

**ALAKVÁLTOZÁS INDUKÁLTA MARTENZITES
ÁTALAKULÁS VIZSGÁLATA AUSZTENITES Cr-Ni
ACÉLOKBAN**

(PhD értekezés tézisei)

Nagy Erzsébet
okl. anyagmérnök

Miskolci Egyetem
Fémteni és Képlékenyalakítástani Tanszék

2007.

Tudományos vezető:
Dr. Mertinger Valéria PhD

1. Bevezetés célkitűzések

Kutatásom a saválló ausztenites acélokban történő speciális, képlékeny alakváltozás hatására végbemenő martenzites átalakulásra irányult, amely csak meghatározott körülmények között zajlik le. Ez az átalakulás bizonyos körülmények között együtt jár az ötvözet alakíthatóságának jelentős növekedésével.

Saválló acélokban ausztenitnek (γ) nem egyensúlyi módon történő átalakulása során a végtermék általában a torzult térben középpontos kockarácsú α' martenzit, de egy másik kristálytani módosulat, a hexagonális, nem ferromágneses ϵ martenzit is kialakulhat. Az átalakulás végbemehet mind a kritikus hőmérséklet alá történő hűtés vagy mechanikai alakítás hatására. Az ϵ martenzit jelenléte nagyban változtatja a darab alakváltozó képességét és egyéb tulajdonságait is. Mérési eredmények az ϵ martenzit megjelenését egy nagyfokú képlékeny viselkedéssel (TRIP hatás) kapcsolják össze. Az ϵ martenzitnek α' martenzitté történő alakulása viszont egy nagymértékű keményedéssel járó folyamat. A jelenlévő fázisok így jelentős mértékben meghatározzák a hidegalakíthatósági tulajdonságokat. Az ϵ martenzit kialakulása az alakítás mértékétől és a hőmérsékletétől függ. A kialakult α' , ϵ , γ fázisok alakításakor megjelenik a textúra az anyagban, ez indokolja az alakítási textúra probléma körének figyelembevételét is.

Az átalakulás gyakorlati jelentősége igen fontos, hiszen a saválló acélok nagy részét hidegen alakítják, s a technológia energia igényét jellemzően az acél alakváltozó képessége határozza meg, mely a vizsgált ötvözetnél egyértelműen az ausztenit mellett megjelenő martenzit fázisok mennyiségétől függ.

Vizsgálataim céljai a következők voltak:

- Megvizsgálni az alakítási paramétereknek (hőmérséklet, feszültség) a saválló ausztenites acélokban végbemenő fázisátalakulásokra kifejtett hatását.
- Meghatározni az ausztenit, az α' martenzit, ϵ martenzit mennyiségének a változását az alakítás hőmérsékletének és a mértékének függvényében.
- Megvizsgálni a hidegalakítás törvényszerű velejárójának az alakítási textúrának és a fázisátalakulásnak az egymásra kifejtett hatását.
- Jellemezni a kialakult fázisok textúráját, és az abban bekövetkező változást az alakítás hőmérsékletének és mértékének hatására.

2. Az elvégzett kutatás rövid összefoglalása

A vizsgálatokat három ausztenites saválló acélon végeztem. Ezek közül kettő, az „A” kísérleti acél és a KO36 szabványjelű acél összetétele nagyon hasonló, 18% Cr ötvöző mellett az „A” jelű 9.8% Ni-t, míg a KO36 jelű 10.77% Ni-t tartalmaz. A „B” kísérleti acél magasabb, 14.% Ni ötvözővel rendelkezik.

A vizsgálatok során a termomechanikus kezelést hengeres próbatesteken végzett szakító vizsgálatokkal modelleztem. A mérés körülményi közül változtattam a minta hőmérsékletét, és a mintadarabban kialakuló feszültség állapotot oly módon, hogy a szakítást egy adott hőmérsékleten a maximális egyenletes nyúlásig, illetve kisebb mértékű alakváltozást okozó feszültség értékekig végeztem. A leterhelés után a mintadarabokon minden esetben volt maradó alakváltozás, ezáltal feltételezhető, hogy az átalakulás során megjelenő martenzitek dominánsan nem feszültség, hanem alakváltozás indukálta martenzitek.

Az „A” és „B” kísérleti acélok esetében szobahőmérséklet és 160°C között 6 izotermán, míg a KO36-os jelű acél esetén szobahőmérséklet és -196°C között 9 izotermán készültek szakító vizsgálatok. Az acélok alakváltozó képességének jellemzését a szakítógörbék, a valódi feszültség természetes nyúlás diagramok és az abból szerkesztett keményedési görbék alapján végeztem el.

A jelenlévő fázisok mennyiségének jellemzésére többféle módszert alkalmaztam attól függően, hogy melyik fázist kellett meghatározni. A különböző módszerek által kapott abszolút eredmények nem feltétlenül estek egybe, de a változások tendenciája minden esetben megfelelőnek bizonyult, ugyanakkor mindenkor szem előtt tartottam az egyes módszerek korlátait.

Az α' martenzit meghatározására kétféle mágneses módszert és röntgendiffrakciós módszert; az ε martenzit meghatározására kvantitatív metallográfia módszert és röntgendiffrakciós módszert; a γ fázis meghatározására röntgendiffrakciós módszert alkalmaztam. A mérések időbeni sorrendje úgy alakult, hogy először az „A” és a „B” kísérleti acélon végeztem fázismennyiség méréseket röntgendiffrakciós, mágneses és kvantitatív metallográfiai módszerrel. Ezen vizsgálatokból nyert tