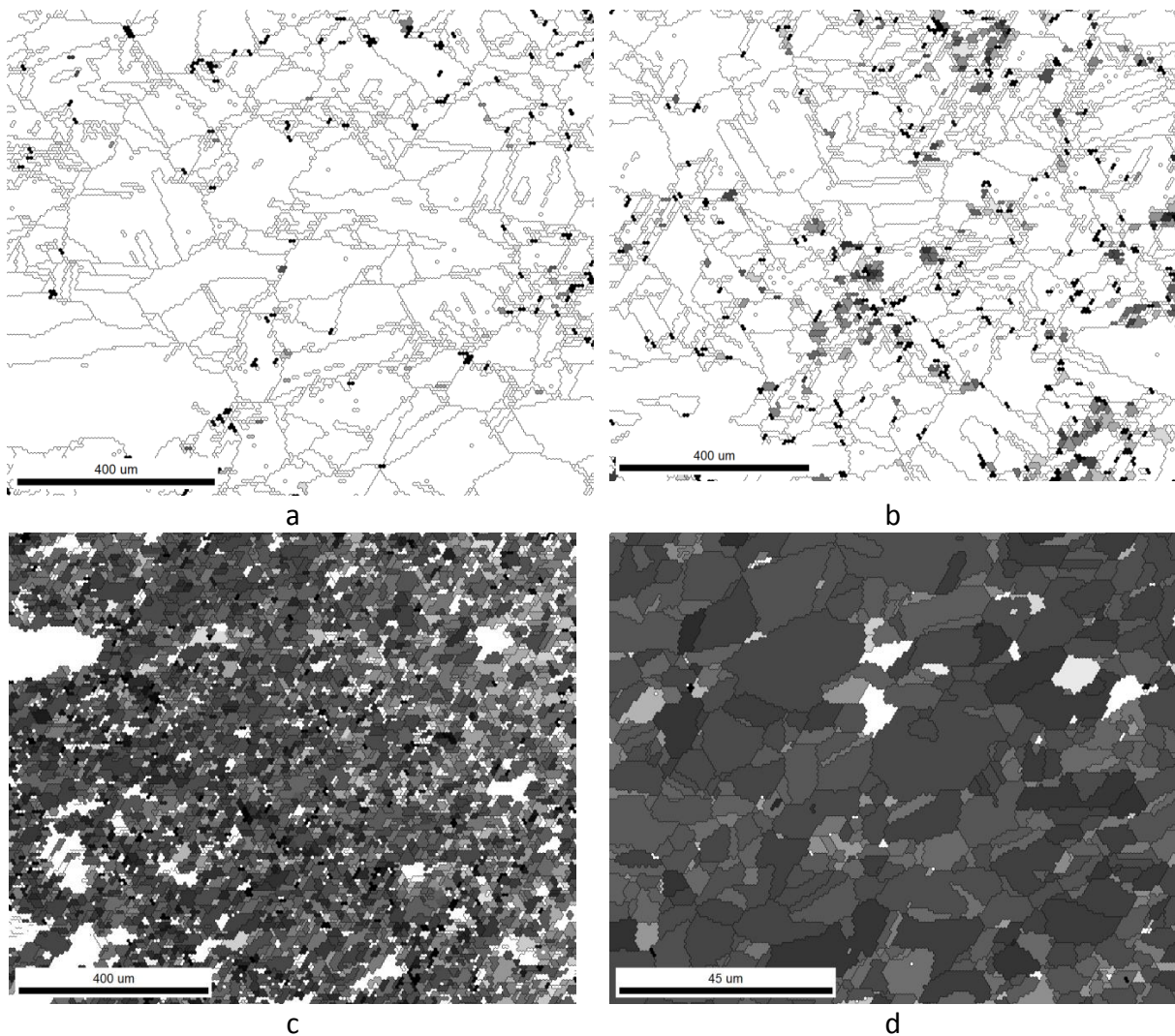
4. táblázat: A „jó” hármaspontok arányának változása a ciklusszám függvényében

Ezeknek a paramétereknek a változása a ciklusszám függvényében a részleges újrakristályosodásnak köszönhető, amint ez kitűnik a kisszögű határok arányának változásából. Az újrakristályosodott hányad meghatározására az átlagos szemcsén belüli orientációkülönbség (grain average misorientation, GAM) térkép használható, amelyen az egy szemcsén belüli szomszédos pontok orientációkülönbségének átlagát tüntetjük fel színekódolással. A 49. ábrán az első, a második, a harmadik és a negyedik ciklus utáni állapotban felvett GAM-térképek láthatók.



49. ábra: Grain average misorientation térképek az első, a második, a harmadik és a negyedik ciklus után. A (d) ábra nagyítása tízszerese az első háromnak!

Színkódolásként a szivárványskálát választottam, azaz a legkisebb orientáció-különbségnek (a 0° -nak) a kék szín, a legnagyobb (amit a jó láthatóság kedvéért minden ábránál 7° -ra állítottam be) a piros szín felel meg. Az első ciklus után egy zöldes-sárgás térképet kapunk, a második után azonban megjelennek kék színű gócok, azaz olyan tartományok, amelyekben kicsi az orientációkülönbség. A harmadik ciklus után már nagy hányadban kék tónusú az ábra, a negyedik után pedig szinte teljesen. Amennyiben a legnagyobb orientációkülönbségnek olyan szöveget adunk meg, amelynél van nagyobb is a térképen, akkor a szoftver ki tudja számítani annak a résznek az arányát, amelyen belül az orientációkülönbség ennél a szögnél kisebb. Ha ezt a szöveget megfelelően állítjuk be, akkor tulajdonképpen az újrakristályosodott rész arányát kapjuk meg. Metallográfiai vizsgálatokkal összevetve az eredményeket azt tapasztaltuk, hogy az 1° jó közelítés erre az orientációkülönbség határszögre. Az 50. ábrán az előbbi térképeket látjuk, de csak azokat a szemcséket rajzoltuk be, amelyekben az átlagos orientációkülönbség 1° alatti.



50. ábra: Grain average misorientation térképek az első, a második, a harmadik és a negyedik ciklus után. A maximális orientációkülönbség 1° , a skála fekete-fehér. A (d) ábra nagyítása tízszerese az első háromnak!

Az 50. ábrán az 1° -nál kisebb átlagos orientációkülönbségű szemcséket szürkeárnyalatban ábrázoltam, hogy ne legyen zavaró, hogy más színű lenne a színskála, mint a 49. ábránál.

Az 5. táblázatban látható az 1° -nál kisebb átlagos orientációkülönbségű szemcsék aránya az egyes mintákban. Ez az érték tekinthető az újrakristályosodott hányadnak is.

Ciklusok számaΣ	1	2	3	4
Újrakristályosodott hányad, %	4,4	7,3	86,8	98,6

5. táblázat: Az 1° -nál kisebb átlagos orientációkülönbségű szemcsék aránya, azaz az újrakristályosodott hányad az egyes termomechanikus ciklusok után

Megfigyelhető, hogy az első termomechanikus kezelés után, köszönhetően a rövid hőkezelési időnek, az anyagnak csak mintegy 5%-a kristályosodott újra, majd a további ciklusok során ez az arány egyre növekedett. A negyedik ciklus után gyakorlatilag a teljes minta újrakristályosodott.

A mintákat megvizsgáltam nagyfelbontású röntgen vonalprofil analízissel is. Az alapanyagban annyira kicsi a diszlokációsűrűség, hogy ezzel a módszerrel nem mérhető. A nagy szemcseméret miatt nem keletkezett kiértékelhető mennyiségű reflexió. Az egyes termomechanikus ciklusok utáni mérési eredményeket a 6. táblázat tartalmazza.

ciklusok száma	q	ρ [10^{14} m^{-2}]	$\langle x \rangle_{\text{area}}$ [nm]
1	1.6	2.9	89
2	2.3	5.2	109
3	2.3	0.012	137
4	2.3	0.010	203

6. táblázat: A diszlokációs szerkezet jellegét mutató q paraméter (tiszta éldiszlokáció esetén $q=1,3$, tiszta csavardiszlokációnál $q=2,7$), a ρ diszlokációsűrűség és az $\langle x \rangle$ koherensen szóró tartomány-méret

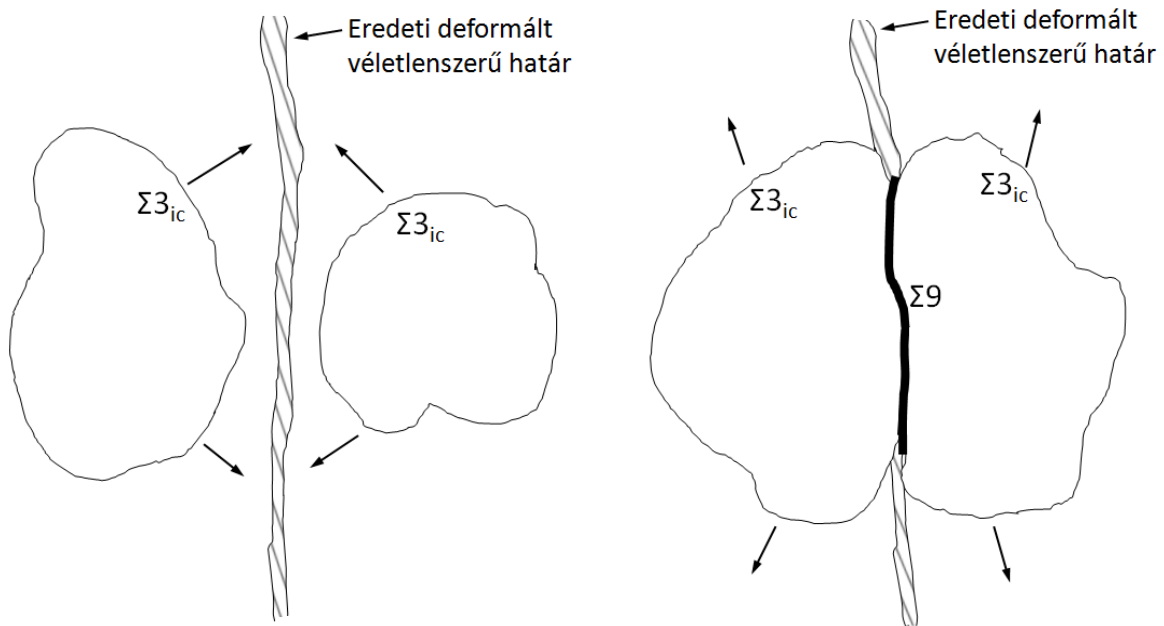
Megfigyelhető, hogy a diszlokációsűrűség az első és a második termomechanikus ciklus után jelentősen megnő, a harmadik és a negyedik után viszont nagymértékben lecsökken. Az első ciklus után a diszlokációk zömében él karakterűek, a második ciklus után azonban inkább csavar jellegűek. A koherensen szóró tartományok mérete folyamatosan nő az egyes ciklusok után.

4.1.4. Következtetések

Megfigyelhető, hogy az első és második termomechanikus ciklus után nagymértékű szemcsén belüli deformáció keletkezett a mintákban. Ezt támasztják alá a kisszögű határok megnyírási, illetve az átlagos szemcsén belüli orientációkülönbség adatok. Ennek oka a mintákban bekövetkező részleges újrakristályosodás. Ennek következtében a szemcséken belül nagymértékű rugalmasan tárolt energia keletkezett. Ez a tárolt rugalmas energia a harmadik

termomechanikus ciklus során nagymértékben elősegítette a kisszögű határok mozgását. E mozgás következtében nagyszögű határok keletkeztek, egymáshoz relatíve kis távolságokra, ami azt eredményezte, hogy egy aprószemcsés szerkezet jött létre, ahol a szemcséken belül a kisszögű határok mennyisége már jóval kisebb. A $\Sigma 3^n$ -típusú határok mennyisége átmenetileg lecsökkent, mert a keletkezett nagyszögű határok magukba oldották őket. A tárolt rugalmas energia mennyisége is lecsökkent, így az utolsó ciklusban a szemcsehatármozgások hajtóereje lecsökkent, a szemcsehatárok mozgása lelassult, ami viszont ideálisnak bizonyult az új lágyítási ikrek megjelenéséhez. A folyamat következtében egy ultrafinomszemcsés anyag keletkezett, nagy mennyiségű CSL-határral és ugyancsak nagy mennyiségű „jó” hármasponttal.

A $\Sigma 3^n$ -típusú határok szerepe az eredeti nagyszögű határ felszaggatásában a következő. Kérdés, hogy az inkoherens $\Sigma 3$ határok ($\Sigma 3_{ic}$) mozgása miképp játszik főszerepet az eredeti véletlenszerű határszerkezet megszakításában. Inkoherens jelzővel illetjük azokat a $\Sigma 3$ határokat, melyek nem ikerhatárok, azaz határsíkjuk nem $\{111\}$ típusú. Megfigyelések szerint [95-97] a vizsgálat síkjában egyenes nyomot hagyó $\Sigma 3$ határok 90%-a koherens iker, a görbültek azonban nem azok. Ugyanis a koherens $\Sigma 3$ határok kis energiájúak, ezáltal mozdulatlanak tekinthetjük őket, míg az inkoherens társaik könnyen mozgásba jönnek. Ilyen esetben bármelyik két mozgó $\Sigma 3_{ic}$ képes létrehozni egy $\Sigma 9$ -et, ha a határok találkoznak, valamint egy másik mozgó $\Sigma 3_{ic}$ egy $\Sigma 9$ -el találkozáva hozhat létre egy $\Sigma 27$ -et (vagy $\Sigma 3_{ic}$ -t). A jelenség tehát, hogy ha bármelyik két $\Sigma 3_{ic}$ találkozik egy deformált szemcsehatáron (eredetileg véletlenszerű határ) egymással, $\Sigma 9$ és $\Sigma 27$ keletkezik, és az eredeti véletlenszerű szerkezet megszakad. A 51. ábra ennek a folyamatnak a lefolyását szemlélteti vázlatosan, illetve egyfajta kivonatát mutatja be az általam is elérendő célként kitűzött folyamatnak. A szemcsehatárok energiája a kulcs a határok későbbi mozgásához. A kezdeti termomechanikus ciklus során a diszlokációk fennakadnak az ikerhatárok mentén, mozgásra azonban nem volt idejük a rövid idejű hőkezelés miatt. Így nagy rugalmas energiák jöttek létre, de nem volt mozgás. Ebből kifolyólag a következő deformáció hatására, melyek a későbbi (harmadik, negyedik...) termomechanikus ciklust jelentik, egy lényegesen nagyobb szemcsehatár vándorlás kezdődik meg. Amint tehát az inkoherens $\Sigma 3_{ic}$ határnak elegendő energiája van, mozgásba kezd, ami során részt vesz a deformált véletlenszerű szemcsehatár feldarabolásában, megszüntetve annak összefüggő mivoltát.



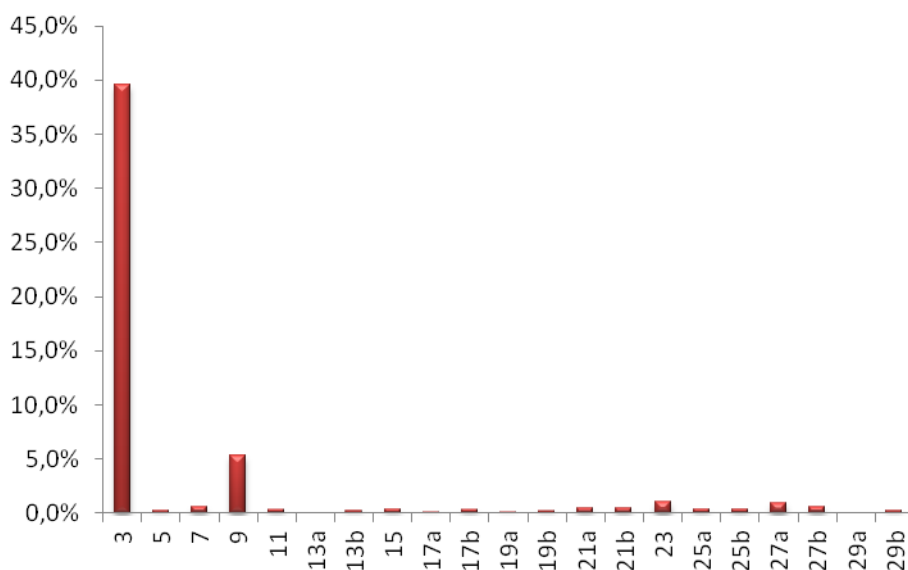
51. ábra: Az iker-indukálta szemcsehatártípus változás optimálás vázlatos működési mechanizmusa

Sutton [92] szerint a CSL határok energiája a következőképpen számolható:

$$\gamma_{\Sigma} = \gamma_m - \frac{\gamma_m}{\Sigma} \left\{ 1 - \frac{\Delta\theta}{\Delta\theta_{\Sigma}} \left[1 - \ln \left(\frac{\Delta\theta}{\Delta\theta_{\Sigma}} \right) \right] \right\} \quad (11)$$

ahol γ_m a nagyszögű szemcsehatárok energiája, $\Delta\theta$ az elorientáltság szöge a CSL-határ és az aktuális nagyszögű határ között, $\Delta\theta_{\Sigma}$ a Brandon-kritérium szerinti megengedett szögeltérés. Ez az egyenlet kizárólag geometriai kapcsolaton alapul. Randle [93] becslése, illetve Wolf [94] feltételezése szerint a véletlenszerű határ, a $\Sigma 3$ és a $\Sigma 3_{ic}$ energiája rendre: 1,2; 0,1 J/m² és 0,1-0,6 J/m². Ebből látszik, hogy a koherens $\Sigma 3$ határok immobilisak, azaz mozdulatlanok, míg az inkohereus $\Sigma 3_{ic}$ határok elegendő energia esetén mozgásra hajlamosak.

Méréseim alapján azt tapasztaltam, hogy a fent említett jelenség (az ezzel járó számottevő mennyiségű $\Sigma 9$ és $\Sigma 27$ megjelenése) a negyedik ciklus után tapasztalható, igaz, kis mértékben. Az 52 ábrán a CSL-határok százalékos megoszlását láthatjuk. Megfigyelhetjük, hogy ennél a mintánál megjelennek a $\Sigma 9$ -es, és kis mértékben a $\Sigma 27$ -es határok.



52. ábra: A negyedik termomechanikus ciklus után a CSL-határok százalékos megoszlása

Mindezekből az következik, hogy a mozgásképes inkoherens Σ_{ic} határok mennyiségét kell megnövelni a véletlenszerű szemcsehatár-szerkezet megszaggatásához.

4.1.5. Összefoglalás

1. Az AISI 304 típusú, lágyított állapotú, 100 μm szemcsenagyságú ausztenites acél szoba-hőmérsékleten történő négy szűrásos kaliberhengerléssel (duo hengerállványon, 200 mm átmérőjű hengerekkel, ... kerületi sebességgel, az egyes szűrások után 0,15, 0,17, 0,45, 0,53 ekvivalens alakváltozással) és az egyes szűrásokat követő hőkezeléssel (1050 °C, 10 perc, vízhűtés) ultrafinomszemcsés szövet jön létre. A kialakult szövet (melynek jellemző átlagos szemcsemérete 2,5 μm) nagy mennyiségű (az összes nagyszögű határ 47 %-a) speciális szemcsehatárt tartalmaz, ami egy kétdimenziós perkolációs modell eredményei alapján elegendő a véletlenszerű határok hálózatának megszaggatásához.
2. Az első tézisben definiált négy ciklusból álló termomechanikus kezelés első két ciklusa után a koherensen szóró tartományok mérete 89 ill. 109 nm, a diszlokációsűrűség nagy ($2,9 \cdot 10^{14}$ ill. $5,2 \cdot 10^{14} \text{ 1/m}^2$), a kisszögű határok aránya a kis- és nagyszögű határok összes hosszához viszonyítva nagy (49,2% ill. 49,7%), ennek megfelelően a diszlokációk feszültségteréből származó átlagos szemcsén belüli orientáció-különbség is nagy (2,3° ill. 2,2°). Ez a rövid (10 perces) hőkezelési idő miatt csak részlegesen végbemenő újrakristályosodás következménye. Az újrakristályosodás mértékét az 1°-nál kisebb átlagos szemcsén belüli orientáció-különbségű szemcsék aránya adja meg (az első két ciklus után 4,4% ill. 7,3%). A harmadik és negyedik termomechanikus ciklus után a koherensen szóró tartományok mérete 137 ill. 203 nm-re növekedik, a diszlokációsűrűség két nagyságrendet csökken, a kisszögű határok aránya a kis- és nagyszögű határok összes hosszához viszo-

nyítva jelentős mértékben lecsökken (10,4% ill. 4,3%), és a szemcsén belüli orientációkülönbség is kisebb lesz (0,5° ill. 0,4°). Mivel a hőkezelés okozta termikus aktiváció mind a négy termomechanikai ciklusnál azonos, a harmadik és negyedik ciklus során a tapasztalt intenzív szemcsehatár mozgás az első két ciklus során eltárolt rugalmas energia hatására játszódik le. E szemcsehatár mozgások következtében a szomszédos szubszemcsék egymásba olvadnak, aminek következtében méretük megnövekszik, és a köztük lévő határ nagyszögűvé válik. Ennek eredményeként alakul ki a 2,5 μm méretű, és nagyszögű határokkal elválasztott szemcseszerkezet.

3. A négy cikusból álló termomechanikus kezelés eredményeként létrejött ultrafinomszemcsés AISI 304-es ausztenites acél jelentős mennyiségű $\Sigma 3$ -as és $\Sigma 9$ -es típusú szemcsehatárt tartalmaz (az összes nagyszögű határ 39 ill. 5,3%-a). A $\Sigma 9$ -es típusú határok megjelenésének az az oka, hogy amikor két inkohereus $\Sigma 3$ -as határ mozgása során találkozik ugyanazzal a véletlenszerű szemcsehatár-szakasszal, akkor azzal reakcióba lépve egy $\Sigma 9$ -es határszakaszt hoznak létre, így a véletlenszerű határ folytonossága megszakad. A második termomechanikus ciklus után a szemcsékben tárolt rugalmas energia a harmadik és a negyedik termomechanikus ciklus során elősegíti az inkohereus $\Sigma 3$ -as határok mozgását, aminek következtében $\Sigma 9$ -es határszakaszok jönnek létre a véletlenszerű határokon, így a véletlenszerű határok folytonossága felszakadozik. Mindezt a mérések során tapasztalt, a nem termomechanikusan kezelt mintákhoz képest nagy mennyiségű (az összes nagyszögű határ 5%-a) $\Sigma 9$ -es határ jelenléte bizonyítja.

4.2. Ferrites acél többtengelyű kovácsolása

4.2.1. Alapgondolat

Az utóbbi években jelentős érdeklődés nyilvánult meg a kb. 1 μm -es ferritszemcsékkel rendelkező acéltermékek iránt, hiszen ezek az anyagok nagy szakítószilárdság mellett jól alakíthatók. Ezt a szövetszerkezetet dinamikus alakváltozás által kiváltott átalakulással lehet a legegyszerűbben létrehozni. Ez azt jelenti, hogy az átalakulás jelentős része dinamikus, az alakváltozás közben történik. Ebben különbözik ez az eljárás a hagyományos szekvenciális termomechanikus kezeléstől, ahol az átalakulás statikusan, az alakváltozás utáni hőkezelés során megy végbe. Az ultrafinom szemcseszerkezet kialakulása szempontjából rendkívül fontos tényező a csíráképződés és növekedés közötti verseny. Amennyiben a folyamat során sok csíra elvész, akkor durva szemcsés vagy kettős szemcsenagyságú anyag keletkezik.

Az egy ausztenitzemcséből kialakuló ultrafinom ferrites szövetszerkezet az erősen alakított ausztenitből létrejövő Kurdjumov-Sachs-féle orientációjú átalakulási textúrához hasonló ferrit textúrát mutat, ahol $(111)_\gamma \parallel (011)_\alpha$ és $[101]_\gamma \parallel [111]_\alpha$ [98]. Emiatt a dinamikus módszerrel kialakult ultrafinom ferrit valószínűleg nagymértékben alakított ausztenit átalakulási terméke, emellett azonban a ferritnek magának is alakítottnak kell lennie. Az ausztenit adott mér-

tékú alakítása során a szemcsefinomodás nagyobb mértékű, ha az alakváltozás dinamikus módon megy végbe.

Melegalakításnál a következő paraméterek változtathatók: az alakítás mértéke, az alakváltozás sebessége és a hőmérséklet. Az alakítás mértékének növelése a ferrit térfogatarányát növeli, hiszen nagyobb alakítás hatására az ausztenitben nagyobb mennyiségű rácshiba keletkezik, amik a ferritcsírák nukleációjának kedvelt helyei, másrészt nagyobb mértékű alakváltozás esetén a csíráképződésre rendelkezésre álló idő is nagyobb (az általánosan alkalmazott alakítási sebességeknél) [99].

Az alakváltozás sebességének hatása inkább az alakítás idejével függ össze [100]. Az ausztenit ferritté alakulása csíráképződéssel és növekedéssel jár és a különböző csíráképződési helyek aktiválása azonos feltételek esetén is eltérő időtartamok alatt következik be. Kis alakváltozási sebességeknél lehetséges, hogy néhány hely már a korai szakaszban aktív lesz és az ott kialakuló ferritszemcsék a többi hely aktiválódása előtt nagyra nőnek. Például az ausztenit szemcsehatárainál levő helyek az alakítás kezdetétől aktívak lesznek, míg a szemcséken belüli helyek esetén alakváltozás (és így idő) szükséges ahhoz, hogy elérjék a kívánt mértékű orientáció különbséget. Ezeket a lehetséges helyeket eltüntethetik az ausztenit szemcsehatártól ebbe a térbe benövő ferrit szemcsék. Nagyobb alakváltozási sebességeknél előfordulhat, hogy nincs elegendő idő semmilyen átalakulásra az alakítás közben, például $10s^{-1}$ alakváltozási sebességnél még a nagy alakváltozások is 0,1-0,2 s alatt végbemennek.

A szobahőmérsékletre hűlésig további ferrit jöhet létre. A ferrit akkor durvul, ha csak kevés alakváltozási ferrit képződött. Ez adta az ötletet, hogy a szobahőmérsékletre való hűtés során is alkalmazni kell további alakváltozást, ami a ferrit eldurvulását megakadályozza.

Ugyancsak a ferrit szemcsedurvulását gátoljuk akkor, ha a lehűtési sebességet minél nagyobbra állítjuk be. Ekkor ugyanis megint csak az időtényezőnek van szerepe: nem lesz ideje a ferritnek a szemcsedurvulásra.

A fentiek figyelembe vételével célszerűnek látszott nagymértékű és nagy sebességű alakítást létrehozni többtengelyű kovácsolással úgy, hogy közben az ausztenit hőmérsékletéről nagy sebességgel hűtjük a mintát.

4.2.2. Mintaelőkészítés

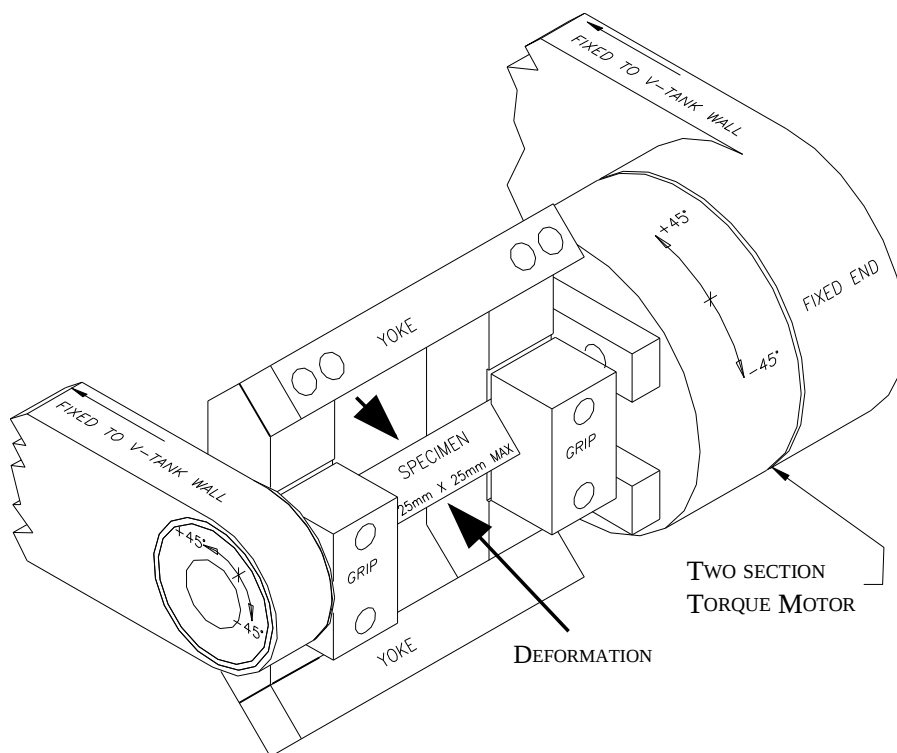
A mintaelőkészítési munkák a Dunaújvárosi Főiskola Anyagtudományi és Gépészeti Intézetének Gleeble-laborjában történtek. Az alapanyagként használt ötvözetlen acél ötvözőinek névleges mennyisége a 7. táblázatban látható.

C	Mn	Si	S	P
0,071	1,50	0,28	0,007	0,013

7. táblázat A vizsgálatokhoz használt acél ötvözőinek névleges mennyisége

Az alakítási-hőkezelési ciklusokat a Gleeble 3800 típusú termomechanikus szimulátor MaxStrain többtengelyű deformációs egységével hoztuk létre. Ezzel az egységgel kétirányú deformáció valósítható meg, míg a harmadik irányban a deformáció teljesen gátolt. A módszer nagy előnye, hogy akár $\varepsilon=10$ mértékű alakváltozás is elérhető a minta tönkremenetele nélkül. Ekkora alakváltozás mellett pl. az eredeti keresztmetszet több, mint 80%-a megmarad.

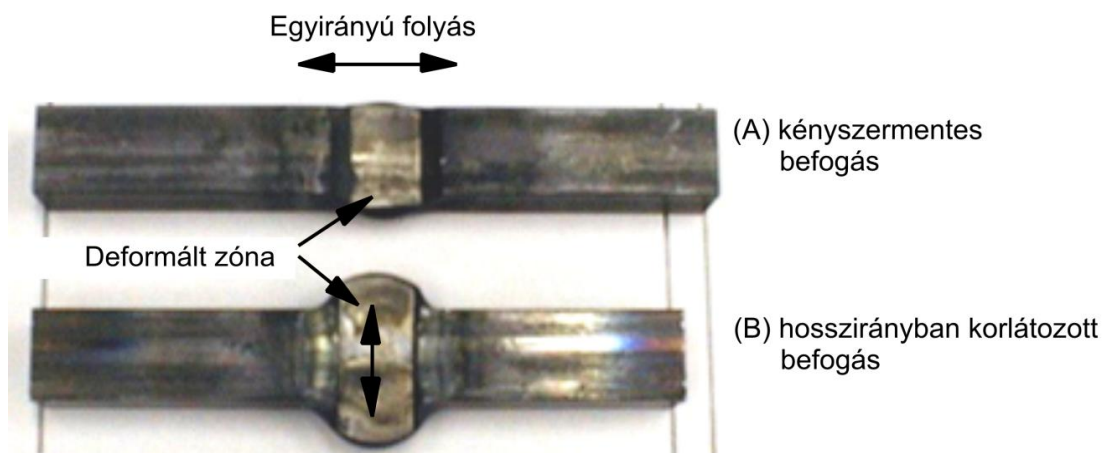
Ez a rendkívül nagy alakváltozást biztosító eljárás – az 53. ábrán látható módon – egy termomechanikus rendszerbe ágyazott forgató egységet tartalmaz. A forgató egység egy rendkívül merev keretet fog közre, amelybe a beszerelt minta függőleges tengely körül forgatható az egytengelyű termomechanikus szerkezetben. A minta két végén lévő megfogók egymástól elektromosan szigetelvek, ami lehetővé teszi a mintán nagy áram átfolytatását. A mintán átfolyó áramot egy gyors és pontos hőmérsékletszabályozást nyújtó termikus működtető rendszer szabályozza. A termomechanikai rendszer két független, az 53. ábrán jelzett deformációs irányok szerint egy-egy, nagy pontosságú szervo rendszerrel vezérelt dugattyúval van ellátva. A középső részbeli alakítás hosszirányú megnyúlást nem tud okozni, mivel azt a minta végeinek megfogása teljes mértékben gátolja.



53. ábra: A MaxStrain rendszer szerkezeti felépítése

A középvonalbeli deformáció hatására az anyag a minta oldalirányába kényszerül áramolni. Az első alakítás után a minta szélesebbé és vékonyabbá válik. A mintát 90°-al elfordítva ismét alakítás történhet, ekkor az ismételt oldalirányú anyagáramlás az előző alakítás irányával

esik egybe. Az 54. ábra egy kényszermentes és egy teljesen gátolt megfogás közben alakított mintadarabot mutat.

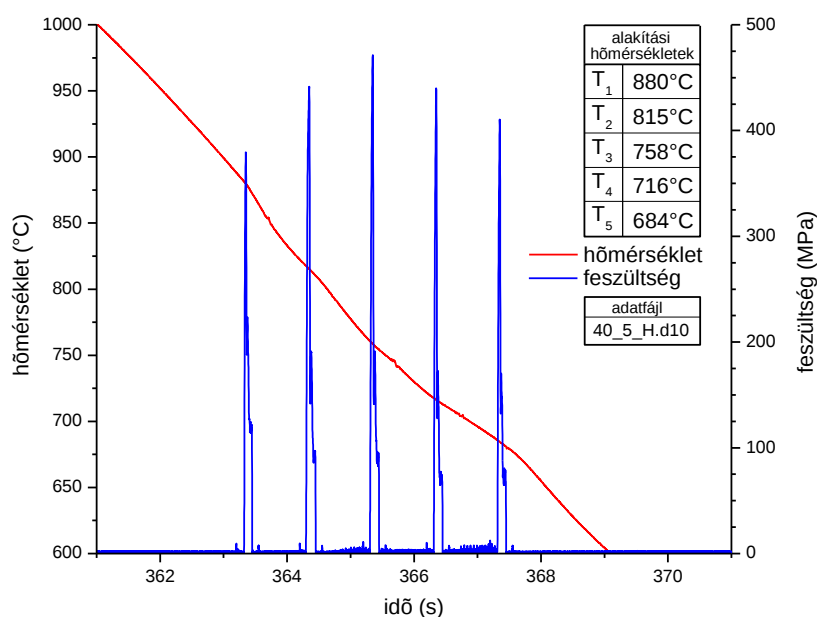


54. ábra: Kényszermentes (A) és hosszirányban korlátozott (B) befogás

A kényszermentes (54.A. ábra) esetben a közép-keresztmetszetszeli alakítás hatására a minta megnyúlt, míg a teljes megfogás alkalmazásával (54.B. ábra) hossza változatlan marad, de szélesség növekszik. Rendkívül kis térfogatot veszítünk az alakítási zónából azáltal, hogy minta alakítása után 90°-os forgatást követően ismét ott végezzük az alakítást [101].

A minták hűtése a minták belső furataiban keringetett vízzel történt, az egyes vizsgálatoknál eltérő szelepállás, így eltérő hűtővíz-térfogatáram mellett.

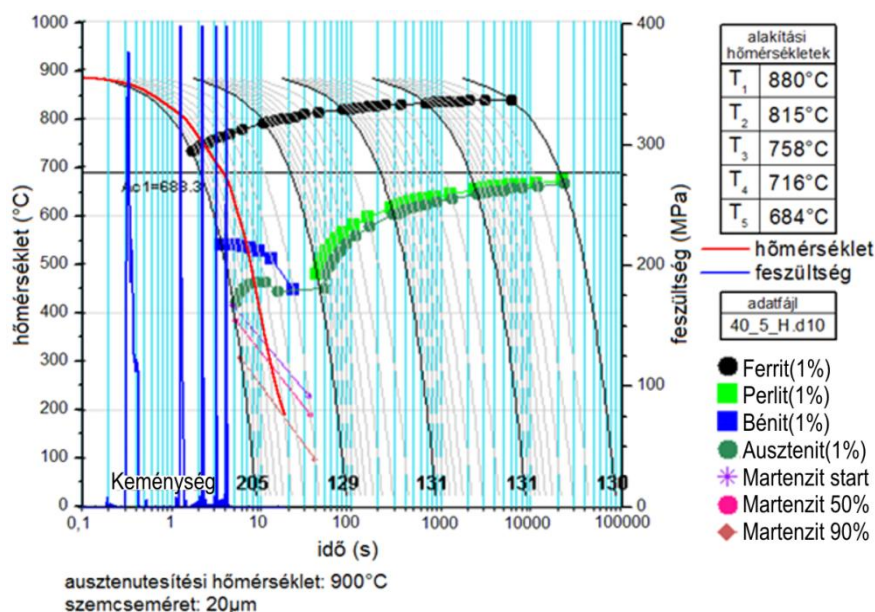
A mintákat 1250 °C-ra hevítettük, 120 másodpercig hőn tartottuk, majd elkezdtek hűteni őket. Az első alakításig a hűtési sebesség kb. 40 °C/s, ezt követően kb. 50 °C/s volt. Az egyes alakítások sebessége közel 10 1/s volt. Az 55. ábrán láthatjuk az alakítás-hőkezelés lefolyását egy szemléletes ábrán.



55. ábra: Az alakítás-hőkezelés változása az idő függvényében

Az ábra bal oldali függőleges tengelyén a minta hőmérséklete, a jobb oldali függőleges tengelyen az alakítási feszültség látható, a vízszintes tengelyen az időt tüntettük fel. Az ábrában szereplő táblázatból leolvasható, hogy az egyes alakítási lépések milyen hőmérsékleten történtek. Két alakítás között a mintát a hossz tengelye körül 90°-kal elforgattuk.

A vizsgált összetételű acél átalakulási diagramja a JMATPRO szoftver segítségével került meghatározásra. Az 56. ábrán ebbe a diagramba berajzolva láthatjuk a hőmérséklet változást.



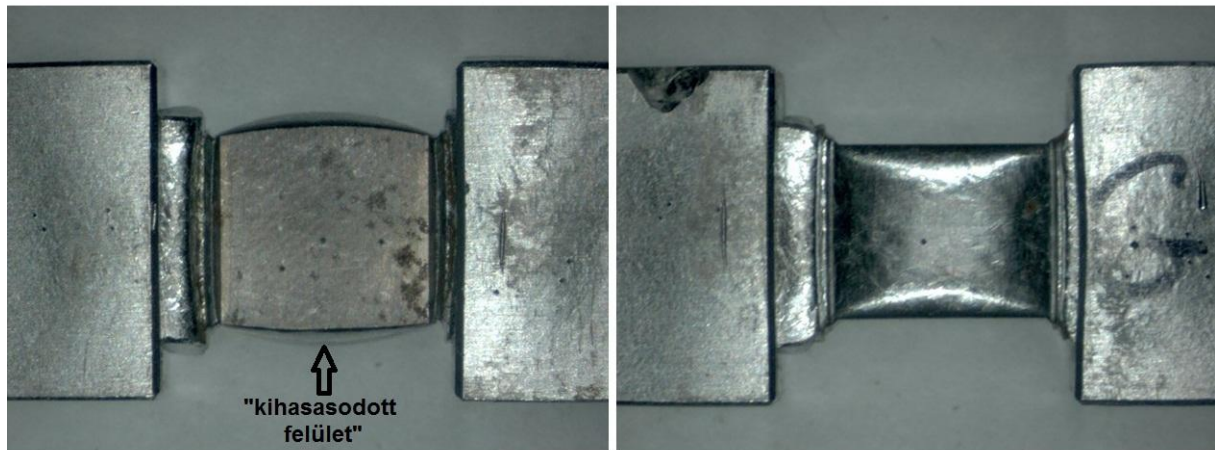
56. ábra: A vizsgált acél folyamatos lehűtésre vonatkozó átalakulási diagramja a JMATPRO szoftver segítségével meghatározva, berajzolva a vizsgált minta lehűlési görbét és az alakítási ciklusok időpontját és feszültségértékét

Az ábrából egyértelműen kiderül, hogy az első két alakítás még ausztenites állapotban érte a mintát. Ez valószínűsíti az ausztenit szemcsefinomodását (a kisszögű határok sokszorozódását). A harmadik alakítás hőmérséklete az 56. ábra szerint pontosan az ausztenit ferritté való alakulásának kezdetén érte a mintát. A negyedik alakítás a heterogén γ - α mezőben történt, míg az utolsó, ötödik alakítás szinte egybeesik az acél A_{r1k} hőmérsékletével.

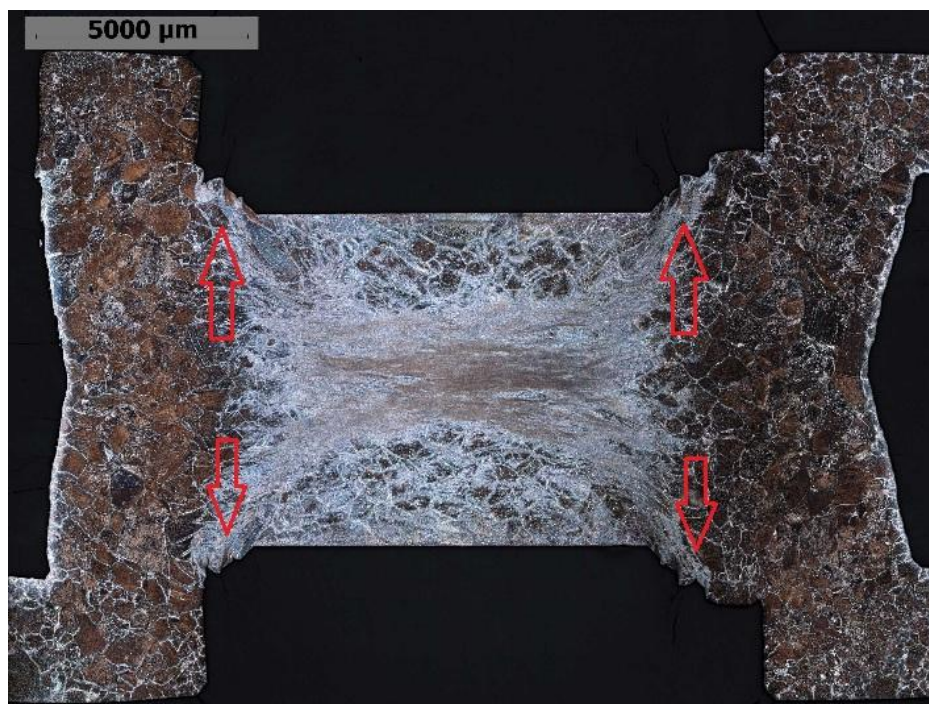
4.2.3. Mérések, eredmények

Az egyes alakítási lépések után a próbatest az alakításra merőleges irányban kihalmozódik, míg az alakítás irányában sík marad (57. ábra). A mérésekhez a próbatesteket az alakítással párhuzamosan metsztük el (azaz az utoljára alakított felületre merőlegesen). Az így kapott mintát klasszikus metallográfiai módszerekkel csiszoltuk és políroztuk, majd a végén 3%-os Nitallal megmarattuk.

Ezt követően fénymikroszkópos vizsgálatot végeztünk a mintán. Az 58. ábrán egy kis nagyítású felvétel látható. Megfigyelhető, hogy mivel a hosszirányú tágulás akadályozva, a nagy hőmérsékleten lévő anyagréssz kiterjedése viszont korlátozott volt, a minta a nyilakkal jelölt részekben kigyűrődött.



57. ábra: A próbatest alakja alakítás után, két, egymásra merőleges nézetből

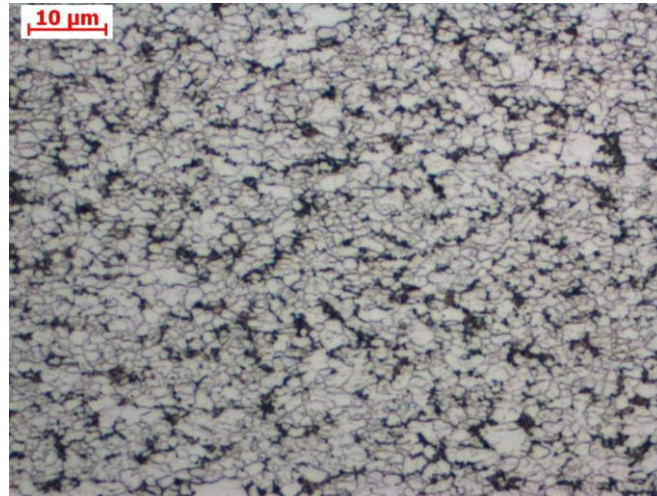


58. ábra: Az alakított minta kis nagyítású optikai mikroszkópos képe

Az 59. ábrán a minta szövetszerkezete látható nagy nagyításban. A felvétel egy Zeiss Observer Z1m típusú fénymikroszkóppal készült. A felvétel eredeti nagyítása 1250x-es volt. Látható, hogy a szemcseméret az 1 μm -es nagyságrendbe esik.

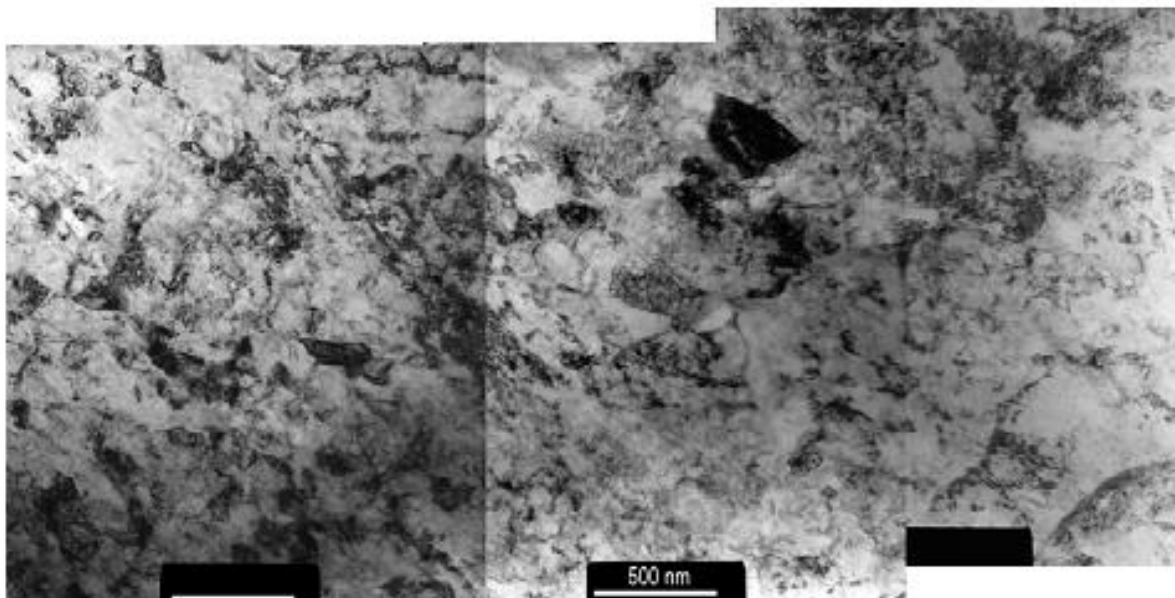
A mintáról vékonyfóliás transzmissziós elektronmikroszkópos (TEM) felvételek és elektrondiffrakciós képek is készültek. A 60. ábrán a minta egy nagyobb részlete látható há-

rom egymás mellé illesztett felvételen. A képen (igaz, elég halványan) kisszőgű határok láthatók, nagy diszlokációsűrűséggel.



59. ábra: Nagy hőmérsékletű többtengelyű kovácsolás hatására kialakult szövetszerkezet optikai mikroszkópos képe

Az általuk elválasztott szubszemcsék mérete 0,1-0,5 μm között van. A kisszőgű határok jelenlétére utal a diffrakciós kép is (61. ábra). A legbelső halvány gyűrű nem tartozik a ferritfázis reflexiói közé, eredete valószínűleg vékonyítási műtermék, egy vékony oxidréteg lehet. A diffrakció a vizsgált területet az $\langle 111 \rangle$ irányból mutatja, ennek eredménye a belső $\{110\}$ gyűrű hatfogású szimmetriája. Az a tény, hogy ezen a gyűrűn pontok helyett köríveket látunk, arra utal, hogy a vizsgált területen az orientáció kismértékben ingadozik, azaz sok kisszőgű határ van benne.



60. ábra: Az alakított minta TEM-képe



61. ábra: A vizsgált terület elektrondiffrakciós képe

A szemcseméret pontosabb meghatározására a visszaszórtelektron-diffrakciós (EBSD) technikát hívtam segítségül.

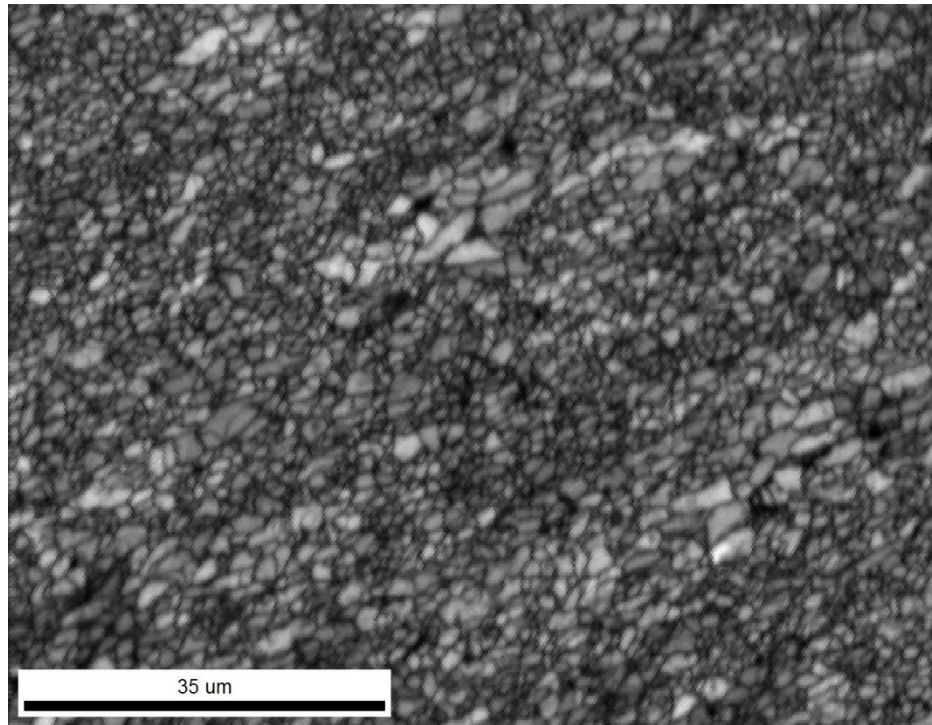
Az EBSD vizsgálatokhoz először a felületen lévő Beilby-réteget kellett eltávolítani egy további 30 perces polírozással, amelyet $0,05\ \mu\text{m}$ -es szemcsenagyságú kolloid szilikával végeztünk.

Az EBSD berendezés egy Philips XL-30 típusú pásztázó elektronmikroszkópra felszerelt EDAX-TSL rendszer volt, a kiértékelést a TSL OIM Analysis programmal végeztem. Az EBSD vizsgálat során az elektronmikroszkóp nagyítása $1000\times$ -es volt, pásztázott terület $90\times 70\ \mu\text{m}$, az alkalmazott lépésköz $0,3\ \mu\text{m}$ volt.

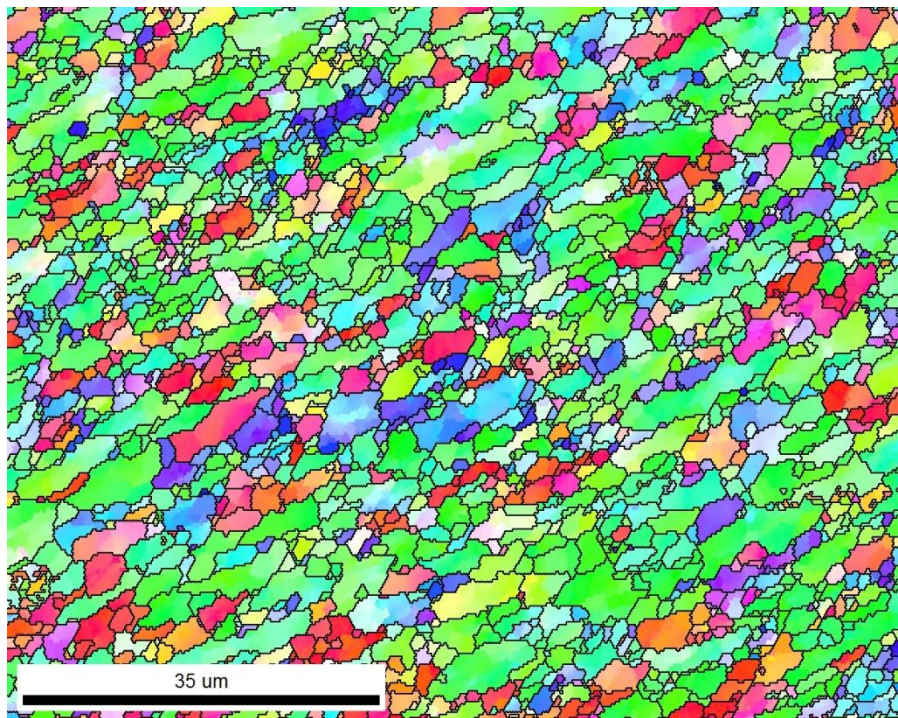
A következő vizsgálatok a minta közepéről készültek. A 62. ábrán látható a minta képminőségtérképe (IQ map, image quality map). Ez a kép úgy készült, hogy minden egyes pixelének szürkeségi fokát az abban a pontban detektált Kikuchi-ábra minősége határozta meg. Amennyiben ez az ábra éles, jó minőségű, akkor a neki megfelelő képpont fényes lesz. Ekkor a vizsgált kristályrészlet kis hibasűrűségű, ép. Ha a Kikuchi-ábra elmosódott, diszperz, akkor a neki megfelelő pixel sötétebb lesz. Ez arra utal, hogy a vizsgált kristályrészlet sok hibát tartalmaz, töredezett. A szemcsehatárok például gyenge minőségű Kikuchi-ábrát generálnak, így a szemcsehatár-szerkezet jó kirajzolódik az IQ-térképen.

A 63. ábrán a minta inverz pólusára térképe látható. Mellette ábrázoltam a térkép színekódolását, ami minden ferrites acélra ugyanaz, így csak ennél az egy ábránál tüntetem fel. Az inverz pólusára térképre berajzoltam a nagyszögű szemcsehatárokat fekete vonallal.

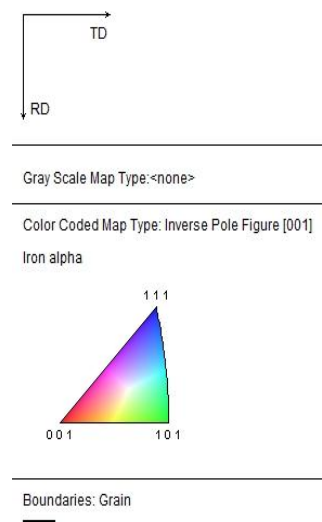
dc_331_11



62. ábra: Képmínőség térkép a nagy hőmérsékleten többtengelyű kovácsolással alakított acél minta közepéről



a

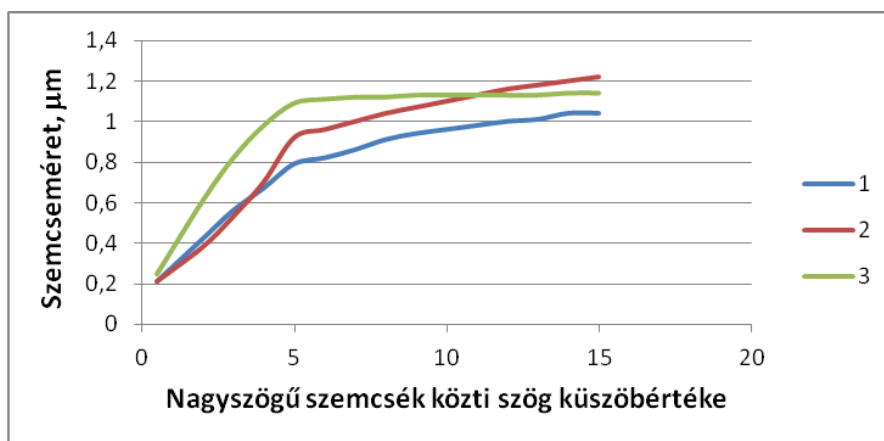


b

63. ábra: Inverz pólusábra térkép a nagy hőmérsékleten többtengelyű kovácsolással alakított acél minta közepéről (a), és a térkép színekódolása (b)

Azt, hogy két kiválasztott szemcse között kis- vagy nagyszögű szemcsehatár húzódik, a TSL OIM Analysis szoftver a következő algoritmus szerint határozza meg. A vizsgálat tárgyát képező két szemcsének a mintához rendelt koordináta-rendszerhez viszonyított egyedi orientációja, és ennek ismeretében a két szemcse orientációjának meghatározása után a program megkeresi azt a $\langle hkl \rangle$ irányt, amely a két kristallit rácsában összeesik, vagyis egy olyan irányt keres, amelynek irányában haladva nem vennénk észre, hogy az egyikből átléptünk a másikba. Ezt a közös $\langle hkl \rangle$ irányt a továbbiakban forgatási tengelynek tekintjük, és ekörül a tengely körül az egyik kristallitot addig forgatjuk, ameddig az ehhez a kristallithoz rendelt koordináta-rendszer tengelyeinek iránya a másik kristallitéval össze nem esik. Az egybeesés eléréséhez szükséges elforgatás szögének nagysága adja meg a két szemcse közötti orientáció-különbség nagyságát. A programban előre megadható az a küszöbérték, amelynél kisebb szögtértek esetén a szoftver a szemcsehatárt kisszögűnek, és amelynél nagyobb orientációs eltérés esetén azt nagyszögűnek minősíti.

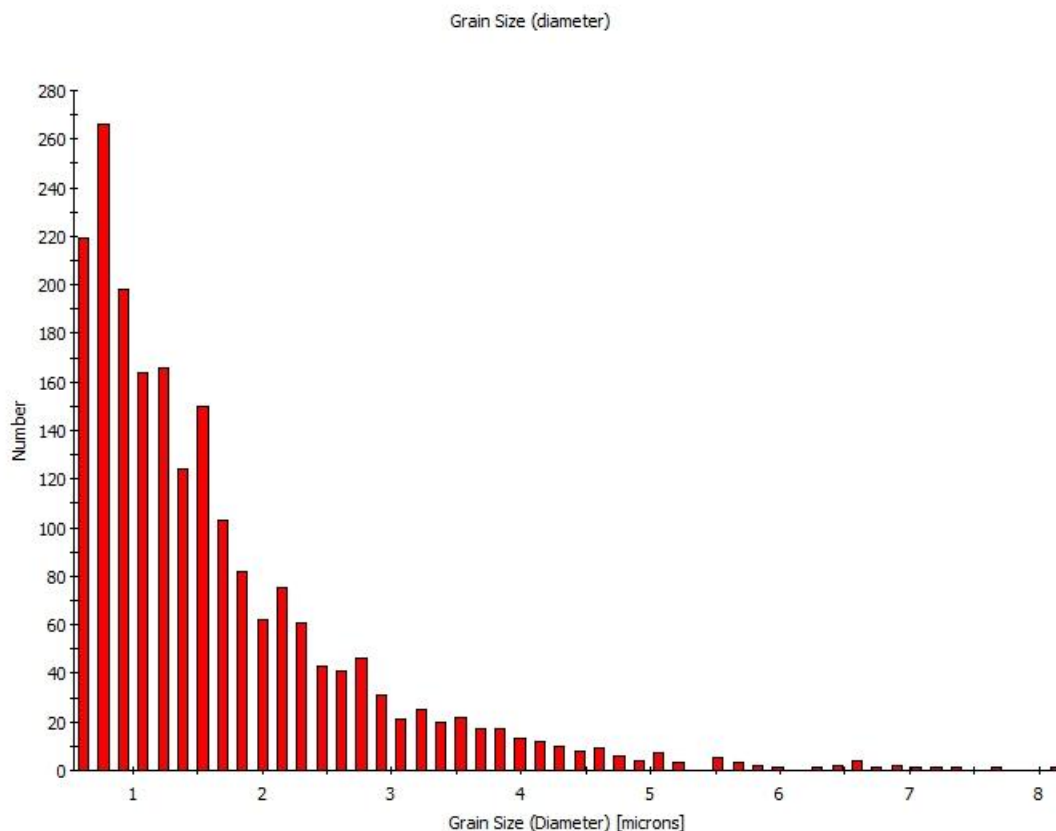
Ezt a folyamatot egy egyszerű példa segítségével is meg lehet világítani. Tegyük le az asztal lapjára két kockát úgy, hogy azonos állásban legyenek, és valamely oldallapjuk pontosan érintkezzen a másik kocka valamely oldallapjával. Ezután valamelyik közös függőleges él mentén forgassuk el a két kockát egymáshoz képest pl. 30° -kal. Az előzőekben leírt algoritmus szerint a két kocka által képviselt szemcsék orientáció-különbségét, és ezen keresztül a két kristallit között húzódó szemcsehatár típusát a következőképpen kell meghatározni: a két kocka – ami a szomszédos kristallitok primitív szabályos rendszerbeli rácsát hivatott képviselni – közös $\langle hkl \rangle$ iránya az adott esetben a $\langle 001 \rangle$ irány, vagyis az asztal lapjára merőleges irány. E körül a közös irány körül 30° -kal kell a második kockát elforgatni ahhoz, hogy a két kocka $[100]$ irányai összeessenek, vagyis az orientáció-különbség az adott esetben 30° . Az, hogy ezt nagyszögű vagy kisszögű határként kell értékelni, a következő módon tudjuk eldönteni. Ha az előbb említett küszöbérték, amely alatt kisszögű egy határ, nagy, akkor nyilván kevesebb nagyszögű határt fogunk kapni, és így az átlagos szemcseméret látszólag megnő. Ezért célszerűnek látszott kipróbálni, hogy ha változtatjuk ezt a küszöbértéket egy adott mérés kiértékelésekor, akkor mekkora szögnél nem fog már jelentősen változni a szemcseméret. Ezt három különböző alakított acélnál megvizsgálva a 64. ábrán látható grafikonhoz jutunk.



64. ábra: A szemcseméret a nagyszögű szemcsék közötti szög küszöbértéke szerint

dc_331_11

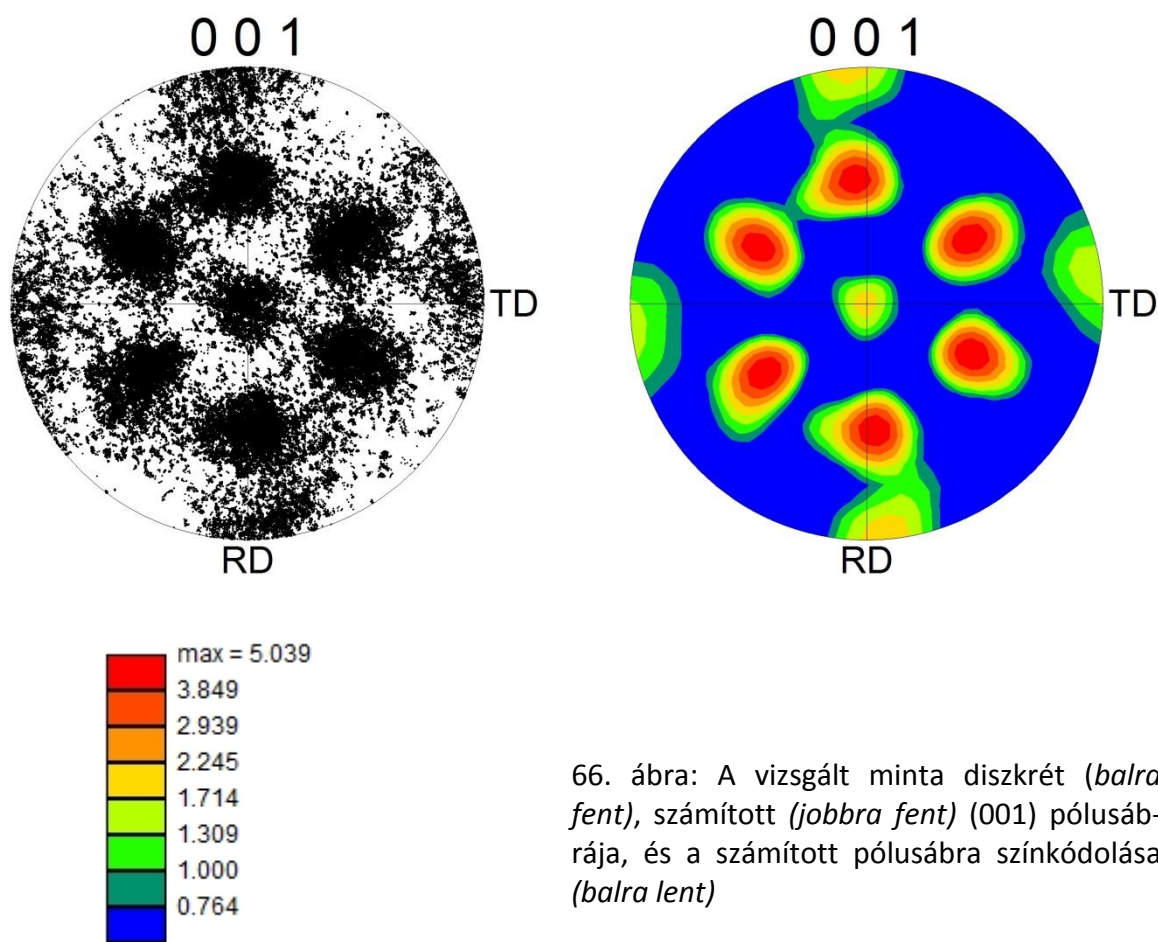
A grafikonon jól látható, hogy az 5°-os érték fölött már csak kis mértékben módosul a szemcseméret, tehát a nagyszögű-kisszögű szemcsehatárok megkülönböztetéséhez az 5°-os küszöbértéket célszerű használni. A grafikonról egyben az is leolvasható, hogy az átlagos szemcseméret valóban 1 μm körül van. A szemcsenagyság egyébként meglehetősen változatos a mintában. A 65. ábrán látható szemcseméret-eloszlás diagramról leolvasható, hogy nagyon sok szemcse átmérője 1 μm körüli, de van egy kisebb feldúsulás 1,5 μm körül is, sőt, még 6,5 μm -es szemcse is található.



65. ábra: A vizsgált minta szemcseméret-eloszlása

Ha a 63. ábra inverz pólusábra térképét jobban szemügyre vesszük, feltűnik, hogy a zöldes árnyalatú szemcsék többségben vannak, azaz a mintának textúrája van. Ennek ábrázolására a pólusábra a legmegfelelőbb. A 66. ábrán a minta (001) irányú diszkrét és számított pólusábrája látható. A számított pólusábra azt mutatja meg színekkel, hogy az adott irány, amit egy pont jelent az ábrán, hányszor nagyobb valószínűséggel fordul elő, mint egy véletlenszerű irány. Az ábrán feltüntettem a színekkel a színezést is.

dc_331_11



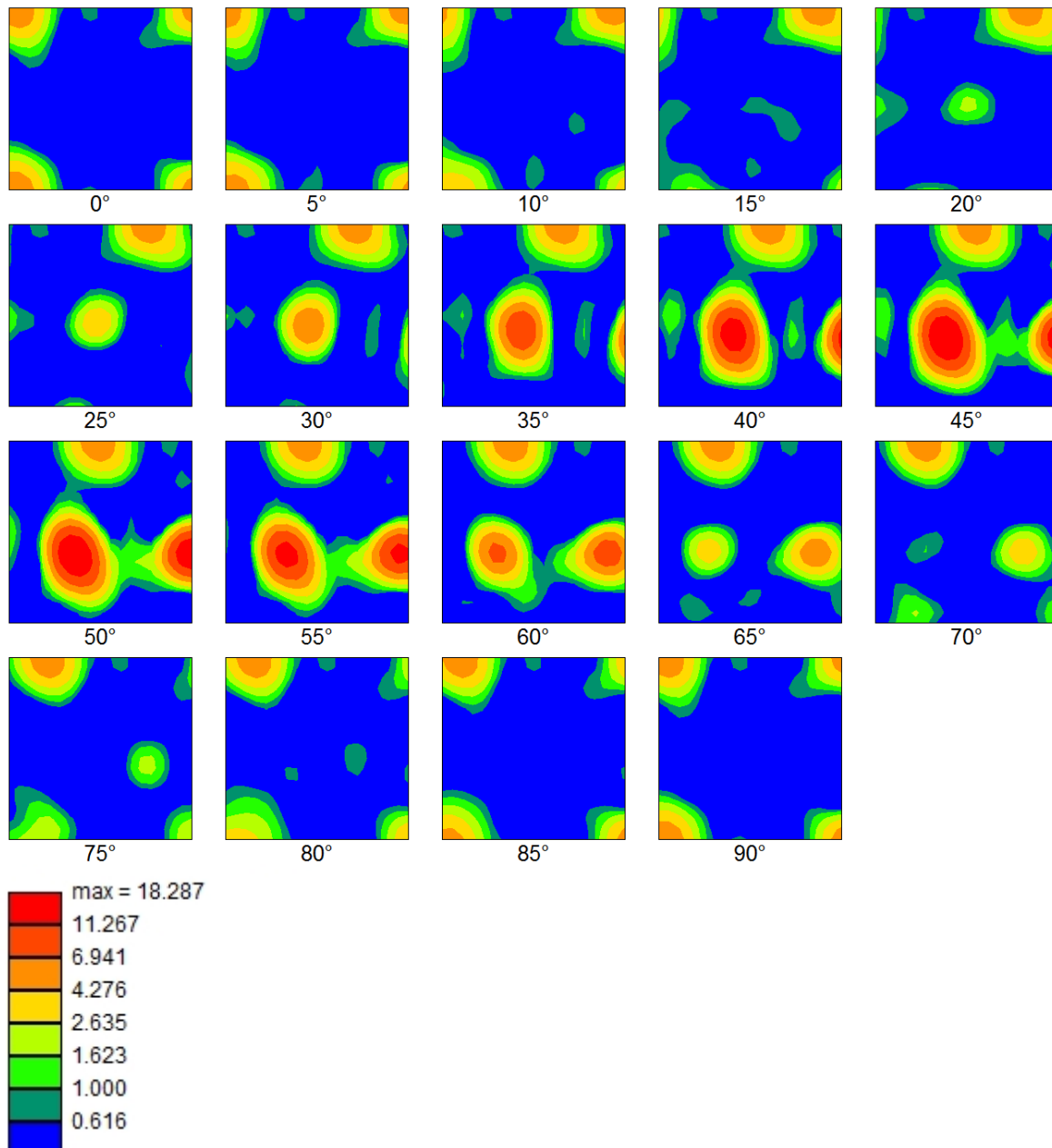
66. ábra: A vizsgált minta diszkrét (*balra fent*), számított (*jobbra fent*) (001) pólusábrája, és a számított pólusábra színekódolása (*balra lent*)

Az ábráról megfigyelhető, hogy a mintának valóban erős textúrája van. A textúra meghatározásához praktikusabb az elméleti összefoglalóban már ismertetett orientáció-eloszlás függvényt használni. A minta orientáció-eloszlás függvénye a 67. ábrán látható. Valójában ezek az Euler-térnek a metszetei a különböző ϕ_2 értékeknél ábrázolva (mindhárom Euler-szög 5°-os lépésenként növekszik 0-90° között). Az ábrában megadom a színekódolást is, ami itt szintén a random orientációhoz képest mutatja az egyes orientációk előfordulásának gyakoriságát. Látható, hogy egyes orientációs elemek a többinél lényegesen gyakrabban jelennek meg. Az OIM Analysis szoftver segítségével meg is tudjuk nézni, hogy mik ezek a komponensek, és azt az eredményt kaptam, hogy a legerősebb textúra komponens az $(1\ 1\ 1)[1\ 1\ -2]$, és ennél lényegesen gyengébben megfigyelhető a $(0\ 0\ 1)[0\ 1\ 0]$ komponens is. Ez utóbbi a jól ismert kockatextúra, az előbbi pedig a térben középpontos köbös anyagokra jellemző hengerlési textúra.

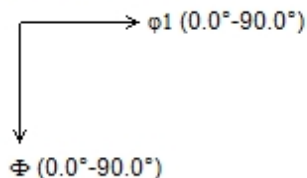
A megfelelő pólusábrák segítségével egyébként ugyancsak demonstrálható az $(1\ 1\ 1)[1\ 1\ -2]$ textúra erős jelenléte. Ha ugyanis generáljuk az $(1\ 1\ 1)$ pólusábrát, akkor annak a közepén kell lennie „dúsulásnak”, hiszen a textúra jelentése szerint az $(1\ 1\ 1)$ sík párhuzamos a felülettel (és így az $[1\ 1\ 1]$ irány merőleges a felületre, azaz párhuzamos a minta normálirányával, az ND-vel). Három másik dúsulást is kell kapnunk, hiszen egy köbös cellában 4 egymással

dc_331_11

nem párhuzamos $[1\ 1\ 1]$ irány van, melyek egymással bezárt szöge $70,52^\circ$. A három dúsulásnak a szimmetrikus pontja is megjelenik az ábrán.



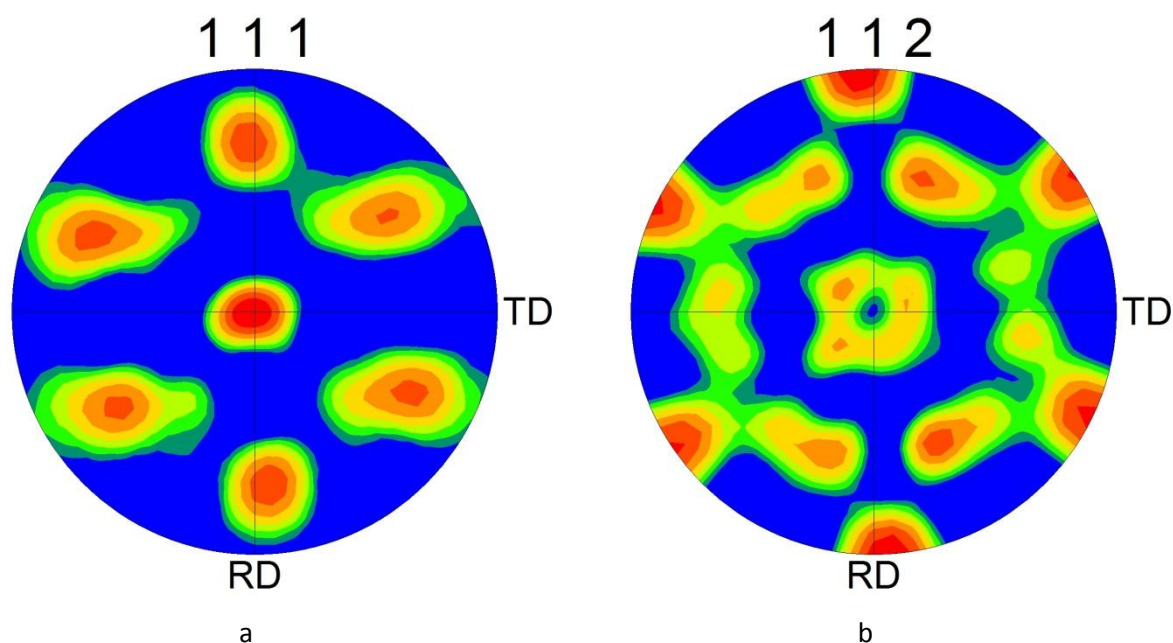
Constant Angle: ϕ_2



67. ábra: A nagy hőmérsékleten többtengelyű kovácsolással alakított acél minta orientációeloszlás függvénye (*fent*) és az eloszlásfüggvény színkódolása (*balra*)

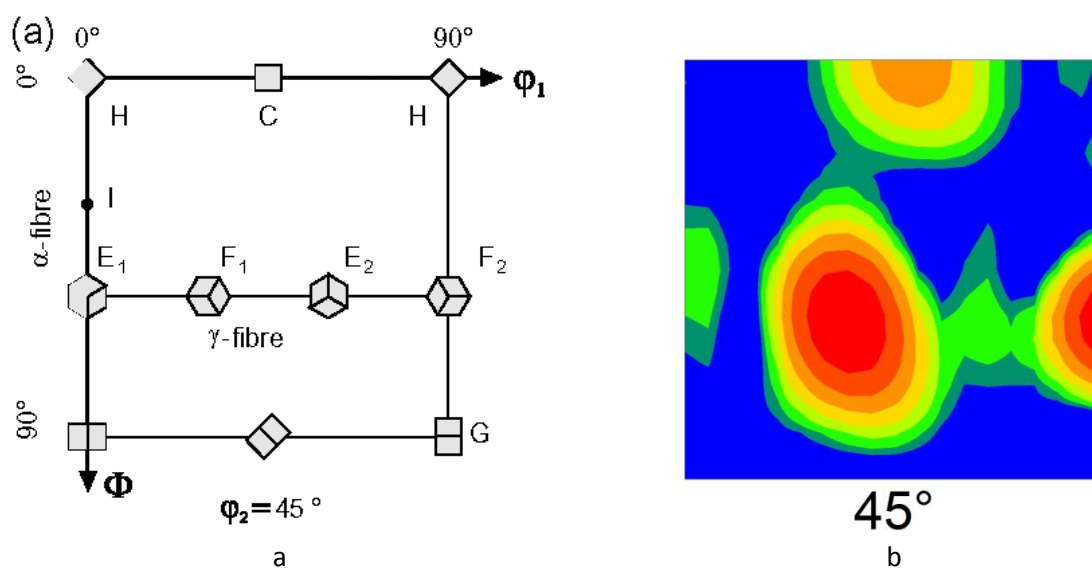
Hasonlóképpen, ha generáljuk az $(1\ 1\ 2)$ pólusábrát, akkor abban az ábra legalján (és legtetején), a hengerlési iránynál (RD) kell dúsulást tapasztalnunk, hiszen a textúrában az $[1\ 1\ 2]$ azt jelenti, hogy ez az irány párhuzamos a hengerlési iránnyal (RD). A 68. ábrán be is mutatom

ezt a két pólusábrát. Megfigyelhető, hogy valóban az említett helyeken a legnagyobb az adott irány előfordulásának gyakorisága.



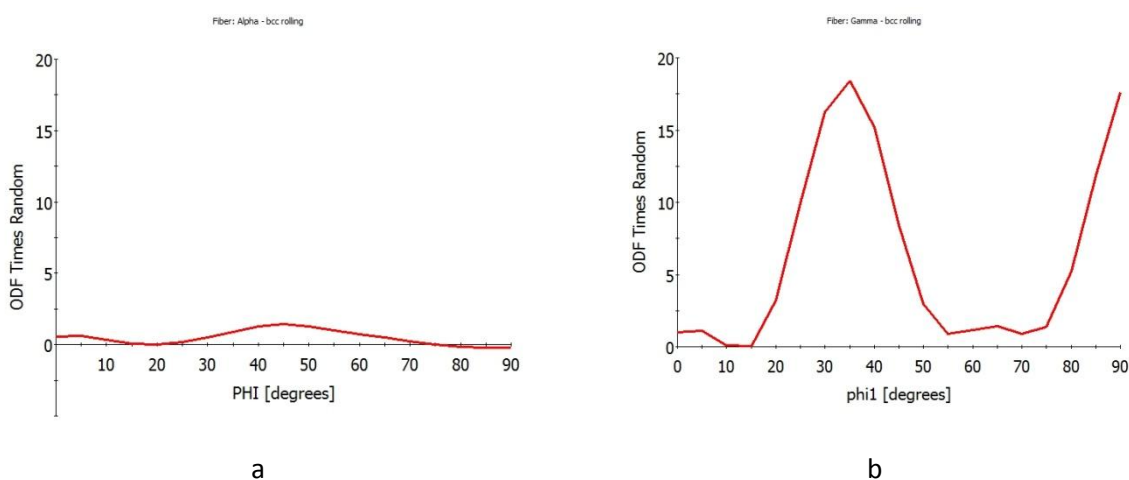
68. ábra: A nagy hőmérsékleten többtengelyű kovácsolással alakított acél minta $(1\ 1\ 1)$ (a) és $(1\ 1\ 2)$ (b) pólusábrája

A szakirodalomban a térben középpontos köbös anyagok hengerlése kapcsán megemlítik, hogy jellegzetes textúra-elemként erős α ($\{hkl\}\langle 110\rangle$) és γ ($\{111\}\langle uvw\rangle$) szálak (fiber) jönnek létre [102-104]. Az α és γ szálak egyszerre jelennek meg az orientáció-eloszlás függvény $\phi_2=45^\circ$ -os metszetén. A 69a. ábra bemutatja a térben középpontos köbös anyagok jellegzetes textúra elemeit az ODF $\phi_2=45^\circ$ -os metszetén [105].



69. ábra: A térben középpontos köbös anyagok jellegzetes textúra elemei az ODF $\phi_2=45^\circ$ -os metszetén (a) és az általam mért $\phi_2=45^\circ$ -os metszet

Összehasonlítva az ábrát az általam mért hasonló ábrával (69b. ábra) megállapíthatjuk, hogy a γ -szálon található F_1 és F_2 textúra (ezek jelentik kristálytanilag az $(1\ 1\ 1)[1\ 1\ -2]$ textúrát) jelentkezik nagy mértékben (a random orientációhoz képest kb. 18-szor gyakrabban), illetve a C-vel jelölt kockatextúra $((0\ 0\ 1)[0\ 1\ 0])$, a random orientációhoz képest 6-szoros gyakorisággal). Az α -szál gyakorlatilag nem látható, elhanyagolható mértékben felfedezhető az $(1\ 1\ 1)[1\ 1\ 0]$ -val jellemezhető E_1 komponens. Az α és γ szálakon mérhető orientációs gyakoriságot láthatjuk a 70. ábrán. Mindkét ábrán a függőleges tengelyen az orientáció gyakorisága látható, azonos skálázással. Az α szál esetében a vízszintes tengelyen a Φ , a γ szál esetén a ϕ_1 Euler-szög látható. Jól megfigyelhető az E_1 (a 70a. ábrán $\Phi = 55^\circ$ -nál), az F_1 és az F_2 komponens gyakorisága (a 70b. ábrán $\phi_1 = 30$ és 90° -nál).

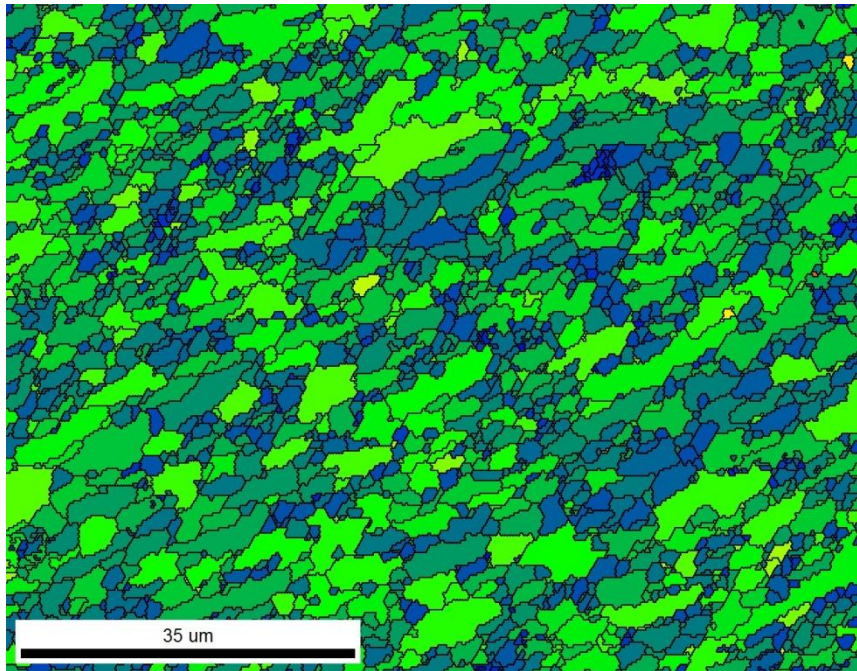


70. ábra: A magas hőmérsékleten többtengelyű kovácsolással alakított acél minta α -szálja (a) és γ -szálja

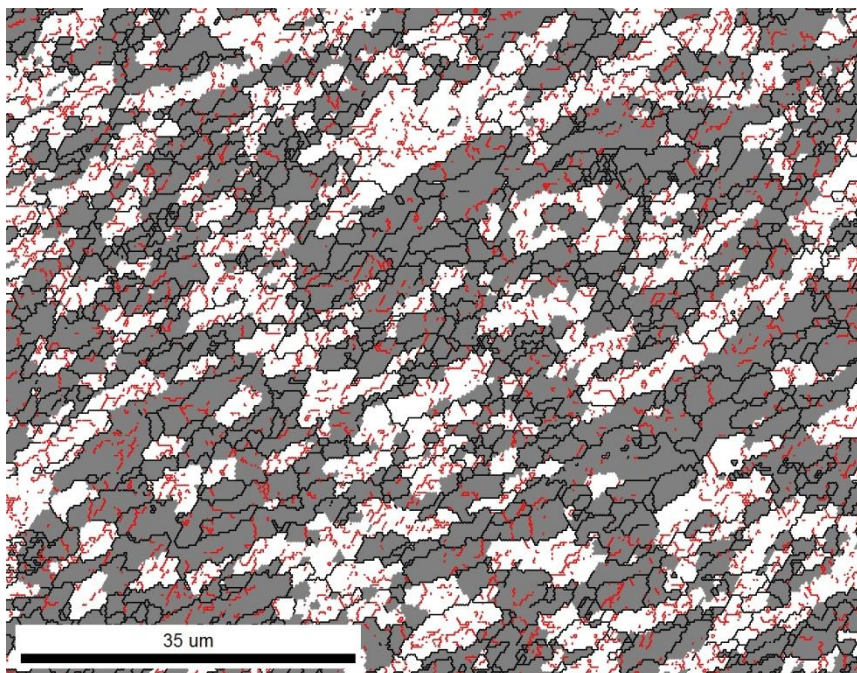
A szemcséken belüli deformáció vizsgálatához előállítottam a minta átlagos szemcsén belüli orientációkülönbség térképét (grain average misorientation, GAM). A 71. ábrán látható, ugyanolyan színskálával, mint az előző alfejezetben (kék a nulla fokos orientációkülönbség, piros a 7 fokos). Megfigyelhető, hogy zömében kékes-zöldek az ábra, tehát a szemcséken belüli elorientáltság nem számottevő.

Az azonban feltűnő, hogy kisebb orientációkülönbsége a kisebb szemcséknek van. A 72. ábrán szürkével ábrázoltam azokat a szemcséket, amelyekben belül az átlagos orientációkülönbség 1° alatti (azaz az előző alfejezetben elmondottak alapján újrakristályosodottnak tekinthető), továbbá fekete vonallal berajzoltam a nagyszögű, és pirossal a kisszögű határokat. Jól látható, hogy azokban a szemcsékben, amelyekben az átlagos orientációkülönbség nagyobb, mint 1° , nagy mennyiségű kisszögű határ található. Ez azt jelenti, hogy a szemcsék egy része (kb. 65%) valóban átalakult kisméretű, nagyszögű határokkal határolt, belül kis deformációval rendelkező ultrafinom szemcsékké, a többi szemcsében viszont még jelentős alakítási nyomok találhatók kisszögű határok formájában, és méretük is nagyobb.

dc_331_11



71. ábra: A vizsgált minta GAM-térképe

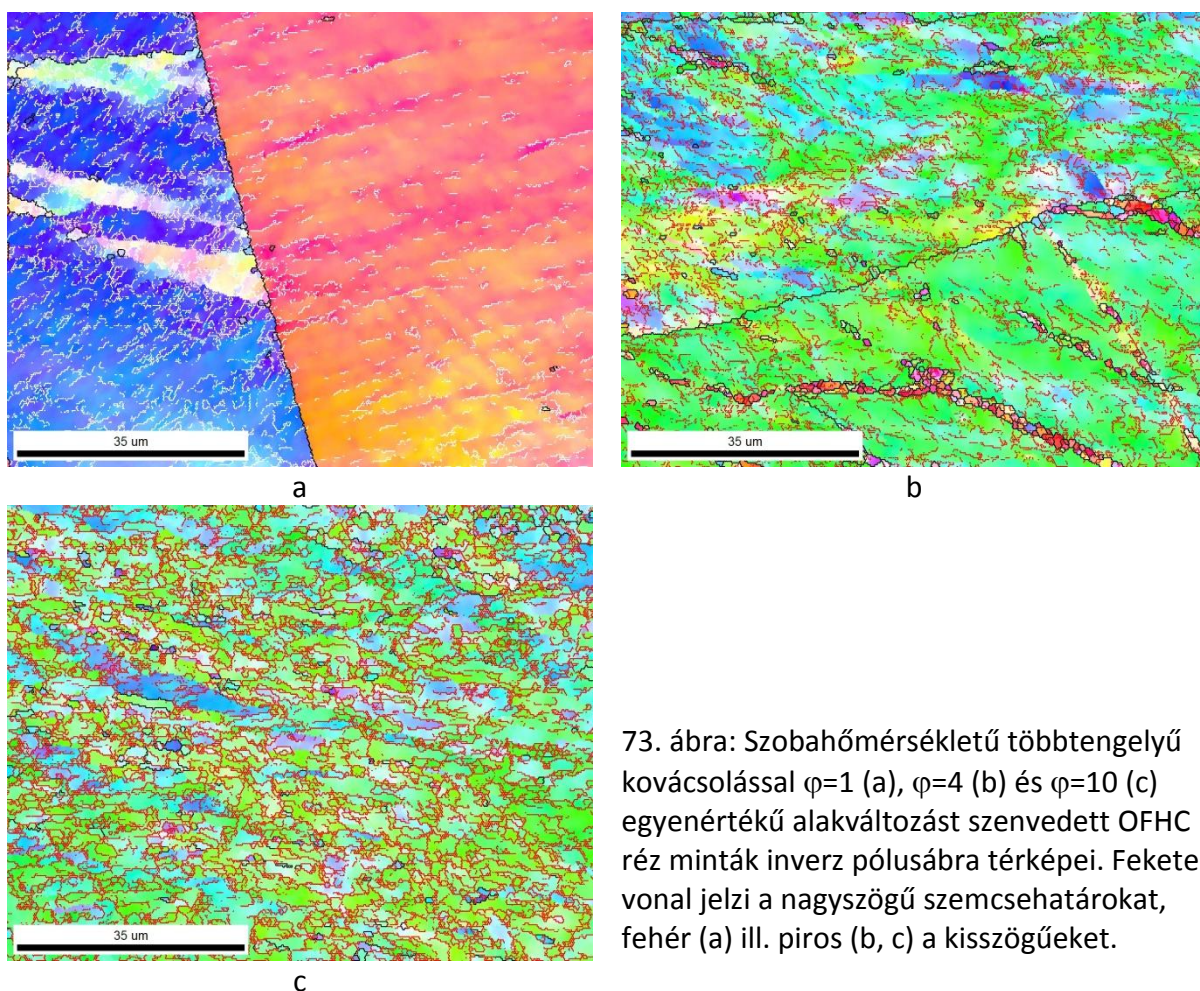


72. ábra: A vizsgált minta GAM-térképe. Szürkével azok a szemcsék vannak jelölve, amelyeken belül az átlagos orientációkülönbség kisebb, mint 1° . A nagyszögű határok fekete, a kis-szögűek piros vonallal láthatók.

A nagy hőmérsékleten többtengelyű kovácsolással alakított acél mintákat röntgen vonalprofil analízisnek is alávetettük. A mért profilokat a CMWP-módszerrel kiértékelve az átlagos diszlokációsűrűség $4,7 \cdot 10^{14} \text{ 1/m}^2$, a diszlokációk inkább csavar-karaktert mutatnak ($q=2,44$).

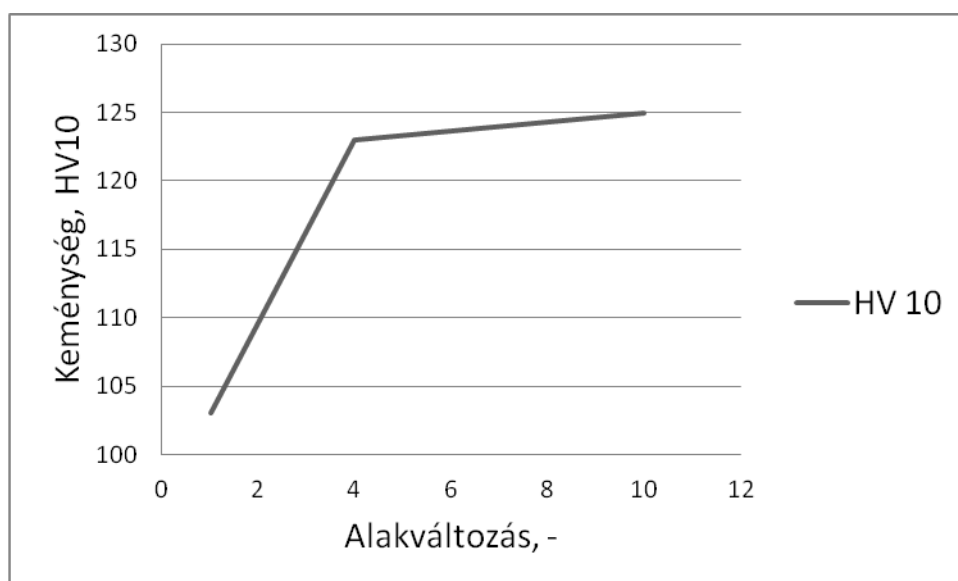
4.2.4. Következtetések

A többtengelyű, nagy hőmérsékletű kovácsolás első két alakítása az ausztenites állapotban történt. Ennek következtében az ausztenitben rácshibák keletkeztek. Ezen a hőmérsékleten lehetetlen az ausztenit diszlokációsűrűségét akárcsak kvalitatív módon is megállapítani. Ezért egy, az ausztenittel azonos kristályszerkezetű és közel azonos rétegződési hibaenergiájú modellanyaggal, egy OFHC rézzel végeztünk többtengelyű kovácsolási kísérleteket. A kovácsolás szobahőmérsékleten történt. A paraméterek úgy voltak beállítva, hogy egy ütés $\varphi=0,5$ egyenértékű alakváltozást eredményezett. Mivel a mintát egy cikluson belül 90° -kal elforgattuk, így ciklusonként egységnyi alakváltozás jött létre. A végső egyenértékű alakváltozás $\varphi=10$ volt, de mintát vettünk ki $\varphi=1$ és $\varphi=4$ alakváltozás után is. A mintákon EBSD-vizsgálatokat végeztem, a kapott inverz pólusábra-térképek a 73. ábrán láthatók.



73. ábra: Szobahőmérsékletű többtengelyű kovácsolással $\varphi=1$ (a), $\varphi=4$ (b) és $\varphi=10$ (c) egyenértékű alakváltozást szenvedett OFHC réz minták inverz pólusábra térképei. Fekete vonal jelzi a nagyszögű szemcsehatárokat, fehér (a) ill. piros (b, c) a kisszögűeket.

Az ábrán jól megfigyelhető az alakítás hatására bekövetkező mikroszerkezeti változás. Már az első ciklus után is (az egyébként nagyszemcsés anyagban) feltűnően sok (kb. 69%) kisszögű határ jött létre, és mennyiségük a 10. ciklus után már 80% körül volt. A keménység változását mutatja a 74. ábra.



74. ábra: A keménység az alakváltozás függvényében

Az ábra alapján elmondható, hogy a keménység a negyedik ciklus után telítésbe megy, azaz a diszlokációsűrűség is eléri a telítési értéket. A végeredmény egy kisszögű határokkal elválasztott szemcseszerkezet. Tekintettel arra, hogy az acél magas hőmérsékletű többtengelyű kovácsolása során az ausztenites állapotból rendkívül nagy sebességű a hűtés, az ausztenitnek nincs ideje újrakristályosodni. Ebben az esetben pedig, a modellanyag többtengelyű kovácsolásánál kapott eredményeket figyelembe véve, az ausztenit diszlokációsűrűsége is eléri a telített állapotot.

Az ausztenit-ferrit átalakulás során ezek a rácshibák a ferritszemcsék nukleációs helyeiként működtek. Ezáltal jóval több ferritcsíra keletkezett, ami természetesen az átalakult ferrit szemcsefinomodásához vezetett. A harmadik alakítás pontosan az ausztenit-ferrit átalakulás hőmérsékletén történt, vagyis az átalakulás az alakítás során történt, ami további ferrit szemcsefinomodáshoz vezetett.

Ez azt jelenti, hogy a túlhűtés okozta hajtóerőt a képlékeny alakítás során tárolódó energiával helyettesítjük. Ez olyan hatást vált ki, mintha megnöveltük volna a túlhűtés mértékét. A túlhűtés és a keletkezett csírák kritikus mérete között az alábbi jól ismert összefüggés áll fenn:

$$r = \frac{2\gamma T_E}{L\Delta T} \quad (12)$$

ahol r a kritikus csíraméret, γ a határfelületi energia, T_E az átalakulás névleges hőmérséklete, L a látens hő, és ΔT a túlhűtés mértéke. Látható, hogyha a túlhűtést a mechanikai energia bevitelével megnöveljük, akkor kisebb kritikus csíraméretet kapunk, azaz nagyobb mennyiségű és kisebb méretű csíra jön létre, vagyis a ferrit finomodik.

A negyedik alakítás a heterogén ausztenit-ferrit mezőben történt. Ebben a tartományban a még át nem alakult ausztenitre nézve ugyanazok a hatások érvényesülnek, mint az A_{r3} közeli hőmérsékleten. Természetesen a nem alakított mintához képest kisebb ausztenit-hányaddal kell számolnunk. A heterogén szövetű α fázis az alakítás hatására ebben a tartományban dinamikusan újra tud kristályosodni. Ez a körülmény önmagában is a ferrit további finomodásához vezethet, de azt is figyelembe kell venni, hogy – mindaddig, míg az ausztenit még jelen van a szövetben – nem kell a ferrit krisztallitok számottevő durvulására számítani.

Az ötödik, utolsó alakítás gyakorlatilag egybeesik az acél A_{r1k} hőmérsékletével, vagyis a szövet végső állapotát a ferrit dinamikus újrakristályosodása állítja be.

A keletkezett szövetszerkezet átlagos szemcsemérete $1\ \mu\text{m}$ körül van. A kialakult szerkezetnek jó definiálható textúrája van. Domináns az $(1\ 1\ 1)[1\ 1\ -2]$ textúra-komponens, ami a térben középpontos köbös anyagok ismert hengerlési textúrája. Vagyis az alkalmazott melegalakítás kristálytani szempontból a hideghengerléshez hasonló textúrát hozott létre. A keletkezett szerkezet textúrája inkább a γ -szálnak megfelelő komponenseket tartalmaz.

A többtengelyű, nagy hőmérsékletű kovácsolás eredményeként létrejövő szemcseszerkezet bimodális. Részben tartalmaz kis méretű ($d < 1\ \mu\text{m}$) szemcséket, részben tartalmaz ennél nagyobb szemcséket, amelyeket azonban kisszögű határok darabolnak fel.

4.2.5. Összefoglalás

1. A nagy hőmérsékletéről ($880\ ^\circ\text{C}$) nagy sebességgel ($50\ ^\circ\text{C/s}$) hűtött C-Mn acél minta öt lépésben történő többtengelyű kovácsolása eredményeként ultrafinomszemcsés anyag jött létre kb. $1\ \mu\text{m}$ -es átlagos szemcsemérettel. Az egyenértékű alakváltozás alakításonként 0,5, az alakítási sebesség $10\ 1/\text{s}$ volt. Az első két alakítás ausztenites állapotban, a harmadik alakítás az ausztenit-ferrit átalakulás kezdeti hőmérsékletén történt. A negyedik alakítás a heterogén ausztenit-ferrit mezőben valósult meg, az utolsó alakítás pedig teljesen ferrites állapotban történt. A kialakult szerkezet diszlokációsűrűsége $4,7 \cdot 10^{14}\ 1/\text{m}^2$, a diszlokációk inkább csavar-karaktert mutatnak ($q=2,44$). Az ausztenithez hasonló kristályszerkezetű és rétegződési hibaenergiájú OFHC réz minta szobahőmérsékletű többtengelyű kovácsolása során elhanyagolható mértékű makroszkópikus alakváltozás mellett jelentős mértékű felhalmozott rugalmas energia keletkezik, ugyanis a keménység az első alakítás után telítésbe megy, és nagy mennyiségű kisszögű szemcsehatár (69,4%) keletkezik.

Figyelembe véve az ausztenites állapotban végzett alakítás körülményeit, az OFHC rézen végzett modellkísérletek eredményei alapján várható, hogy az ausztenit diszlokációsűrűsége telítésbe megy. Az ausztenitben tárolt rugalmas energia hatására az allotróp átalakulás kezdőhőmérséklete megnőtt, így a túlűtés mértéke is nagyobb lett. Emiatt kisebb ferritcsírák keletkeztek, ami ultrafinom szemcseméretet eredményezett.

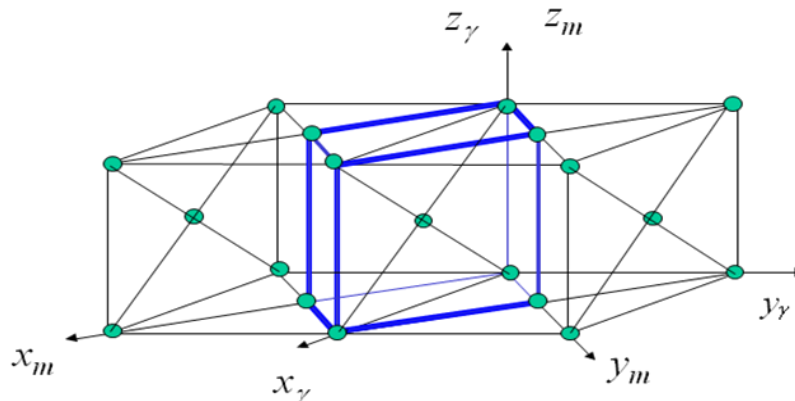
2. A nagy hőmérsékletéről (880 °C) nagy sebességgel (50 °C/s) hűtött C-Mn acél minta öt lépésben történő többtengelyű kovácsolása eredményeként létrejött ultrafinomszemcsés anyag EBSD által meghatározott szemcsenagysága a szemcsék közötti orientáció-különbség 5°-os értékéig meredeken nő, ezután viszont telítésbe megy. Ez azt jelenti, hogy a nagyszögű határok kritikus orientáció-különbségét célszerű 5°-nak választani.
3. A nagy hőmérsékletéről (880 °C) nagy sebességgel (50 °C/s) hűtött C-Mn acél minta öt lépésben történő többtengelyű kovácsolása eredményeként létrejövő szövet az orientációeloszlás-függvények elemzése alapján döntően (1 1 1)[1 1 -2] textúrát mutat, ami a térben középpontos köbös fémek tipikus hengerlési textúrája. A keletkezett textúrában az α -szál jelenléte kevésbé mutatható ki, a TKK anyagok hengerlésénél tipikus γ -szálnak viszont több komponense is kimutatható (az ún. F1 és F2 komponensek, amik az (1 1 1) [1 1 -2] textúrának felelnek meg, illetve a C-vel jelölt kockatextúra-komponens, a (0 0 1) [0 1 0]).

4.3. Léces martenzit alakítása és hőkezelése

4.3.1. Alapgondolat

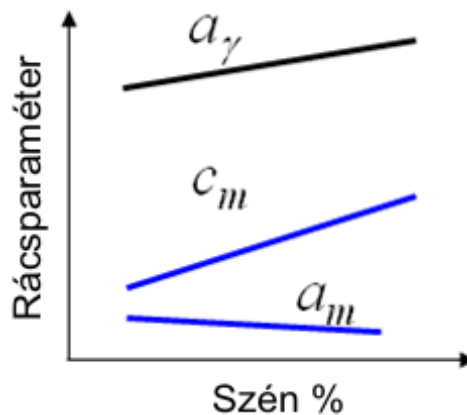
Az előző két alfejezetben termomechanikusan alakított mintákat vizsgáltam, ahol minden esetben az alakítás megelőzte a hőkezelést, vagy legalább azzal egy időben történt. A mostani vizsgálatoknál a hőkezelés megelőzi az alakítást.

Ultrafinomszemcsés anyagok előállításánál az első lépés mindig az, hogy egy nagy diszlokációsűrűségű anyagot állítunk elő, majd ennek további hőkezelésével a diszlokációk által alkotott kisszögű határok nagyszögűvé alakulnak, és ha az eredeti diszlokációsűrűség elegendően nagy volt, akkor ultrafinomszemcsés anyaghoz jutunk. A nagy diszlokációsűrűséget azonban nem csak képlékeny alakítással érhetjük el, hanem edzéssel is. Kis karbontartalmú ötvözetlen acélok esetén az edzés során martenzites átalakulás jön létre. Az átalakulás során a felületen középpontos köbös ausztenit térben középpontos tetragonális martenzitté alakul át. Az átalakulást többféle modellel is leírhatjuk. Az egyik legszemléletesebb (bár nem tökéletes) modell a Bain-féle modell, ami azt mondja, hogy a felületen középpontos köbös (ausztenites) rács atomjainak kismértékű átrendeződésével megkapjuk a térben középpontos tetragonális (martenzites) szerkezetet. A Bain-modell a 75. ábrán látható.



75. ábra: A martenzites átalakulás Bain-modellje

Megjegyzendő, hogy a Bain-modellt nem tekintik általánosan elfogadottnak, mert nem mutatható ki benne olyan sík, ami az átalakulás során megmarad, vagyis habitussíknak tekinthető. Számunkra azonban most hasznos, mert megmagyarázza az átalakulás során keletkezett diszlokációk nagy számát. Az eredeti ausztenit és a keletkezett martenzit rácsállandója a karbontartalom függvényében a 76. ábra szerint változik: Megfigyelhető, hogy a karbontartalom növekedtével a rácsparatéter-változás az ausztenit és a martenzit között egyre nagyobb, amit az anyag éldiszlokációk létrehozásával kompenzál.



76. ábra: Az ausztenit és a martenzit rácsparamétereinek módosulása a karbontartalom függvényében

Vagyis adott karbontartalom mellett elképzelhető, hogy az anyagban akkora diszlokációsűrűség jön létre, ami megfelelő kiindulási alapot ad a további kezelések után az ultrafinomszemcsés szerkezet kialakulásához.

A következő kísérletekben azt vizsgáltam, hogy vajon mennyi az a karbontartalom, ahol a fent említett diszlokációsűrűség, és így a martenzites szerkezet létrejön, illetve ha a kívánt martenzites szerkezet létrejött, akkor ennek alakításakor illetve hőkezelésekor hogyan alakul a minta szerkezete.

4.3.2. Mintaelőkészítés

Mintaanyagként először három különböző karbontartalommal rendelkező acélt választottunk. A minták ötvözőelemeinek mennyiségét a 8. táblázat tartalmazza.

Próbatest jele	Ötvözőelem mennyisége, tömeg %									
	C	Mn	Si	S	P	Cu	Cr	Ni	Al	Mo
6	0,16	1,48	0,29	0,007	0,018	0,07	0,06	0,04	0,006	0,004
1	0,09	0,46	0,007	0,014	0,009	0,07	0,08	0,03	0,05	0,002
61	0,06	0,68	0,008	0,006	0,012	0,05	0,09	0,04	0,06	0,001

8. táblázat: A vizsgált acélok ötvözőelemeinek mennyisége

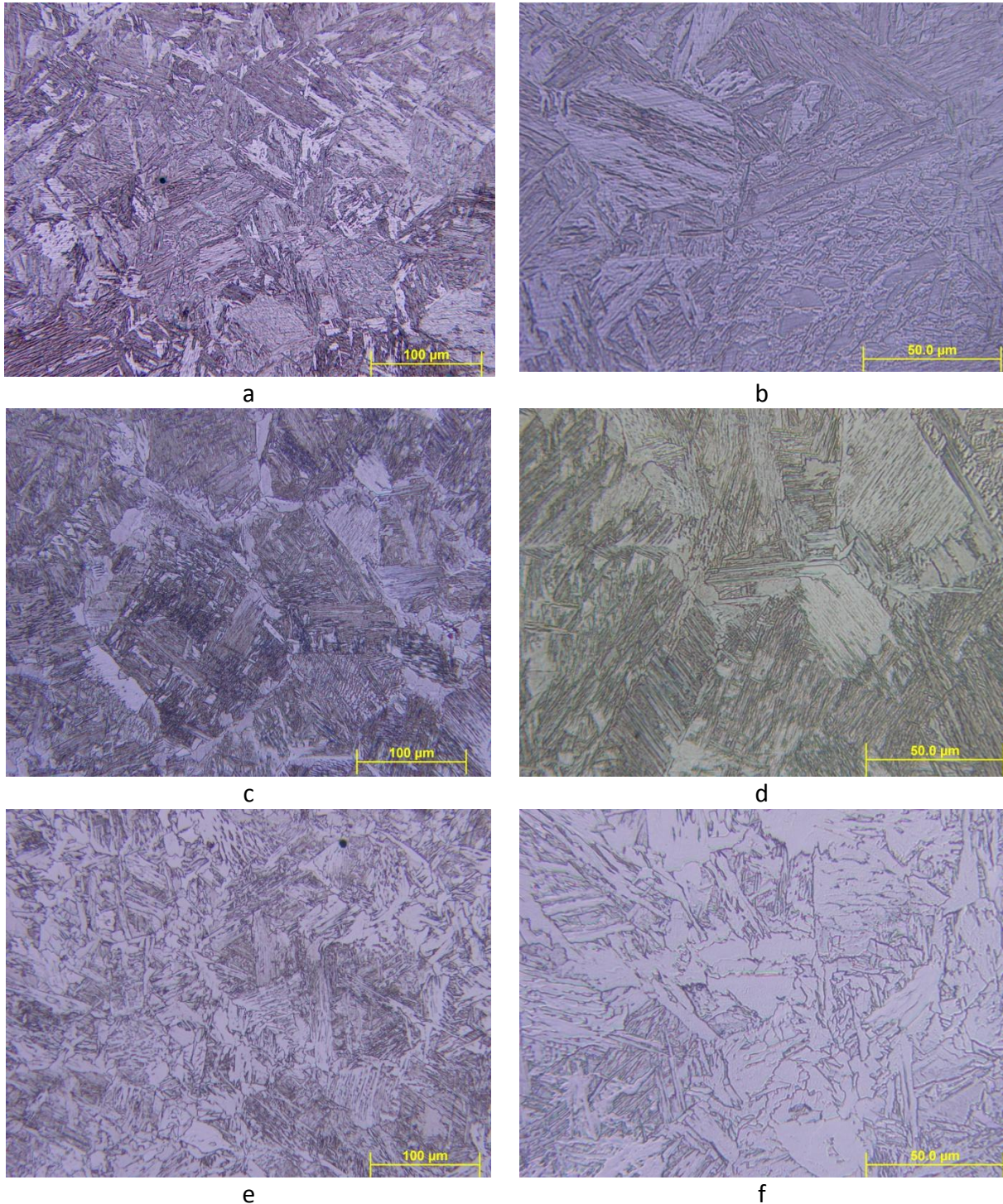
A minták 6 mm vastag melegen hengerelt szalagok formájában kerültek hozzánk. Az előkészítések során több hőmérsékletről is leedzettük őket, és azt tapasztaltuk, hogy detektálható mennyiségű martenzit csak a legalább 1100 °C-ról történő edzés során keletkezett, így a továbbiakban csak ezekkel a mintákkal foglalkozom.

Az edzett mintákat szobahőmérsékleten 50%-os mértékben hengereltük, majd az így előállított próbatesteket 550 °C-on egy órán át hőkezeltük.

4.3.3. Mérések, eredmények

A léces martenzit létrejötte és tulajdonságai

A fentiek szerint előállított próbatesteket hagyományos metallográfiai módszerekkel csiszoltuk, políroztuk, majd optikai mikroszkóppal fotókat készítettünk róluk, melyek a 77. ábrán láthatók.



77. ábra: Optikai mikroszkópos fotók a 6-os (a, b), az 1-es (c, d) és a 61-es (e, f) mintákról

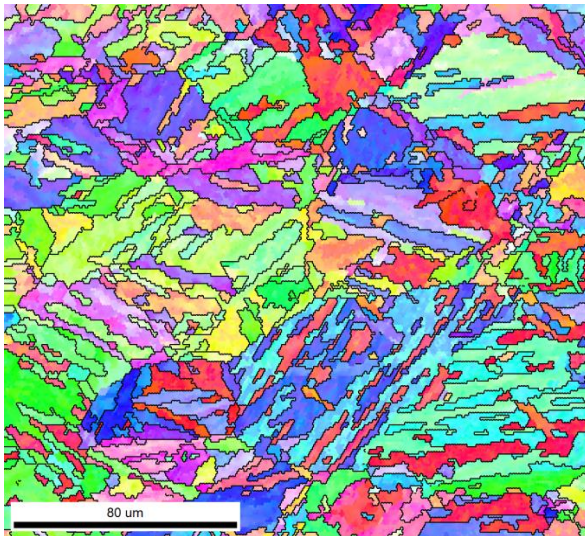
A fotókon megfigyelhető, hogy mindhárom esetben valamilyen tűs szerkezet jön létre, de ennek a szövetnek az aránya a karbontartalom csökkenésével csökken. A szövetszerkezet pontosabb meghatározása érdekében a mintákról EBSD-térképeket vettem fel. Az EBSD vizsgálatokhoz először a felületen lévő Beilby-réteget kellett eltávolítani egy további 30 perces polírozással, amelyet 0,05 μm -es szemcsenagyságú kolloid szilikával végeztem.

Az EBSD berendezés egy Philips XL-30 típusú pásztázó elektronmikroszkópra felszerelt EDAX-TSL rendszer volt, a kiértékelést a TSL OIM Analysis program felhasználásával készítettem. Az EBSD vizsgálat során az elektronmikroszkóp nagyítása 350x-es volt, a pásztázott terület 210x190 μm , az alkalmazott lépésköz 1 μm volt. A kamera kiolvasási sebessége 16,9 kép/másodperc volt. A 78. ábra mutatja az inverz pólusábra-térképeket és a képminőség térképeket. Az inverz pólusábra térképek színkódolása megegyezik az előző alfejezetben ismertetett mérésnél alkalmazottal.

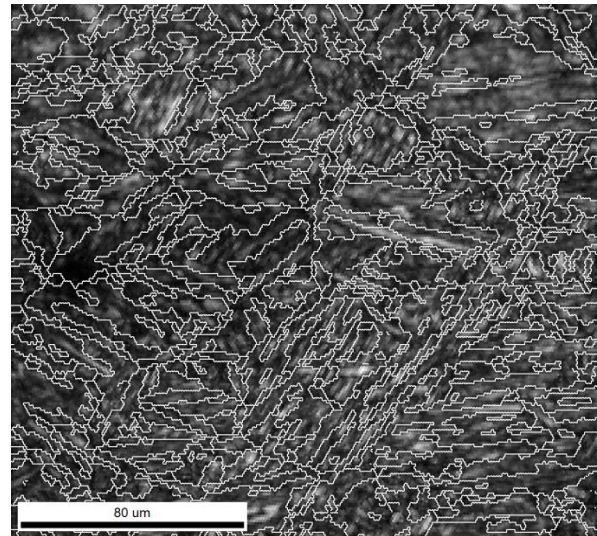
Az inverz pólusábra térképekbe feketével, a képminőség térképekbe pedig (a jobb láthatóság kedvéért) fehérrel berajzoltam a nagyszögű határokat. Megfigyelhető, hogy a legnagyobb karbontartalmú (6-os jelű) minta keskeny, elnyúlt, nagyszögű határokkal elválasztott léces jellegű szemcséket tartalmaz. A két kisebb karbontartalmú mintában ez a léces jellegű szerkezet nem alakult ki, lényegesen nagyobb szemcsék keletkeztek. Ugyanakkor a nagyobb karbontartalmú minta képminőség térképe jóval sötétebb, mint a többi, azaz ez a minta nagyobb rácsdeformációt tartalmaz, mint a többi.

Röntgen vonalprofil analízisre is sor került. A nagyfelbontású röntgendiffrakciós mérés során a mintában található vas nagymértékű fluoreszcens szórása miatt a mérések $\text{Co K}_{\alpha 1}$ sugárzással egy speciális, két-kristályos, nagyfelbontású röntgen diffraktométerrel történtek. A finom-fókuszált Co anód 30kV feszültségen és 30mA áramerősséggel működött. A monokromatikus nyaláb egy Ge 220 síkjára szimmetrikus monokromátor segítségével érhető el, így a $\text{Co K}_{\alpha 2}$ komponens kiszűrhető. A szinte párhuzamos nyaláb 0,2x2 mm^2 felületen éri a mintákat. Ebből következően az adott reflexiós geometriában mért minták esetén az instrumentális effektus elhanyagolható. A diffrakciós profilokat imaging plate-ek (IP) segítségével detektáltuk, mindegyik minta esetén 193 mm sugarú köríven elhelyezett IP tartók segítségével. A méréshez használt két imaging plate által meghatározott 2 θ szögtartomány 40° és 165° közé esett. Így a diffrakciós mérés eredményeként, az adott anyagra jellemző csúcs-szélesedéstől függően, 4 illetve 5 reflexió volt mérhető, nevezetesen $\langle 110 \rangle$, $\langle 200 \rangle$, $\langle 211 \rangle$, $\langle 220 \rangle$ és $\langle 310 \rangle$. A mért profilokat a CMWP-módszerrel kiértékelve az átlagos diszlokációsűrűség, a koherensen szóró tartományok mérete, valamint a diszlokációk jellegét leíró q paraméter a 9. táblázatban látható ($q=1,3$, ha a diszlokáció tisztán él, és $q=2,7$, ha a diszlokáció tisztán csavar jellegű).

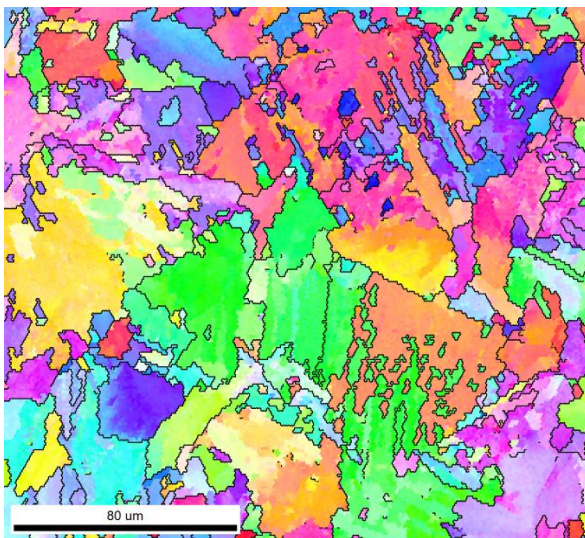
Látható, hogy leginkább a legnagyobb karbontartalmú mintában alakult ki az edzés hatására a léces szerkezet, így a további kísérletekhez ezt a mintát használtam fel.



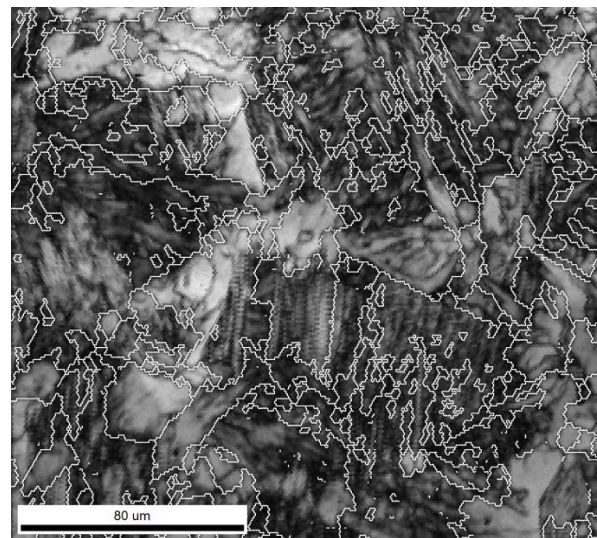
a



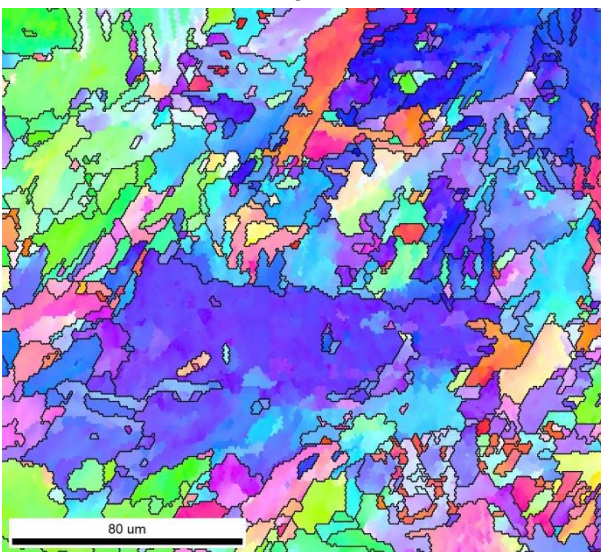
b



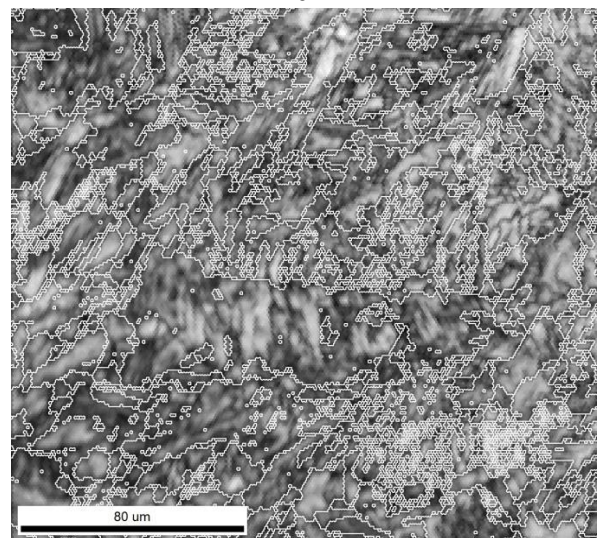
c



d



e



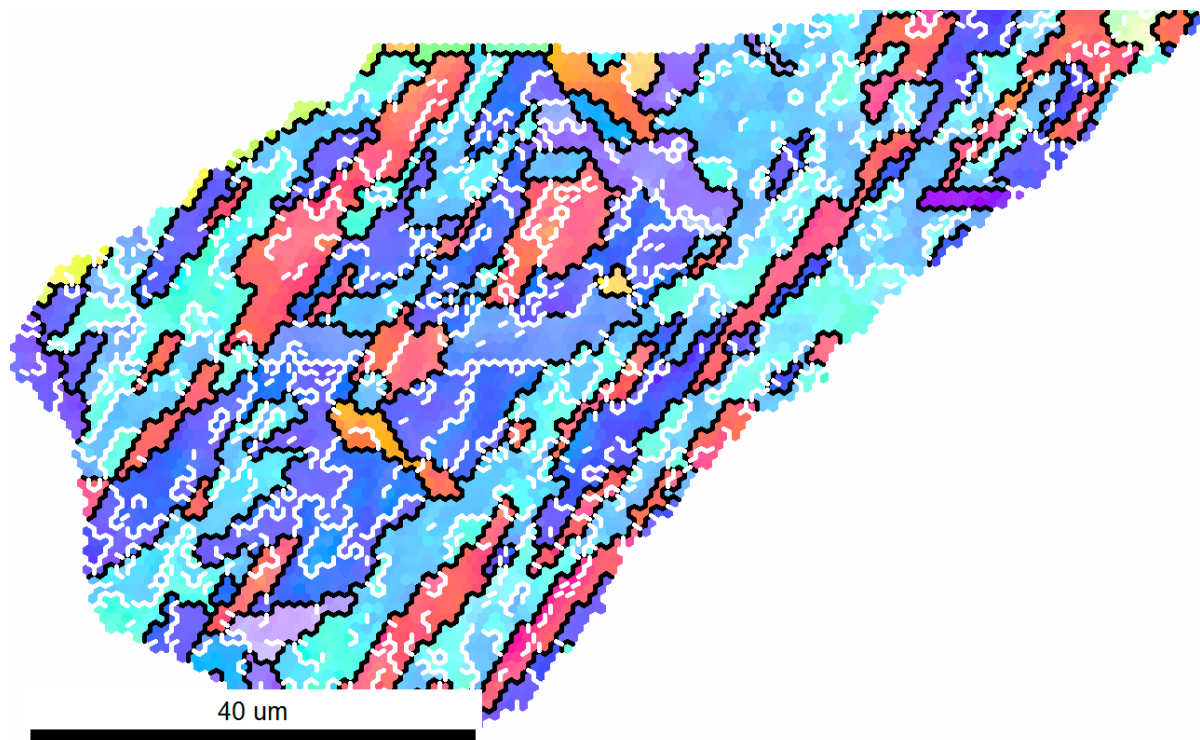
f

78. ábra: Inverz pólusábra térképek (a, c, e) és képminőség térképek (b, d, e) a 6-os (a,b), az 1-es (c,d) és a 61-es (e,f) mintákról

	$\rho_D, 1/m^2$	$\langle x \rangle, nm$	q
6	4,75	72	1,65
1	3,6	130	2,26
61	1,2	92	1,82

9. táblázat: A röntgen vonalprofil analízisből számított ρ_D diszlokációsűrűség, $\langle x \rangle$ koherensen szóró méret, q diszlokáció jellegére utaló paraméter

A 78. a. ábrán megfigyelhetők olyan tartományok, ahol a martenzitlécek nagyjából egy irányban állnak. A morfológia alapján feltételezhető, hogy ezek a tartományok egy ausztenitszemcse átalakulásából jöttek létre. Egy ilyen tartományt, amit kötegnek nevezhetünk, kinagyítottam (lásd 79. ábra). Jól látható, hogy a köteg három különböző orientációjú, egymással nagyszögű határokkal elválasztott tartományra osztható, ezeket hívjuk blokkoknak. A blokkokon belül kisszögű határral elválasztott tartományok vannak, de egy blokkon belül csak kétféle orientációjú. Az ábrán a nagyszögű határokat fekete, a kisszögűeket fehér vonal határolja. A blokkok átlagos mérete kb. 4 μm , a szub-blokkoké kb. 2 μm .



79. ábra: Egy ausztenitszemcséből létrejött tartomány. A nagyszögű határokat fekete, a kisszögűeket fehér vonal jelzi.

A martenzit kialakulása során az ausztenit meghatározott orientációs összefüggés alapján alakul át. A vizsgált acéloknál ezt az orientációs kapcsolatot az ausztenit és a martenzit között a Kurdjumov-Sachs-féle (K-S) orientációs összefüggés adja meg [105]:

$$(111)_\gamma \parallel (011)_\alpha \text{ és } [110]_\gamma \parallel [111]_\alpha \quad (13)$$

dc_331_11

ahol a γ index az ausztenitre, az α a martenzitre utal. Az ausztenitben négy nem párhuzamos (111) sík van. Mindegyik síkban három nem párhuzamos [110] irány található. A martenzit (011) síkjában két nem párhuzamos [111] irány van, így a lehetséges orientációs variációk száma, amelyek teljesítik a K-S összefüggést, 24 (10. táblázat)[106].

Változat	Párhuzamos sík	Párhuzamos irány
V1	$(111)_\gamma // (011)_{\alpha'}$	$[\bar{1}01]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha'}$
V2		$[\bar{1}01]_\gamma // [\bar{1}1\bar{1}]_{\alpha'}$
V3		$[01\bar{1}]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha'}$
V4		$[01\bar{1}]_\gamma // [\bar{1}1\bar{1}]_{\alpha'}$
V5		$[1\bar{1}0]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha'}$
V6		$[1\bar{1}0]_\gamma // [\bar{1}1\bar{1}]_{\alpha'}$
V7	$(1\bar{1}1)_\gamma // (011)_{\alpha'}$	$[10\bar{1}]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha'}$
V8		$[10\bar{1}]_\gamma // [\bar{1}1\bar{1}]_{\alpha'}$
V9		$[\bar{1}\bar{1}0]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha'}$
V10		$[\bar{1}\bar{1}0]_\gamma // [\bar{1}1\bar{1}]_{\alpha'}$
V11		$[011]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha'}$
V12		$[011]_\gamma // [\bar{1}1\bar{1}]_{\alpha'}$
V13	$(\bar{1}11)_\gamma // (011)_{\alpha'}$	$[0\bar{1}1]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha'}$
V14		$[0\bar{1}1]_\gamma // [\bar{1}1\bar{1}]_{\alpha'}$
V15		$[\bar{1}0\bar{1}]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha'}$
V16		$[\bar{1}0\bar{1}]_\gamma // [\bar{1}1\bar{1}]_{\alpha'}$
V17		$[110]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha'}$
V18		$[110]_\gamma // [\bar{1}1\bar{1}]_{\alpha'}$
V19	$(11\bar{1})_\gamma // (011)_{\alpha'}$	$[\bar{1}10]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha'}$
V20		$[\bar{1}10]_\gamma // [\bar{1}1\bar{1}]_{\alpha'}$
V21		$[0\bar{1}\bar{1}]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha'}$
V22		$[0\bar{1}\bar{1}]_\gamma // [\bar{1}1\bar{1}]_{\alpha'}$
V23		$[101]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha'}$
V24		$[101]_\gamma // [\bar{1}1\bar{1}]_{\alpha'}$

10. táblázat: A Kurdjumov-Sachs féle orientációs összefüggés lehetséges esetei

Egy kötegben csak egy ausztenit síkon jöhet létre a transzformáció, így egy kötegben 6 különböző martenzit-variánst találhatunk (80. ábra).

A martenzites átalakulás miatti kristálytani orientációváltozás mátrixegyenlettel kifejezve:

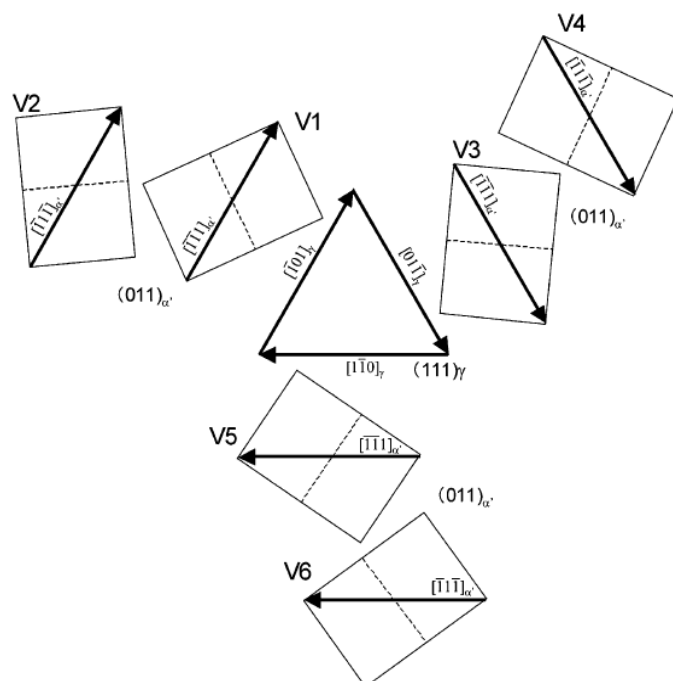
$$\mathbf{M} = \mathbf{T} \cdot \mathbf{A} \quad (14)$$

ahol $\mathbf{T}$ az orientációs transzformációs mátrix, $\mathbf{M}$ és $\mathbf{A}$ pedig pedig a három ortogonális egységvektorból álló orientációs mátrix, melyek a martenzit illetve az ausztenit kristálytani orientációját mutatják [107].

Emiatt a $\mathbf{T}$ orientációs transzformációs mátrix az alábbi módon fejezhető ki:

$$\mathbf{T} = \mathbf{M} \cdot \mathbf{A}^{-1} \quad (15)$$

Így számítható a 10. táblázatban megadott 24 különböző orientációs transzformációs mátrix, melyek a K-S orientáció kapcsolatban a kristálytani változatoknak felelnek meg.



80. ábra: Az ausztenit (111) síkján kialakuló hat kristálytani variáns K-S orientációs kapcsolat esetén. A háromszög az ausztenit (111) síkját, a négyzetek pedig a martenzit (011) síkját jelölik.

A T_1 - T_{24} orientációs átalakulási mátrixok segítségével kiszámítható egy bármilyen orientációval rendelkező ausztenit egykristályból keletkező 24 különböző martenzit variáns (M_1 - M_{24}) orientációja. A 81. ábra a 24 martenzit variánst mutatja az ausztenit (001) pólusábráján, azt feltételezve, hogy az ausztenit orientációja (001)[100]. Az ábra mindegyik sorszáma egy adott martenzit variánst jelöl [106].

Az orientáció-eltérés szöge és a forgástengely a 24 martenzit variáns (M_1 - M_{24}) (14) egyenletből meghatározott orientációjának felhasználásával adható meg. A különböző változatok közötti forgási mátrix az alábbiak szerint számolható:

$$M_2 = R \cdot M_1 \quad (16)$$

Az orientáció-eltérés szöge és a forgástengely a forgási mátrix, R elemeiből számolható [107]. A 11. táblázat a tengelyek és szögek közötti összefüggést mutatja V1 és a többi változat között K-S orientációs kapcsolat esetén [107].

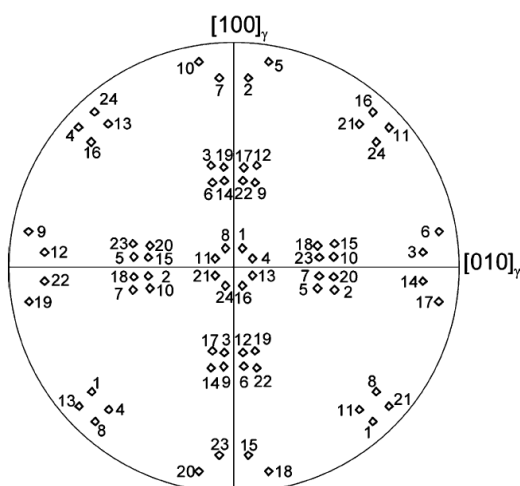
dc_331_11

$T_1 = \begin{pmatrix} 0.742 & -0.667 & -0.075 \\ 0.650 & 0.742 & -0.167 \\ 0.167 & 0.075 & 0.983 \end{pmatrix}$	$T_{13} = \begin{pmatrix} 0.667 & 0.742 & -0.075 \\ -0.742 & 0.650 & -0.167 \\ -0.075 & 0.167 & 0.983 \end{pmatrix}$
$T_2 = \begin{pmatrix} 0.075 & 0.667 & -0.742 \\ -0.167 & 0.742 & 0.650 \\ 0.983 & 0.075 & 0.167 \end{pmatrix}$	$T_{14} = \begin{pmatrix} -0.667 & 0.075 & -0.742 \\ -0.742 & -0.167 & 0.650 \\ -0.075 & 0.983 & 0.167 \end{pmatrix}$
$T_3 = \begin{pmatrix} -0.667 & -0.075 & 0.742 \\ 0.742 & -0.167 & 0.650 \\ 0.075 & 0.983 & 0.167 \end{pmatrix}$	$T_{15} = \begin{pmatrix} 0.075 & -0.667 & 0.742 \\ 0.167 & 0.742 & 0.650 \\ -0.983 & 0.075 & 0.167 \end{pmatrix}$
$T_4 = \begin{pmatrix} 0.667 & -0.742 & 0.075 \\ 0.742 & 0.650 & -0.167 \\ 0.075 & 0.167 & 0.983 \end{pmatrix}$	$T_{16} = \begin{pmatrix} 0.742 & 0.667 & 0.075 \\ -0.650 & 0.742 & -0.167 \\ -0.167 & 0.075 & 0.983 \end{pmatrix}$
$T_5 = \begin{pmatrix} -0.075 & 0.742 & -0.667 \\ -0.167 & 0.650 & 0.742 \\ 0.983 & 0.167 & 0.075 \end{pmatrix}$	$T_{17} = \begin{pmatrix} -0.742 & -0.075 & -0.667 \\ -0.650 & -0.167 & 0.742 \\ -0.167 & 0.983 & 0.075 \end{pmatrix}$
$T_6 = \begin{pmatrix} -0.742 & 0.075 & 0.667 \\ 0.650 & -0.167 & 0.742 \\ 0.167 & 0.983 & 0.075 \end{pmatrix}$	$T_{18} = \begin{pmatrix} -0.075 & -0.742 & 0.667 \\ 0.167 & 0.650 & 0.742 \\ -0.983 & 0.167 & 0.075 \end{pmatrix}$
$T_7 = \begin{pmatrix} -0.075 & 0.667 & 0.742 \\ -0.167 & -0.742 & 0.650 \\ 0.983 & -0.075 & 0.167 \end{pmatrix}$	$T_{19} = \begin{pmatrix} 0.742 & -0.075 & 0.667 \\ 0.650 & -0.167 & -0.742 \\ 0.167 & 0.983 & -0.075 \end{pmatrix}$
$T_8 = \begin{pmatrix} -0.742 & -0.667 & 0.075 \\ 0.650 & -0.742 & -0.167 \\ 0.167 & -0.075 & 0.983 \end{pmatrix}$	$T_{20} = \begin{pmatrix} 0.075 & -0.742 & -0.667 \\ -0.167 & 0.650 & -0.742 \\ 0.983 & 0.167 & -0.075 \end{pmatrix}$
$T_9 = \begin{pmatrix} 0.742 & 0.075 & -0.667 \\ 0.650 & 0.167 & 0.742 \\ 0.167 & -0.983 & 0.075 \end{pmatrix}$	$T_{21} = \begin{pmatrix} -0.667 & 0.742 & 0.075 \\ 0.742 & 0.650 & 0.167 \\ 0.075 & 0.167 & -0.983 \end{pmatrix}$
$T_{10} = \begin{pmatrix} 0.075 & 0.742 & 0.667 \\ -0.167 & -0.650 & 0.742 \\ 0.983 & -0.167 & 0.075 \end{pmatrix}$	$T_{22} = \begin{pmatrix} 0.667 & 0.075 & 0.742 \\ 0.742 & -0.167 & -0.650 \\ 0.075 & 0.983 & -0.167 \end{pmatrix}$
$T_{11} = \begin{pmatrix} -0.667 & -0.742 & -0.075 \\ 0.742 & -0.650 & -0.167 \\ 0.075 & -0.167 & 0.983 \end{pmatrix}$	$T_{23} = \begin{pmatrix} -0.075 & -0.667 & -0.742 \\ -0.167 & 0.742 & -0.650 \\ 0.983 & 0.075 & -0.167 \end{pmatrix}$
$T_{12} = \begin{pmatrix} 0.667 & -0.075 & -0.742 \\ 0.742 & 0.167 & 0.650 \\ 0.075 & -0.983 & 0.167 \end{pmatrix}$	$T_{24} = \begin{pmatrix} -0.742 & 0.667 & -0.075 \\ 0.650 & 0.742 & 0.167 \\ 0.167 & 0.075 & -0.983 \end{pmatrix}$

11. táblázat: A K-S orientációs kapcsolat 24 orientációs transzformációs mátrixa

A Kurdjumov-Sachs összefüggésnek megfelelő változatok között az alábbi 10 lehetséges orientáció-eltérés létezik a: 10,53°, 14,88°, 20,61°, 21,06°, 47,11°, 49,47°, 50,51°, 51,73°, 57,21° és 60,00°. E szögek mindegyike meghaladja az 5°-ot, ami az előző alfejezet szerint a kis- és nagyszögű határok megkülönböztetésének a kritériuma. Még a legkisebb orientáció-eltérés, a 10,53° is viszonylag nagy érték, ami azt jelzi, hogy a szomszédos martenzit-változatoknak a K-S orientációs kapcsolatban nagyszögű határai vannak.

dc_331_11



81. ábra: A (001)[100] orientációjú ausztenit egykristályból a K-S orientációs kapcsolat megmaradásával kialakuló 24 martenzit variáns orientációját mutató (001) pólusábra. A számok a martenzit variánsok számát jelzik.

Változat száma	A martenzit változatok kristálytani orientációi									Orientáció-eltérés V1-hez képest, °	Orientáció-eltérés tengelye V1 és a másik változatok között			CSL*			
	(	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	)	[	<i>u</i>	<i>v</i>	<i>w</i>		]						
V1	(	-0.075	-0.167	0.983	)	[	0.742	0.650	0.167	]	-	[	-	-	-	]	-
V2	(	-0.650	0.167	0.742	)	[	0.167	0.983	-0.074	]	60.00	[	0.577	0.577	-0.577	]	Σ3
V3	(	-0.742	0.167	0.650	)	[	0.667	0.075	0.742	]	60.00	[	0.000	0.707	0.707	]	-
V4	(	0.075	-0.167	0.983	)	[	0.667	0.742	0.075	]	10.53	[	0.000	-0.707	-0.707	]	Σ1
V5	(	0.667	0.075	0.742	)	[	0.075	0.983	-0.167	]	60.00	[	0.000	-0.707	-0.707	]	-
V6	(	-0.667	0.075	0.742	)	[	0.742	0.167	0.650	]	49.47	[	0.000	0.707	0.707	]	Σ11
V7	(	0.167	-0.650	0.742	)	[	0.983	0.167	-0.075	]	49.47	[	-0.577	-0.577	0.577	]	Σ19b
V8	(	-0.167	-0.075	0.983	)	[	0.650	0.742	0.167	]	10.53	[	0.577	0.577	-0.577	]	Σ1
V9	(	0.075	-0.667	0.742	)	[	0.167	0.742	0.650	]	50.51	[	-0.615	0.186	-0.767	]	-
V10	(	0.075	-0.742	0.667	)	[	0.983	0.167	0.075	]	50.51	[	-0.739	-0.462	0.490	]	-
V11	(	-0.167	0.075	0.983	)	[	0.742	0.667	0.075	]	14.88	[	0.933	0.354	0.065	]	Σ1
V12	(	-0.742	-0.167	0.650	)	[	0.667	-0.075	0.742	]	57.21	[	-0.357	0.603	0.714	]	-
V13	(	0.167	-0.075	0.983	)	[	0.742	0.667	-0.075	]	14.88	[	0.354	-0.933	-0.065	]	Σ1
V14	(	-0.167	-0.650	0.742	)	[	0.075	0.742	0.667	]	50.51	[	-0.490	0.462	-0.739	]	-
V15	(	-0.167	-0.742	0.650	)	[	0.983	-0.075	0.167	]	57.21	[	-0.738	-0.246	0.628	]	-
V16	(	0.167	0.075	0.983	)	[	0.650	0.742	-0.167	]	20.61	[	0.659	-0.659	-0.363	]	-
V17	(	-0.075	-0.742	0.667	)	[	0.167	0.650	0.742	]	51.73	[	-0.659	0.363	-0.659	]	-
V18	(	-0.075	-0.667	0.742	)	[	0.983	0.075	0.167	]	47.11	[	-0.719	-0.302	0.626	]	-
V19	(	-0.742	-0.075	0.667	)	[	0.650	0.167	0.742	]	50.51	[	-0.186	0.767	0.615	]	-
V20	(	-0.667	-0.075	0.742	)	[	0.075	0.983	0.167	]	57.21	[	0.357	0.714	-0.603	]	-
V21	(	-0.075	0.167	0.983	)	[	0.667	0.742	-0.075	]	20.61	[	0.955	0.000	-0.296	]	-
V22	(	-0.650	-0.167	0.742	)	[	0.742	0.075	0.667	]	47.11	[	-0.302	0.626	0.719	]	-
V23	(	0.650	-0.167	0.742	)	[	0.167	0.983	0.075	]	57.21	[	-0.246	-0.628	-0.738	]	-
V24	(	0.075	0.167	0.983	)	[	0.742	0.650	-0.167	]	21.06	[	0.912	-0.410	0.000	]	-

* Egybeeső rácshelyek abban az esetben, ha teljesül a Brandon-feltétel [14]

12. táblázat: A (001)[100] orientációjú ausztenitből a K-S orientációs kapcsolat megmaradásával átalakult 24 martenzit változat kristálytani orientációja és a V1, valamint a többi változat közötti kristálytani összefüggés

A 79. ábrán ábrázolt kötegben háromféle, egymástól nagyszögű határral elkülöníthető orientációs tartomány látható. Színük alapján nevezzük őket sötétkéknek (S), világoskéknek (V) és pirosnak (P). Az egymáshoz képest orientációkülönbségük páronként azonos:

$$S - V: 60^\circ @ \langle 011 \rangle$$

$$S - P: 60^\circ @ \langle 011 \rangle$$

$$V - P: 60^\circ @ \langle 011 \rangle$$

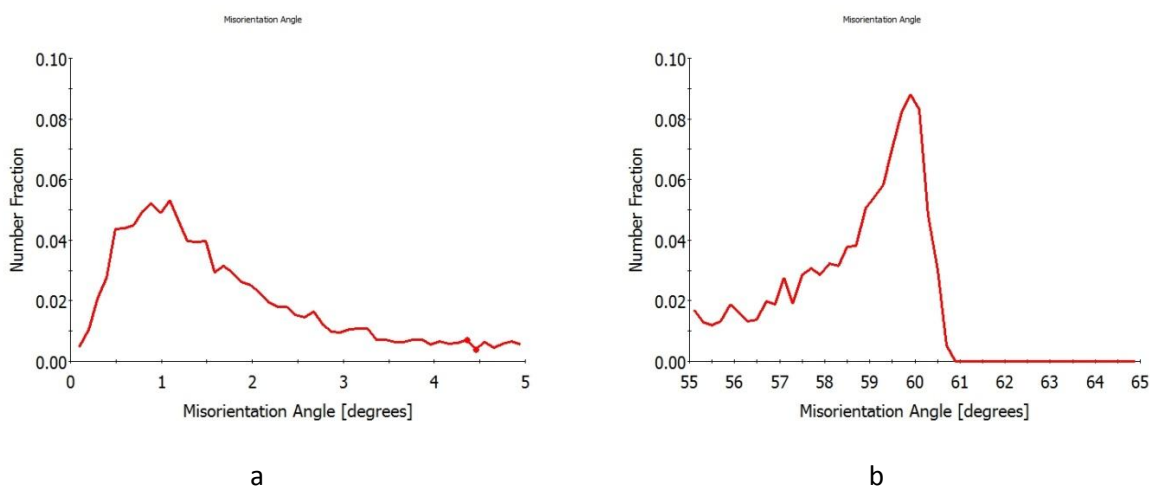
60°-os szögeltérés az egyes martenzit variánsok között a 12. táblázat szerint csak a V1 – V2, V1 – V3 és a V1 – V5 között lehet. Az orientációkülönbség tengelyét is figyelembe véve egy lehetséges megoldás az, ha a sötétkék variáns V1, a világoskék V3, a piros pedig V5 (a V3 és V5 variánsok közötti orientációkülönbséget kiszámítva az is 60°@<011>-nek adódik).

Ha az adott variánst sikerült beazonosítani, akkor abból az eredeti ausztenitszemcse orientációja meghatározható:

$$\mathbf{A} = \mathbf{T}^{-1} \cdot \mathbf{M} \quad (17)$$

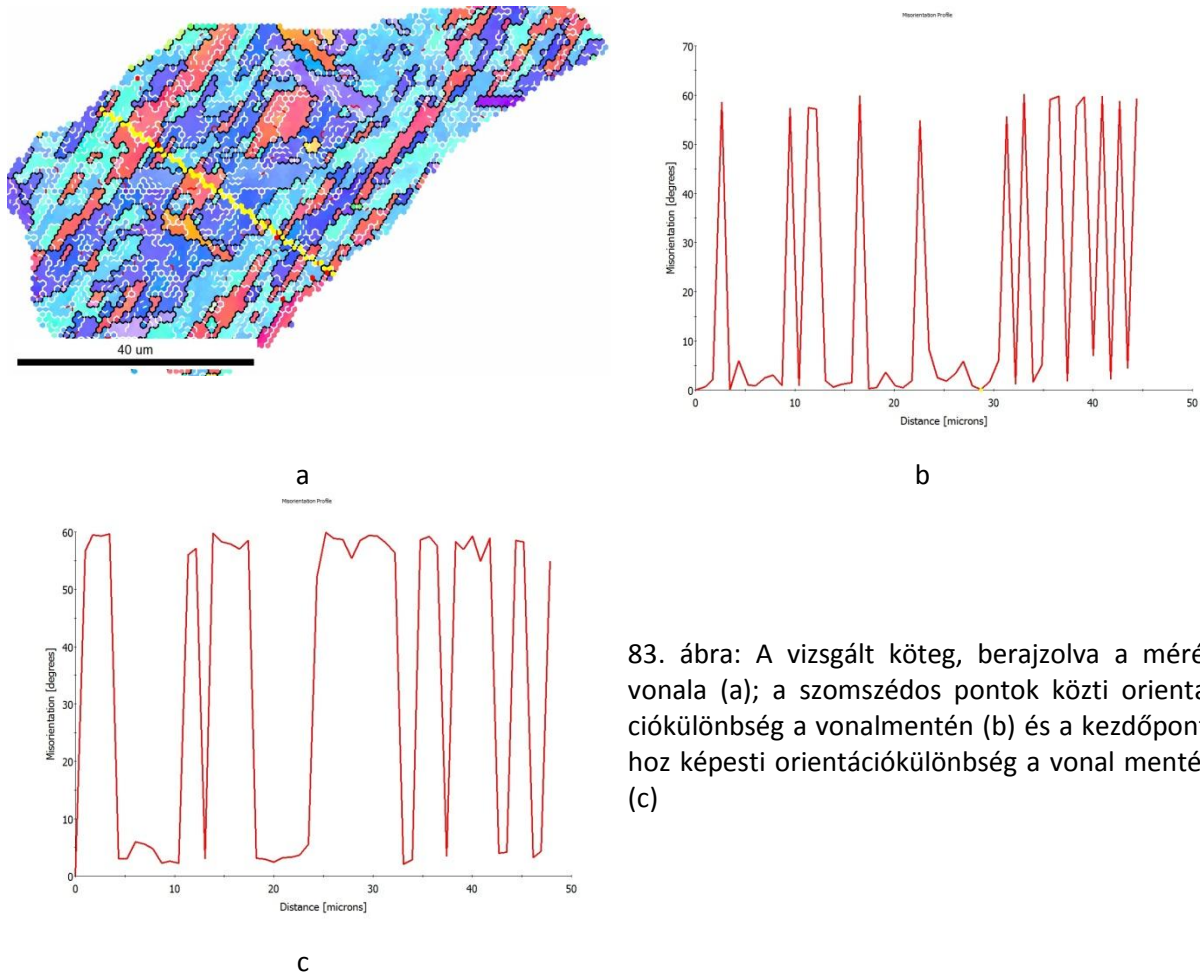
ahol $\mathbf{M}$ a martenzitvariáns mért orientációja, $\mathbf{T}$ az adott martenzitvariánshoz tartozó transzformációs mátrix ($\mathbf{T}_1$ - $\mathbf{T}_{24}$), és $\mathbf{A}$ az eredeti ausztenitszemcse orientációs mátrixa.

A 82. ábrán a kötegen belüli szemcsehatár-orientációkülönbségeket ábrázoltam két részben. A 82. a. ábrán a 0-5°-os tartomány, a 82. b. ábrán az 55-65°-os tartomány látszik (a két tartomány között elhanyagolható mennyiségű szemcsehatár található). Jól megfigyelhető, hogy a kisszögű határok között zömében 1°-os orientációkülönbségűek, a nagyszögűek között pedig döntően 60°-os orientációkülönbségűek találhatók.



82. ábra: A kisszögű (a) és a nagyszögű (b) határok orientációkülönbség szerinti eloszlása

A kötegen belüli szemcsehatárok orientációkülönbségeinek egy másik szemléletes ábrázolása látható a 83. ábrán. Az ábra (a) része az előzőleg ismertetett köteget mutatja, berajzolva rajta egy vonal sárgával, ami több szemcsehatáron is átmegy. Az ábra (b) grafikonja az e vonal mentén mérhető orientációkülönbségeket ábrázolja úgy, hogy az orientációkülönbség szögét az előző pixel orientációjához képest adja meg. Az ábra (c) grafikonja ugyanezen vonal mentén adja meg az orientációkülönbség szögét, de úgy, hogy az aktuális mérési pont orientációkülönbségét a vonal legelső pontjához képest adja meg. Egyértelműen látszik, hogy a köteg egyes blokkjai közti nagyszögű határ orientációkülönbsége mindenütt 60°.

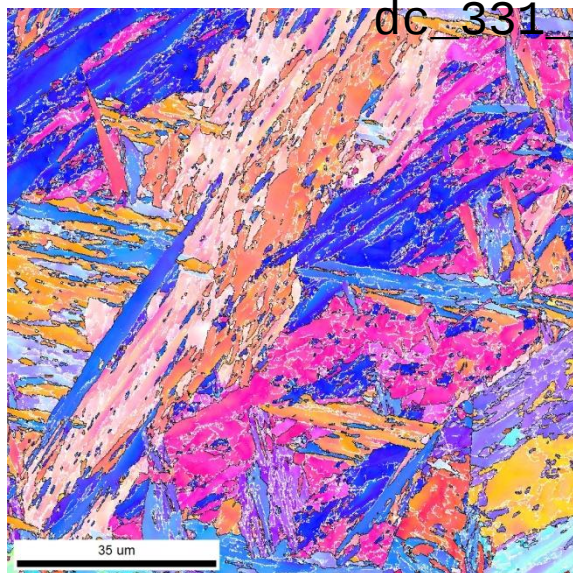


83. ábra: A vizsgált köteg, berajzolva a mérés vonala (a); a szomszédos pontok közti orientációkülönbség a vonalmentén (b) és a kezdőpont-hoz képesti orientációkülönbség a vonal mentén (c)

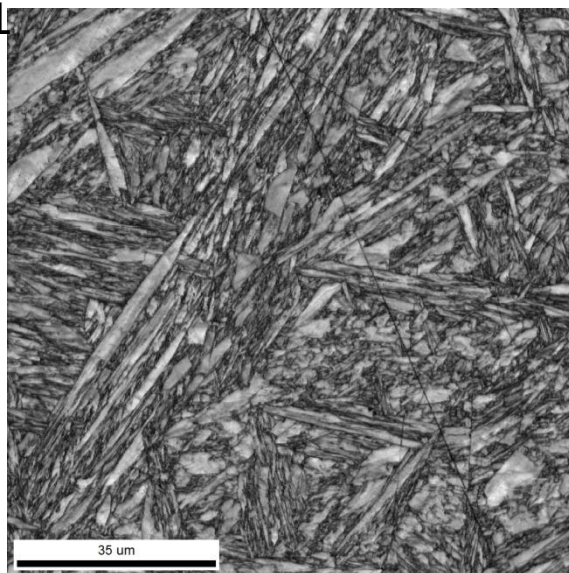
A léces martenzit alakítása és hőkezelése

A továbbiak során a legnagyobb karbontartalommal rendelkező edzett acéllemez, (amely már léces martenzites állapotban volt), 50%-os mértékben hidegen hengereltük, majd 550°C-on egy órát lágyítottuk.

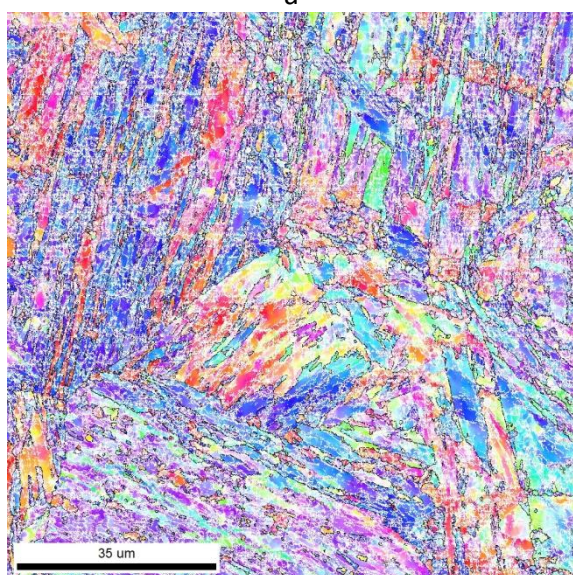
A hidegen hengerelt minta olyan erősen deformálódott, hogy az eddig használt termoemissziós wolfram-katódos pásztázó elektronmikroszkóp felbontása nem bizonyult elegendőnek, ezért a következő méréseket az ELTE Anyag- és Élettudományi Szerkezetkutató Centrumának FEI Quanta 3D pásztázó elektronmikroszkópjával végeztük, amely téremissziós katóddal van felszerelve, és így az ezen használt EBSD felbontóképessége kb. 10 nm. Azért, hogy az eredmények összehasonlíthatóak legyenek, az előző szakaszban ismertetett edzett mintát is megmértem ezzel a készülékkel. Az edzett, a hengerelt és a hőkezelt mintákról készült inverz pólusábra térképeket és képminőség térképeket a 84. ábrán láthatjuk.



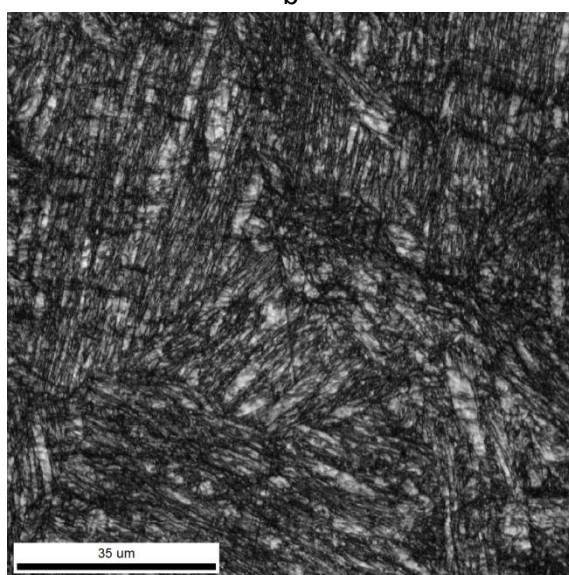
a



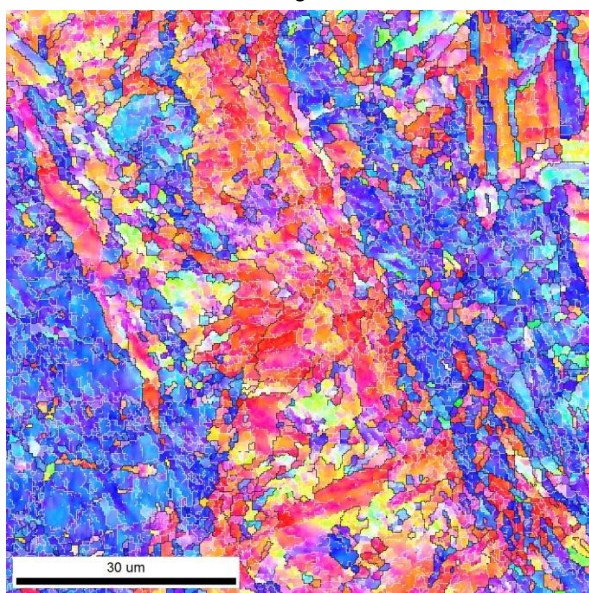
b



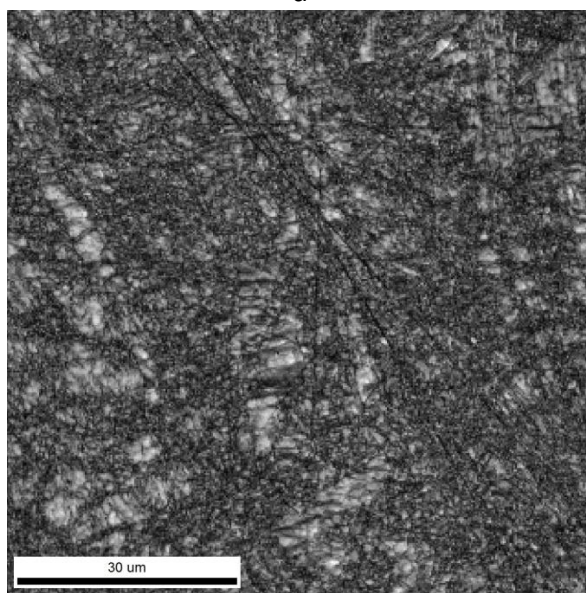
c



d



e

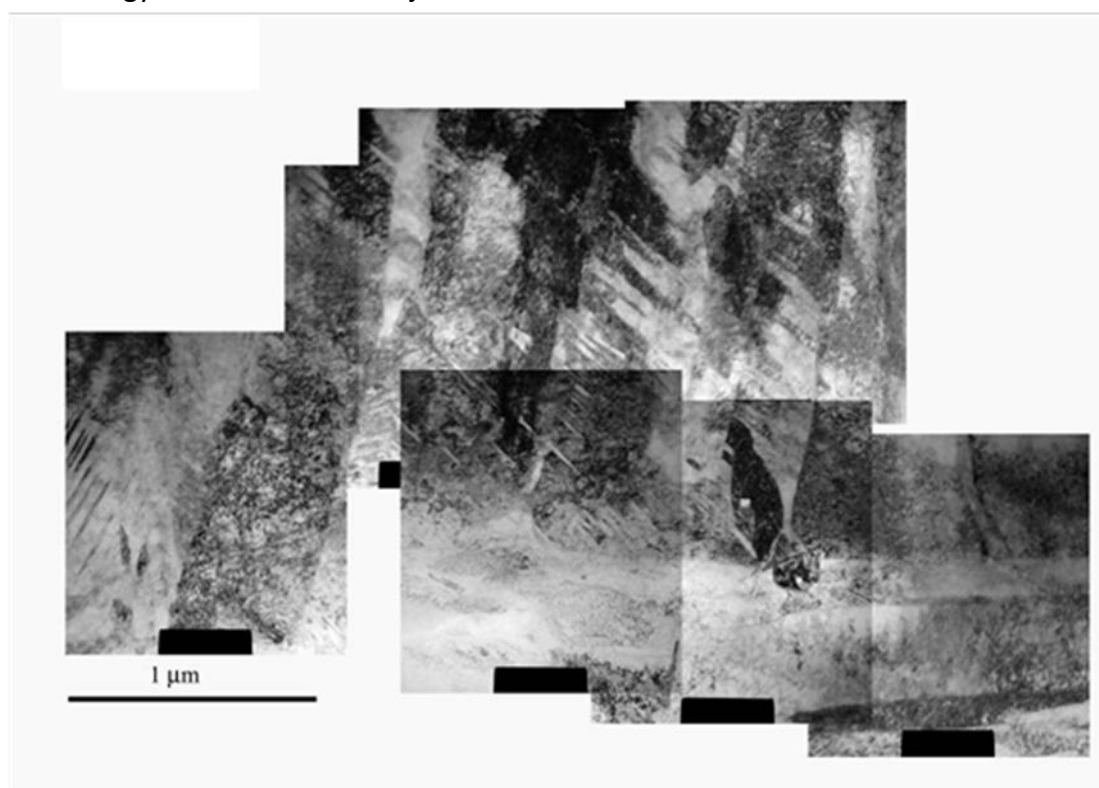


f

84. ábra: Inverz pólusábra térképek (a, c, e) és képminőség térképek (b, d, e) az edzett (a,b), a hengerelt (c,d) és a lágyított (e,f) mintákról

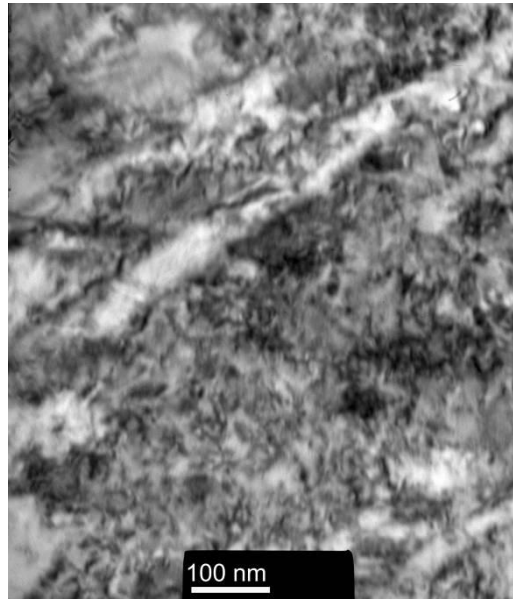
A 84. ábra inverz pólusábra térképeibe fehér vonallal berajzoltam a kisszögű határokat is. Megfigyelhető, hogy az edzés utáni állapothoz képest a hengerlés után lényegesen nagyobb mennyiségű kisszögű határ található az anyagban, és ez a mennyiség a hőkezelés hatására lecsökken. A képminőség térképeken is jól látszik, hogy a mikroszerkezet a hengerlés után roncsolódott a legnagyobb mértékben. A hengerlés hatására a nagyszögű szemcsék mérete $0,9 - 1 \mu\text{m}$ -re csökkent, majd a lágyítás után kb. $1,5 \mu\text{m}$ -re nőtt. A kisszögű határolt tartományok átlagos mérete $0,4 \mu\text{m}$ lett a hengerlés után, ami $0,7 \mu\text{m}$ -re nőtt a hőkezelés hatására. Fontos megemlíteni, hogy ezek az értékek *átlagértékek*, hiszen például a hengerlés utáni szövetszerkezetben a szemcseméret-értékek jelentős mértékben szórnak. E jelenségre az eredmények értékelésénél visszatérek.

Az edzés utáni állapot transzmissziós elektronmikroszkópos vizsgálatának eredménye látható a 85. ábrán egy montázsfotó formájában.



85. ábra: Az edzett mintáról készült TEM fotómontázs

A képen jól látható, a mintában tipikusak a hosszú lemezek, amelyekben „keresztben” még vékonyabb, tűszerű metszetet mutató lemezek vannak. A lemezek diszlokációsűrűsége nagy, ez látható a nagyobb nagyítású 86. ábrán.



86. ábra: Az edzett minta martenzites szerkezetében látható diszlokációk

Az edzett majd szobahőmérsékleten hengerelt mintáról készült az 87. ábra TEM-képe, valamint az elektrondiffrakciós kép is. A hosszan elnyújtott szemcsék akár több mikrométeresek is lehetnek, szélességük általában 0,1-0,5 μm között van. Nagy mennyiségű diszlokációt tartalmaznak. Az elektrondiffrakciós képen jól látható, hogy a legbelső $\{110\}$ gyűrű hatos szimmetriájú elemei körivékké szélesednek ki, ami nagy mennyiségű kisszögű határ jelenlétére utal. Ez összhangban van az EBSD-s eredményekkel.



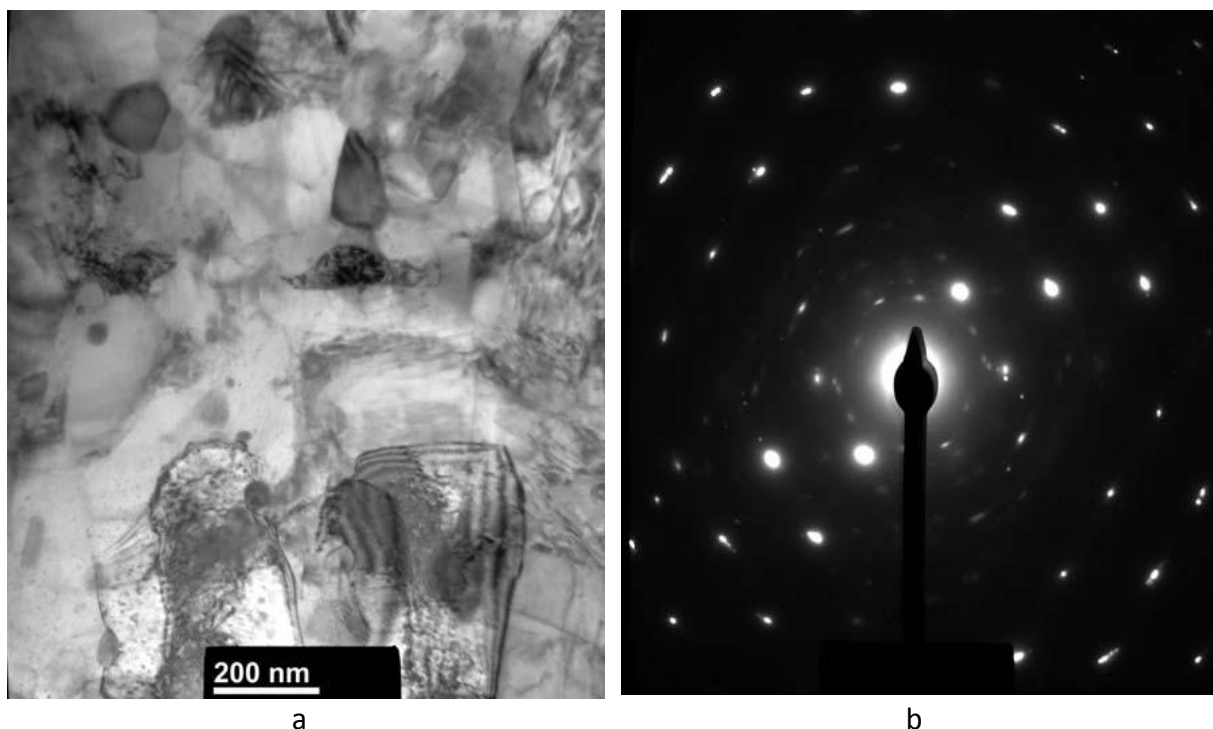
a



b

87. ábra: Az edzett majd szobahőmérsékleten hengerelt minta TEM-képe (a) és elektrondiffrakciós képe (b)

Ez az összhang megmarad az edzett-hengerelt-lágyított minta esetében is (88. ábra). A mikroszerkezet jelentősen különbözik az edzés és hengerlés utánitól. A szerkezet globuláris, a szemcsehatárok tiszták, a diszlokációk száma jelentősen lecsökkent. Jellegét tekintve egy újrakristályosodott, vagy legalábbis megeresztett szerkezet. A diffrakciós képen diszkrét pontok láthatók, ami a szemcséken belüli orientációkülönbség csökkenésére utal, azaz nincsenek kisszögű határok.



88. ábra: Az edzett-hengerelt-lágyított minta TEM-képe (a) és elektrondiffrakciós képe (b)

Ezután röntgen vonalprofil-analízist végeztünk a mintákon, ami meglepő eredményre vezetett. Ezeket az eredményeket a 8. táblázathoz hasonló formában mutatja a 13. táblázat.

	$\rho_D, 10^{15} \text{ 1/m}^2$	$\langle x \rangle, \text{ nm}$	q
edzett	4,75	72	1,65
hengerelt	2,2	22	2,2
lágyított	0,16	52	1,6

13. táblázat: A röntgen vonalprofil analízisből számított ρ_D diszlokációsűrűség, $\langle x \rangle$ koherensen szóró méret, q diszlokáció jellegére utaló paraméter

Kissé meglepő módon a diszlokációsűrűség a felére esett vissza a hengerlés után (a lágyítás után természetesen jelentős mértékben lecsökkent). A koherensen szóró tartomány mérete a hengerlés után a negyedére csökkent, majd növekedett a lágyítás hatására. Az edzett állapotban inkább él jellegű diszlokációs szerkezetet a hengerlés után egy zömében csavardiszlokációkat tartalmazó szerkezet váltotta fel, a lágyítás után inkább az él komponensek domináltak.

A mintákon végeztünk szakítóvizsgálatot és keménységmérést, ezek eredményeit a 14. táblázat tartalmazza.

	R _p , MPa	R _m , MPa	HV10	A ₅ , %
edzett	980	1289	449	11
hengerelt	1435	1574	470	2
lágýtott	599	710	267	18,9

14. táblázat: A szakítóvizsgálat és a keménységmérés eredményei

4.3.4. Következtetések

Kis karbontartalmú acélok edzésekor léces martenzites struktúra alakul ki, amennyiben az edzés 1100 °C-ról történik, vízhűtéssel. A vizsgált acélfajták alacsonyabb hőmérsékletre leedzve nem mutattak martenzites struktúrát. Ugyancsak nem, vagy csak részlegesen jött létre martenzit akkor, ha a karbontartalom egy kritikus érték alatt maradt. A karbontartalom ugyanis rácsdeformációt okoz, aminek rugalmas energiája elősegíti az átalakulási folyamatot. Másrészt a karbontartalom növelésével csökken az M_s és M_f hőmérséklet. Viszonylag kis (0,1% körüli) karbontartalom esetén a kialakuló martenzit léces jellegű lesz.

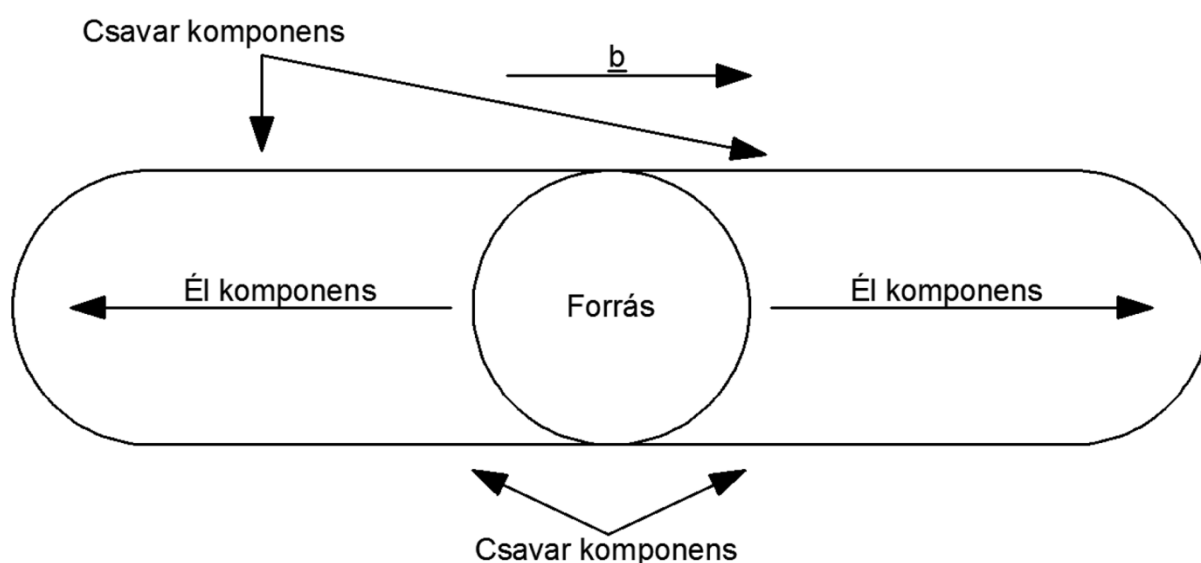
A martenzites átalakulás során a felületen középpontos köbös rács átalakul térben középpontos tetragonálissá. Ez az átalakulás kristálytanilag két részből áll: egy invariáns nyírási alakváltozásból és egy tágulásból. Ez utóbbi akkor nagyobb mértékű, ha nagyobb mértékű a rácsparaméter-változás. A 76. ábra szerint a rácsparaméter-különbség növekszik a karbontartalom növelésével. Ezt a rácsparaméter-különbséget a rács geometriailag szükséges éldiszlokációkkal tudja csökkenteni, így a keletkezett martenzitnek nagy a diszlokációsűrűsége. Emellett az ausztenitben fejlődő martenzit a térfogatnövekedése miatt magában az ausztenitben is deformációt okoz, azaz az átalakuló ausztenit diszlokációsűrűsége is megnő. A diszlokációk az átalakulás során öröklődnek, ami tovább növeli a kialakult martenzit diszlokációsűrűségét.

Az edzés során keletkezett szerkezet kötegekre, blokkokra és a blokkokon belüli szub-blokkokra tagozódik. Egy köteg egy ausztenitszemcse átalakulása révén jött létre. A martenzitlécek és az eredeti ausztenit között a Kurdjumov-Sachs féle orientációs összefüggés érvényes. Egy ausztenitszemcsében egy adott {111} sík mentén tud létrejönni a martenzites átalakulás, így egy kötegben maximum 6-féle martenzitvariáns létezik. A martenzitvariánsok egymáshoz képesti orientációkülönbségei meghatározhatók, így maguk a variánsok beazonosíthatók. Ez alapján az eredeti ausztenitszemcse orientációja visszafejthető. Az általam vizsgált anyagban a martenzitblokkok átlagos mérete 4 µm volt, a szub-blokkoké 2 µm. A blokkok között leggyakoribb a 60°@<111> orientációkülönbség.

Hidegalakítás után a diszlokációsűrűség a felére csökken, és a diszlokációk inkább csavar jellegűek lesznek. Ennek az a magyarázata, hogy a térben középpontos szerkezetű martenzitben a csavardiszlokációk mozgása nagymértékben akadályozva van. A diszlokációk

ugyanis könnyen parciális diszlokációkra bomlanak, és mivel az éldiszlokációk parciálisai azonos csúszósíkokban helyezkednek el, mozgásképesek maradnak. A csavardiszlokációk azonban keresztcsúszással olyan parciálisokat hoznak létre, amelyek nem azonos síkban vannak. Az ún. *pencil-glide* modell szerint [108, 109] az $\langle 111 \rangle$ Burgers-vektorú csavardiszlokációk három, egymást metsző $\{112\}$ síkra disszociálnak, és ezt követően elmozdításukhoz túlságosan nagy erő lenne szükséges, amekkora a deformáció során nem áll rendelkezésre.

Ha feltételezzük, hogy a kristályban Frank-Read források működnek, akkor ezeknek a hurkoknak a csavarkomponensei nem tudnak mozdulni, az él komponensek viszont megindulnak, és csúsznak addig, amíg bele nem ütköznek pl. egy kisszögű vagy nagyszögű szemcsehatárba. Ennek a vázlatát mutatja a 89. ábra. A folyamat eredményeként az csavardiszlokációk aránya megnövekszik.



89. ábra: Az élkomponensek mozgása következtében megnő a csavardiszlokációk relatív mennyisége

Bizonyított tény, hogy egyes folyamatok esetén (ilyen például az intenzív képlékeny alakítás, vagy az elektrolitikus leválasztás, a fémekben létrejövő diszlokációsűrűség meghaladhatja a telítési vagy egyensúlyi értéket [110, 111]. Ilyenkor újabb energiabevitel hatására a többletdiszlokációk annihilálódnak, és beáll az egyensúlyi állapot. Ezt mechanikailag alakítási lágyulásnak (work softening) érzékeljük [112].

Ezzel magyarázható a diszlokációsűrűség csökkenése a hidegalakítás után. Az edzés során keletkezett nagy mennyiségű éldiszlokáció egy része annihilálódott, hozzájárulva ezzel is a csavardiszlokációk relatív mennyiségének növekedéséhez.

A hőkezelés során további diszlokáció-mozgások történtek, melyek következtében a kisszögű határok egy része feloldódott, és így nagyobb méretű, de nagyszögű határokkal határolt térfogatrészek jöttek létre, amelyek belseje viszonylag kevesebb hibát tartalmaz. A 78e. ábra inverz pólusábra térképét tanulmányozva megfigyelhetők rajta az előbb említett ultrafinomszemcsés tartományok, ugyanakkor a szemcseszerkezet bimodális, mert vannak

nagyobb szemcsék, amelyek belsejében még elég sok kisszögű határ található. Ennek a szerkezetnek köszönhetően az anyag nagy szilárdságú lesz (a kisszögű határokat tartalmazó szemcsék miatt), ezzel egyidejűleg jól alakítható is (köszönhetően az ultrafinomszemcsés tartományoknak). E kiváló mechanikai tulajdonságokat a 14. táblázatban tüntettem fel.

4.3.5. Összefoglalás

1. Kis karbontartalmú, alacsonyán ötvözött acélok edzése során egy kritikus edzési hőmérséklet fölött (a vizsgált esetben ez 1100 °C volt) és egy bizonyos koncentrációt elérő karbontartalom esetén (a vizsgált esetben ez 0,16% volt) léces martenzites szerkezet jön létre a minta szinte teljes térfogatában. A martenzites szerkezet kötegekre, blokkokra és szub-blokkokra oszlik. Egy köteg egy adott eredeti ausztenitzemcséből alakult át. A blokkok az eredeti ausztenitzemcsével a Kurdjumov-Sach féle orientációs kapcsolatban vannak. A blokkok egymáshoz képesti orientációkülönbsége az esetek többségében $60^\circ @ \langle 111 \rangle$ típusú. Egy kötegben maximum 6 különböző orientációjú blokk lehet. Ezek egymáshoz képesti orientációkülönbségének meghatározása és a martenzitvariáns beazonosítása után az

$$\mathbf{A} = \mathbf{T}^{-1} \cdot \mathbf{M}$$

egyenlet (ahol $\mathbf{M}$ a martenzitvariáns mért orientációja, $\mathbf{T}$ az adott martenzitvariánshoz tartozó transzformációs mátrix, és $\mathbf{A}$ az eredeti ausztenitzemcse orientációs mátrixa) az eredeti ausztenitzemcse orientációját adja meg.

2. A 0,16 tömeg% karbont tartalmazó, alacsonyán ötvözött acél edzése során az ausztenit és a martenzitfázis rácsparaméterei közötti különbség miatt (amely a karbontartalommal növekszik) nagy mennyiségű misfit diszlokáció, zömében éldiszlokáció ($q=1,65$) keletkezik. A martenzitzemcsék által az átalakulás alatt az ausztenitben létrejövő deformáció ugyancsak a diszlokációsűrűség növekedéséhez vezet. Emiatt az edzés végén az egyensúlyinál nagyobb diszlokációsűrűség jön létre az anyagban ($4,75 \cdot 10^{15} \text{ 1/m}^2$), ami jó alapot nyújt az ultrafinomszemcsés anyagok előállításához.
3. Az edzett acél 50 %-os hideghengerlése során (amit az tett lehetővé, hogy a keletkezett léces martenzit alakítható) az egyensúlyi mennyiség fölötti éldiszlokációk a bevitt energia következtében annihilálódnak, így a diszlokációsűrűség az edzett állapothoz képest csökken ($2,2 \cdot 10^{15} \text{ 1/m}^2$). Az alakítás során a csavardiszlokációk mozgása erősen gátolt. Az él komponensek kifutnak a szemcse- vagy szubszemcsehatárookra, a csavarkomponensek eközben megnyúlnak. Így az alakítás végén a diszlokáció populáció csavar jellegű mutat ($q=2,2$).

4. Az edzés+hideghengerlés utáni hőkezelés során további diszlokáció-mozgások történnek, amelyek következtében a kisszögű határok egy része feloldódik, és így kisméretű, de nagyszögű határokkal határolt térfogatrészek jönnek létre, amelyek belseje a hőkezelés előtti állapotnál kevesebb hibát tartalmaz. A keletkezett szemcseszerkezet bimodális, mert az ultrafinom szemcsék mellett vannak nagyobb szemcsék, amelyek belsejében még elég sok kisszögű határ található. Ennek a szerkezetnek köszönhetően az anyag nagy szilárdságú lesz (a kisszögű határokat tartalmazó szemcsék miatt), ezzel egyidejűleg jól alakítható is (köszönhetően az ultrafinom szemcsés tartományoknak).

5. TÉZISEK

A ciklikus termomechanikus kezeléssel, többtengelyű kovácsolással, valamint edzéssel, hideghengerléssel és lágyítással létrehozott ultrafinomszemcsés anyagok előállításának és tulajdonságainak vizsgálata során új tudományos eredményekre jutottam. Ezeket az eredményeket a visszaszórtelektron-diffrakciós technika tette elérhetővé, amely az ultrafinomszemcsés anyagok hatékony vizsgálati módszere. Segítségével *statisztikus mennyiségű* mérési adat állt rendelkezésre, amelyek feldolgozása alapján születtek az alábbi tézisek.

1. Az AISI 304 típusú, lágyított állapotú, 100 μm szemcsenagyságú ausztenites acél szobahőmérsékleten történő négy szűrásos kaliberhengerléssel (duo hengerállványon, 200 mm átmérőjű hengerekkel, ... kerületi sebességgel, az egyes szűrások után 0,15, 0,17, 0,45, 0,53 ekvivalens alakváltozással) és az egyes szűrásokat követő hőkezeléssel (1050 °C, 10 perc, vízhűtés) ultrafinomszemcsés szövet jön létre. A kialakult szövet (melynek jellemző átlagos szemcsemérete 2,5 μm) nagy mennyiségű (az összes nagyszögű határ 47 %-a) speciális szemcsehatárt tartalmaz, ami egy kétdimenziós perkolációs modell eredményei alapján elegendő a véletlenszerű határok hálózatának megszaggatásához. [S4], [S5], [S6], [S7], [S8]
2. Az első tézisben definiált négy ciklusból álló termomechanikus kezelés első két ciklusa után a koherensen szóró tartományok mérete 89 ill. 109 nm, a diszlokációsűrűség nagy ($2,9 \cdot 10^{14}$ ill. $5,2 \cdot 10^{14} \text{ 1/m}^2$), a kisszögű határok aránya a kis- és nagyszögű határok összes hosszához viszonyítva nagy (49,2% ill. 49,7%), ennek megfelelően a diszlokációk feszültségteréből származó átlagos szemcsén belüli orientáció-különbség is nagy (2,3° ill. 2,2°). Ez a rövid (10 perces) hőkezelési idő miatt csak részlegesen végbemenő újrakristályosodás következménye. Az újrakristályosodás mértékét az 1°-nál kisebb átlagos szemcsén belüli orientáció-különbségű szemcsék aránya adja meg (az első két ciklus után 4,4% ill. 7,3%). A harmadik és negyedik termomechanikus ciklus után a koherensen szóró tartományok mérete 137 ill. 203 nm-re növekedik, a diszlokációsűrűség két nagyságrendet csökken, a kisszögű határok aránya a kis- és nagyszögű határok összes hosszához viszonyítva jelentős mértékben lecsökken (10,4% ill. 4,3%), és a szemcsén belüli orientáció-különbség is kisebb lesz (0,5° ill. 0,4°). Mivel a hőkezelés okozta termikus aktiváció mind a négy termomechanikai ciklusnál azonos, a harmadik és negyedik ciklus során a tapasztalt intenzív szemcsehatár mozgás az első két ciklus során eltárolt rugalmas energia hatására játszódik le. E szemcsehatár mozgások következtében a szomszédos szubszemcsék egymásba olvadnak, aminek következtében méretük megnövekszik, és a köztük lévő határ nagyszögűvé válik. Ennek eredményeként alakul ki a 2,5 μm méretű, és nagyszögű határokkal elválasztott szemcseszerkezet. [S4], [S5], [S6], [S7], [S8]

3. A négy ciklusból álló termomechanikus kezelés eredményeként létrejött ultrafinomszemcsés AISI 304-es ausztenites acél jelentős mennyiségű $\Sigma 3$ -as és $\Sigma 9$ -es típusú szemcsehatárt tartalmaz (az összes nagyszögű határ 39 ill. 5,3%-a). A $\Sigma 9$ -es típusú határok megjelenésének az az oka, hogy amikor két inkohereus $\Sigma 3$ -as határ mozgása során találkozik ugyanazzal a véletlenszerű szemcsehatár-szakasszal, akkor azzal reakcióba lépve egy $\Sigma 9$ -es határszakaszt hoznak létre, így a véletlenszerű határ folytonossága megszakad. A második termomechanikus ciklus után a szemcsékben tárolt rugalmas energia a harmadik és a negyedik termomechanikus ciklus során elősegíti az inkohereus $\Sigma 3$ -as határok mozgását, aminek következtében $\Sigma 9$ -es határszakaszok jönnek létre a véletlenszerű határokon, így a véletlenszerű határok folytonossága felszakadozik. Mindezt a mérések során tapasztalt, a nem termomechanikusan kezelt mintákhoz képest nagy mennyiségű (az összes nagyszögű határ 5%-a) $\Sigma 9$ -es határ jelenléte bizonyítja. [S4], [S5], [S6], [S7], [S8]

4. A nagy hőmérsékletéről (880 °C) nagy sebességgel (50 °C/s) hűtött C-Mn acél minta öt lépésben történő többtengelyű kovácsolása eredményeként ultrafinomszemcsés anyag jött létre kb. 1 μm -es átlagos szemcsemérettel. Az egyenértékű alakváltozás alakításonként 0,5, az alakítási sebesség 10 1/s volt. Az első két alakítás ausztenites állapotban, a harmadik alakítás az ausztenit-ferrit átalakulás kezdeti hőmérsékletén történt. A negyedik alakítás a heterogén ausztenit-ferrit mezőben valósult meg, az utolsó alakítás pedig teljesen ferrites állapotban történt. A kialakult szerkezet diszlokációsűrűsége $4,7 \cdot 10^{14} \text{ 1/m}^2$, a diszlokációk inkább csavar-karaktert mutatnak ($q=2,44$). Az ausztenithez hasonló kristályszerkezetű és rétegződési hibaenergiájú OFHC réz minta szobahőmérsékletű többtengelyű kovácsolása során elhanyagolható mértékű makroszkópikus alakváltozás mellett jelentős mértékű felhalmozott rugalmas energia keletkezik, ugyanis a keménység az első alakítás után telítésbe megy, és nagy mennyiségű kisszögű szemcsehatár (69,4%) keletkezik.

Figyelembe véve az ausztenites állapotban végzett alakítás körülményeit, az OFHC rézen végzett modellkísérletek eredményei alapján várható, hogy az ausztenit diszlokációsűrűsége telítésbe megy. Az ausztenitben tárolt rugalmas energia hatására az allotróp átalakulás kezdőhőmérséklete megnőtt, így a túlhűtés mértéke is nagyobb lett. Emiatt kisebb ferritcsírák keletkeztek, ami ultrafinom szemcseméretet eredményezett. [S2], [S6]

5. A nagy hőmérsékletéről (880 °C) nagy sebességgel (50 °C/s) hűtött C-Mn acél minta öt lépésben történő többtengelyű kovácsolása eredményeként létrejött ultrafinomszemcsés anyag EBSD által meghatározott szemcsenagysága a szemcsék közötti orientáció-különbség 5°-os értékéig meredeken nő, ezután viszont telítésbe megy. Ez azt jelenti, hogy a nagyszögű határok kritikus orientáció-különbségét célszerű 5°-nak választani. [S2], [S6]

6. A nagy hőmérsékletről (880 °C) nagy sebességgel (50 °C/s) hűtött C-Mn acél minta öt lépésben történő többtengelyű kovácsolása eredményeként létrejövő szövet az orientációeloszlás-függvények elemzése alapján döntően (1 1 1)[1 1 -2] textúrát mutat, ami a térben középpontos köbös fémek tipikus hengerlési textúrája. A keletkezett textúrában az α -szál jelenléte kevésbé mutatható ki, a TKK anyagok hengerlésénél tipikus γ -szálnak viszont több komponense is kimutatható (az ún. F1 és F2 komponensek, amik az (1 1 1)[1 1 -2] textúrának felelnek meg, illetve a C-vel jelölt kockatextúra-komponens, a (0 0 1)[0 1 0]). [S2], [S6]
7. Kis karbontartalmú, alacsonyán ötvözött acélok edzése során egy kritikus edzési hőmérséklet fölött (a vizsgált esetben ez 1100 °C volt) és egy bizonyos koncentrációt elérő karbontartalom esetén (a vizsgált esetben ez 0,16% volt) léces martenzites szerkezet jön létre a minta szinte teljes térfogatában. A martenzites szerkezet kötegekre, blokkokra és szub-blokkokra oszlik. Egy köteg egy adott eredeti ausztenitszemcséből alakult át. A blokkok az eredeti ausztenitszemcsével a Kurdjumov-Sach féle orientációs kapcsolatban vannak. A blokkok egymáshoz képesti orientációkülönbsége az esetek többségében $60^\circ @ \langle 111 \rangle$ típusú. Egy kötegben maximum 6 különböző orientációjú blokk lehet. Ezek egymáshoz képesti orientációkülönbségének meghatározása és a martenzitvariáns beazonosítása után az

$$\mathbf{A} = \mathbf{T}^{-1} \cdot \mathbf{M}$$

egyenlet (ahol $\mathbf{M}$ a martenzitvariáns mért orientációja, $\mathbf{T}$ az adott martenzitvariánshoz tartozó transzformációs mátrix, és $\mathbf{A}$ az eredeti ausztenitszemcse orientációs mátrixa) az eredeti ausztenitszemcse orientációját adja meg. [S1], [S3]

8. A 0,16 tömeg% karbont tartalmazó, alacsonyán ötvözött acél edzése során az ausztenit és a martenzitfázis rácsparaméterei közötti különbség miatt (amely a karbontartalommal növekszik) nagy mennyiségű misfit diszlokáció, zömében éldiszlokáció ($q=1,65$) keletkezik. A martenzitszemcsék által az átalakulás alatt az ausztenitben létrejövő deformáció ugyancsak a diszlokációsűrűség növekedéséhez vezet. Emiatt az edzés végén az egyensúlyinál nagyobb diszlokációsűrűség jön létre az anyagban ($4,75 \cdot 10^{15} \text{ 1/m}^2$), ami jó alapot nyújt az ultrafinomszemcsés anyagok előállításához. [S1], [S3]
9. Az edzett acél 50 %-os hideghengerlése során (amit az tett lehetővé, hogy a keletkezett léces martenzit alakítható) az egyensúlyi mennyiség fölötti éldiszlokációk a bevitt energia következtében annihilálódnak, így a diszlokációsűrűség az edzett állapothoz képest csökken ($2,2 \cdot 10^{15} \text{ 1/m}^2$). Az alakítás során a csavardiszlokációk mozgása erősen gátolt. Az él komponensek kifutnak a szemcse- vagy szubszemcsehatárokra, a csavarkomponensek eközben megnyúlnak. Így az alakítás végén a diszlokáció populáció csavar jelleget mutat ($q=2,2$). [S1], [S3]

10. Az edzés+hideghengerlés utáni hőkezelés során további diszlokáció-mozgások történnek, amelyek következtében a kisszögű határok egy része feloldódik, és így kisméretű, de nagyszögű határokkal határolt térfogatrészek jönnek létre, amelyek belseje a hőkezelés előtti állapotnál kevesebb hibát tartalmaz. A keletkezett szemcseszerkezet bimodális, mert az ultrafinom szemcsék mellett vannak nagyobb szemcsék, amelyek belsejében még elég sok kisszögű határ található. Ennek a szerkezetnek köszönhetően az anyag nagy szilárdságú lesz (a kisszögű határokat tartalmazó szemcsék miatt), ezzel egyidejűleg jól alakítható is lesz (köszönhetően az ultrafinomszemcsés tartományoknak). [S1], [S3].

6. KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS

A dolgozatomban vázolt kutatómunka, valamint korábbi szakmai tevékenységem során számtalan kollégámnak, tanáromnak, mentoromnak tartozom köszönettel.

Megkülönböztetett tisztelettel köszönöm Verő Balázs támogatását, aki a disszertáció elkészítésében a legtöbb segítséget nyújtotta, és akinek szakmai elhivatottsága nélkül a dolgozatban is ismertetett kutatási témák hazai művelése lehetetlen lenne.

Köszönöm az Anyagtudomány és Technológia Tanszék korábbi és jelenlegi vezetőjének, Ginsztler Jánosnak és Dévényi Lászlónak nemcsak értékes szakmai tanácsait, hanem támogatásukat, és azt a biztatást, amit tőlük a Tanszékre kerülésem óta kaptam és azóta is folyamatosan kapok.

Hálával tartozom Ph. D. témavezetőmnek, Ungár Tamásnak a rengeteg szakmai segítségért és folyamatos konzultációért.

Köszönöm tanszéki kollégáimnak a dolgozat megírásával kapcsolatos gyakorlati segítséget, szakmai konzultációt, ábrarajzolást. Köszönet ezért Orbulov Imrének, Májlinger Kornélnak, Dobránszky Jánosnak, a tanszék egész kollektívájának. Köszönöm Hrotkó Valéria és Portkó Mihály segítségét a metallográfiai vizsgálatokban.

Köszönet illeti a metallográfiai vizsgálatokban, a többtengelyű kovácsolásos kísérletekben, a transzmissziós elektronmikroszkópos vizsgálatokban, a röntgenvonalprofil-analízisben, a nagyfelbontású EBSD-vizsgálatokban és a kaliberhengerléses kísérletekben való hathatós segítségéért Kardos Ibolyát, Keve Zitát, Magyar Zsuzsannát, Bereczki Pétert, Radnóczy Györgyöt, Csiszár Gábort, Jóni Bertalant és Luketics Milánt.

Mindent köszönök Borkának, Pannának és Daninak, valamint szüleimnek. Nélkük nem sikerült volna.

dc_331_11

7. A KUTATÁSHOZ KAPCSOLÓDÓ SAJÁT PUBLIKÁCIÓK

- [S1] Szabó Péter János, Verő Balázs, Gonda Viktor, Bodnár Viktória, Ungár Tamás, Csiszár Gábor: A léces martenzites szövetszerkezet, mint a telítési állapot egyik lehetséges változata
Proc. XIV. Képlékenyalakító Konferencia, Miskolc, 2012. 02. 15-17.,
<http://www.matsci.uni-miskolc.hu/keplekeny/>

- [S2] P. J. Szabó, P. Bereczki, B. Verő: Production of Ultra Fine Grained Steel by Multiaxial Forging
Proc. Int. Conf. of Mechanical Engineering 2012., <http://www.gepeszet.bme.hu/>

- [S3] Szabó Péter János, Verő Balázs: A léces martenzit orientációs viszonyainak meghatározása visszaszórt elektrondiffrakcióval
BÁNYÁSZATI KOHÁSZATI LAPOK-BÁNYÁSZAT 144:(2) pp. 15-18. (2011)

- [S4] P J Szabó, J. Ginsztler: Production of very fine grained AISI 304 steel with high special grain boundary density by grain boundary engineering
MATERIALS AT HIGH TEMPERATURES 28:(3) pp. 254-260. (2011)

- [S5] P J Szabo: Effect of Partial Recrystallization on the Grain Size and Grain Boundary Structure of Austenitic Steel
MATERIALS CHARACTERIZATION 66: pp. 99-103. (2011)

- [S6] P. J. Szabó, P. Bereczki, B. Verő: The Effect of Multiaxial Forging on the Grain Refinement of Low Alloyed Steel
PERIODICA POLYTECHNICA MECHANICAL ENGINEERING 55 (1) pp. 61-66.

- [S7] P J Szabó: Thermomechanical treatment of AISI 304 austenitic stainless steel
In: Stépán G, T. Szalay, Á. Antal, I. Gyurika (szerk.) Gépészet 2010: Proceedings of the Seventh Conference on Mechanical Engineering. Budapest, Magyarország, 2010.05.25-2010.05.26., Budapest: Budapest University of Technology and Economics, pp. 23-29. Paper 23. (ISBN:978-963-313-007-0)

- [S8] P J Szabó: Grain Boundary Engineering of Metals by Thermo-mechanical Treatment
MATERIALS SCIENCE FORUM 659: pp. 349-354. (2010)

- [S9] Gaál Z, Szabó PJ, Ginsztler J: Evolution of Special Grain Boundaries in Austenitic Steels
MATERIALS SCIENCE FORUM 589: pp. 19-24. (2008)

- [S10] Gaál Z, Szabó PJ: Evolution of Grain Boundaries in Austenitic Stainless Steels
MATERIALS SCIENCE FORUM 537-538: pp. 355-361. (2007)
- [S11] Gaál Z, Szabó PJ, Ginsztler J: A termomechanikus kezelés hatása a szemcsehatárookra
MŰSZAKI SZEMLE 38: pp. 118-122. (2007)
- [S12] Szabó Péter János: A visszaszórt elektrondiffrakció alkalmazása az anyagvizsgálatban
ANYAGVIZSGÁLÓK LAPJA 16:(3) pp. 82-89. (2006)
- [S13] Ginsztler J, Szabó PJ, Gaál Z: Measuring Techniques And Their Applications In Damage Analysis
In: Penninger A, Kullmann L (szerk.) GÉPÉSZET 2006: Proceedings of the Fifth Conference on Mechanical Engineering. Budapest, Magyarország, 2006.05.25-2006.05.26. (TU Budapest)
- [S14] Gaál Z, Szabó P J, Ginsztler J: Szemcsehatár-kutatások ausztenites acélokban
In: OGÉT 2006: XIV. Nemzetközi Gépész Találkozó. Marosvásárhely, Románia, 2006.04.27-2006.04.30 Kolozsvár: Erdélyi Magyar Muszaki Tudományos Társaság, pp. 135-138.(ISBN:973-7840-10-0)

8. IRODALOMJEGYZÉK

- [1] Prohászka János: A fémek és ötvözetek mechanikai tulajdonságai, Műegyetemi Kiadó, 2001.
- [2] Hall, E.O., Proc. Phys. Soc. 64B (1951) 747
- [3] Petch, N.J., J. Iron Steel Inst. 174 (1953) 25.
- [4] R.A. Masamura et. al, „Yield Stress of Fine Grained Materials”, Acta Metallurgica 46 (13) pp. 4527-4534, 1998
- [5] Gaál Zoltán: Speciális szemcsehatárok arányának módosítása acélokban, PhD-értekezés, 2008.
- [6] Chadwick, G.A., Smith, D.A., Grain boundary structure and properties, Academic Press, London (1976)
- [7] Watanabe, T., Res. Mech. 11 (1984) 47
- [8] Bhadeshia. H.K.D.H.: Worked Examples in the Geometry of Crystals, The Institute of Metals, London, 1987.
- [9] Harvey, R.F., The Iron Age, **168** (26) (1951) 70
- [10] Lips R.M., Va Zuilen, N., Metal Progress **66** (1954) 1003
- [11] Ziaja, Gy., Alacsonyötvöztetésű acélból készült munkadarabok nagysebességű, termomechanikus előrefolyatással gyártásának technológiája, Kandidátusi értekezés, Budapest (1973)
- [12] Bernstein, M.L., Hensger, K.E., Thermomechanische Behandlung und Festigkeit von Stahl, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig (1976)
- [13] Verő, J., Vaskohászati Enciklopédia IX/2., Az ipari vasötvözetek metallográfiája II., Akadémiai Kiadó, Budapest (1964)
- [14] Fang, X., Zhang, K., Guob, H., Wang, W., Zhoua, B., Materials Science and Engineering A **487** (2008) 7
- [15] Shimada, M., Kokawa, H., Wang, Z.J., Sato, Y.S., Karibe, I., Acta Materialia **50** (2002) 2331
- [16] Hasson, G., Goux, C., Scripta Met. **5** (1971) 889
- [17] H. Mughrabi, T. Ungár, W. Kienles, M. Wilkens, Phil. Mag. **53** (1986) p. 793
- [18] H. Mughrabi, Acta Metall. **31** (1983) p. 1367
- [19] Q Xue, IJ Beyerlein, DJ Alexander, GT Gray, Acta Materialia, Vol. 55, pp. 655–668, 2007.
- [20] S.S. Hazra, E. V. Pereloma, A. A. Gazder, Acta Mater., 59 (10), 4015-4029, 2011.
- [21] R.E. Smallman, R. J. Bishop: Modern Physical Metallurgy & Materials Engineering, Butterworth-Heinemann, Oxford, 1999.
- [22] Káldor Mihály: Fizikai metallurgia, Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1990.
- [23] R.W.K. Honeycombe: Plastic Deformation of Metals, Edward Arnold, London, 1968.
- [24] F.R.N. Nabarro, in Dislocations in Solids, North-holland Publishing Co., 1983.

- [25] Verő Balázs, Hirka József, Horváth Ákos, Zsámbók Dénes, "Ultrafinom és nanoszemcsés anyagok". Kohászati Lapok, 137(2), 2004.
- [26] RA Masumura, et al., "Yield Stress of fine grained materials," Acta Metallurgica, 46(13), pp. 4527-4534, 1998.
- [27] R. Z. Valiev, IV Alexandrov, TC Lowe, YT Zhu. J Mater Res 2002;17:5.
- [28] RZ Valiev, "Nanostructuring of metals by severe plastic deformation for advanced properties," Nature Materials, Vol. 3, pp. 511-516, 2004.
- [29] M Furukawa, A Utsunomiya, K Matsubara, Z Horita, TG Langdon, Acta Mater 2001;49:3829.
- [30] RZ Valiev, RK Islamgaliev, IV Alexandrov, Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation, Progress in Materials Science, 45, pp. 103-189, 2000.
- [31] Smirnova NA, Levit VI, Pilyugin VI, Kuznetsov RI, Davydova LS, Sazonova VA. Fiz Met. Metalloved 1986;61:1170.
- [32] Valiev RZ, Ivanisenko YuV, Rauch EF, Baudalet B. Acta Mater 1997;44:4705.
- [33] O. Engler, V. Randle: Introduction to Texture Analysis, CRC Press, Boca Raton, 2010.
- [34] W. D. Callister: Materials Science and Engineering, John Wiley and Sons, 2007.
- [35] Verő Balázs, MTA Doktori Értekezés, 1994.
- [36] Read WT, Shockley W (1950) Phys Rev 78:275
- [37] Read WT, Shockley W (1952) Imperfections in nearly perfect crystals. Wiley, New York
- [38] Gjostein NA, Rhines FN (1959) Acta Metall 7:319
- [39] G.S. Rohrer, J Mater Sci (2011) 46:5881–5895
- [40] Herring, C., Structure and Properties of Solid Surfaces, University of Chicago (1953) 5
- [41] Föll, H., Defects in Crystals, University of Kiel (2008)
- [42] Was, G. S., Thaveepriingsriporn, V., Crawford C.D., JOM, **50** (2) (1998) 44
- [43] Lim, L.C., Watanabe, T., Acta Metallurgica et Materialia, **38** (12) (1990) 2507
- [44] Lin, P., Palumbo, G., Aust, K. T., Scripta Metal Mater **36** (1997) 1145
- [45] Palumbo, G., Lehigh, E.M., Lin, P., JOM, (1998 February) 40
- [46] Shimada, M., Kokawa, H., Wang, Z.J., Sato, Y.S., Karibe, I., Acta Materialia **50** (2002) 2331
- [47] Tsurekawa, S., Nakamichi, S., Watanabe T., Acta Materialia **54** (2006) 3617
- [48] Bi, H.Y., Wang, Z.J., Shimada, M., Kokawa, H., Materials Letters **57** (2003) 2803
- [49] Randle, V., Owen, G., Acta Materialia **54** (2006) 1777
- [50] Spigarelli S., Cabibbo, M., Evangelista, E., Palumbo, G., Materials Science and Engineering A **352** (2003) 93
- [51] Owen, G., Randle, V., Scripta Materialia **55** (2006) 959
- [52] Fang, X., Zhang, K., Guob, H., Wang, W., Zhoua, B., Materials Science and Engineering A **487** (2008) 7
- [53] Thomson CB, Randle V. Acta Mater 1997;45:4909.
- [54] Palumbo G. US Patent 5,702,543 (1997), US Patent 5,817,193 (1998)
- [55] Kumar M, Schwartz AJ, King WE. In: Ankem S, Pande CS, editors.

- Advances in Twinning. Warrendale (PA): TMS; 1999. p. 13.
- [56] Kumar M, Schwartz AJ, King WE. In: Szpunar J, editor. Proc ICOTOM-12. Ottawa: Canadian National Research Council Press; 1990. p. 180.
 - [57] Kumar M, King WE, Schwartz AJ. Acta Mater 2000; 48:2081.
 - [58] Kumar M, Schwartz AJ, King WE. Acta Mater 2002;50:2599.
 - [59] Palumbo G, Aust KT. Mater Sci Eng 1989; A113:139.
 - [60] Lehigh EM, Palumbo G, Lin P. Metall Mater Trans 1998; 29A: 3069.
 - [60] Gao Y, Kumar M, Nalla RK, Ritchie RO. Metall Mater Trans A 2005;36A(12):3325–33.
 - [62] Dave VR, Cola MJ, Kumar M, Schwartz AJ, Hussien GNA. Welding J 2004; 83:1S.
 - [63] A.J. Schwartz, W. E. King, M. Kumar, Scripta Materialia 54 (2006) 963–968
 - [64] N. Tsuji, R. Uejii, Y. Minamino, Y. Saito, Scripta Materialia 46 (2002) 305–310
 - [65] T. Maki and C. M. Wayman: Metall. Trans. A, 7A (1976), 1511.
 - [66] S. Morito, J. Nishikawa, T. Maki, ISIJ International, Vol. 43 (2003), No. 9, pp. 1475–1477
 - [67] Edington J. W., Practical Electron Microscopy in materials Science, MacMillan-Philips Technican Library (1974)
 - [68] Fultz, B., Howe, J.M., Transmission Electron Microscopy and Diffractometry of Materials, Springer (2002)
 - [69] H. Bethge, J. Heydenreich, Electron Microscopy in Solid State Physics, Elsevier, Amsterdam, 1987.
 - [70] K. W. Andrews, D. J. Dyson, S. R. Keown: Interpretation of Electron Diffraction Patterns, Adam Hilger Ltd, London, 1971.
 - [71] B.E. Warren, X-ray diffraction, Dover Publ. New York, 1996.
 - [72] M. Wilkens, in: J.A. Simmons, R. de Wit, R. Bullough (Eds.), Fundamental Aspects of Dislocation Theory. Nat. Bur. Stand. Spec. Publ. Vol. II. No. 317. Washington DC. USA, (1970) 1195.
 - [73] I. Groma, Phys. Rev. B 57 (1998) 7535.
 - [74] I. Groma, T. Ungár and M. Wilkens, J. Appl. Cryst. 21 (1988) 47.
 - [75] P. Klimanek and R. Kuzel, Jr, J. Appl. Cryst. 21 (1988) 59.
 - [76] R. Kuzel Jr. and P. Klimanek, J. Appl. Cryst. 21 (1988) 363.
 - [77] R. Kuzel Jr. and P. Klimanek, J. Appl. Cryst. 22 (1989) 299.
 - [78] T. Ungár and G. Tichy, phys. stat. sol. (a) 171 (1999) 425.
 - [79] T. Ungár, I. Dragomir, Á. Révész and A. Borbély, J. Appl. Cryst. 32 (1999) 992.
 - [80] T. Ungár, A. Borbély, G. R. Goren-Muginstein, S. Berger and A. R. Rosen, Nanostructured Materials 11 (1999) 103.
 - [81] T. Ungár, M. Leoni and P. Scardi, J. Appl. Cryst. 32 (1999) 290.
 - [82] T. Ungár, G. Tichy, Phys. Stat. Sol. (a) 147 (1999) 425-434.
 - [84] A. Guinier, X-Ray Diffraction in Crystals, Imperfect Crystals and Amorphous Bodies, ed. W. H. Freeman, San Francisco, 1963.
 - [85] G. Ribárik, J. Gubicza, and T. Ungár, Mat. Sci. Eng. A. 387-389, 343 (2004).

- [86] Alam et. al, „High Angle Kikuchi Patterns”, Proc. Royal Society of London, A221, 224-242.
- [87] Venables and Harland, Phil. Mag. 2, 1193-1200.
- [88] Dingley et. al., Scanning Electron Microscopy, 11, 451-456.
- [89] Wright et. al., Met. Trans. A, 23, 759-767.
- [90] Russ et. al., J. Computer-Assisted Microscopy, 1, 3-37.
- [91] V. Randle: Microtexture Determination and Its Applications.; Bourne Press, Bournemouth, United Kingdom, 1992., 174 p.
- [91] A. J. Schwartz, M. Kumar, B. L. Adams, Electron Backscatter Diffraction in Materials Science, ed., Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2000.
- [92] A.P. Sutton, R.W. Balluffi, Interfaces in Crystalline Materials, Ox. Sci. Pub, UK, 1995.
- [93] V. Randle, P. Davies, B. Hulm, Philos. Mag. A. 79 (1999) 305–316.
- [94] D. Wolf – Materials Interfaces, in: Atomic-Level Structure and Properties, Chapman & Hall, Sidney, 1992.
- [95] V. Randle, Scripta Mater. 44 (2001) 2789–2794.
- [96] S. I. Wright, R.J. Larsen, J. Microsc. 205 (2002) 245–252.
- [97] D.M. Saylor, B.S. El-Dasher, B.L. Adams, Metall. Mater. Trans. 35A (2004) 1981–1989.
- [98] P. J. Hurley, B. C. Muddle and P. D. Hodgson: Metall. Mater. Trans. A, 32A (2001), 1507.
- [99] H. Beladi, G. L. Kelly, A. Shokouhi and P. D. Hodgson: Mater. Sci. Eng. A, A367 (2004), 152.
- [100] P. J. Hurley and P. D. Hodgson: Mater. Sci. Technol., 17 (2001), 1360.
- [101] Csizmadia József, Vizsgálati jelentés, Dunaújvárosi Főiskola, 2010.
- [102] I. Thomas, S. Zaefferer, F. Friedel, D. Raabe, Advanced Engineering Materials 2003, 5, No. 8.
- [103] R. Song 1, D. Ponge, D. Raabe , R. Kaspar, Acta Materialia 53 (2005) 845–858
- [104] D. Raabe, Mater. Sci. Eng. A197 (1995) 31-37
- [105] G. Kurdjumov, Z. Sachs, Über den Mechanismus der Strahlhartung, Zeitschrift für Physik, vol. 64 pp. 325-343, 1930
- [106] H. Kitahara, R. Ueji, N. Tsuji, Y. Minamino, Acta Materialia vol. 54, pp. 1279–1288, 2006
- [107] Kitahara H, Ueji R, Ueda M, Tsuji N, Minamino Y. Mater Characterization 2005; 54:378.
- [108] G. I. Taylor, C. F. Elam, Proc. R. Soc. London A **112**, 337 (1926)
- [109] M. S. Duesbury, V. Vitek, D. K. Bowen, Proc. R. Soc. London A **332**, 85 (1973)
- [110] L. Li, T. Ungár, Y. D. Wang, J. R. Morris, G. Tichy, J. Lendvai, Y. L. Yang, Y. Ren, H. Choo, P. K. Liaw, Acta Mater. **57** (2009) pp. 4988.
- [111] L. Li, T. Ungár, Y. D. Wang, G. J. Fan, Y. L. Yang, N. Jia, Y. Ren, G. Tichy, J. Lendvai, H. Choo, P. K. Liaw, Scripta Mater **60** (2009) 317.
- [112] T. Ungár, L. Li, G. Tichy, W. Pantleon, H. Choo, P. K. Liaw, Scripta Mater **64** (2011) pp. 876-879.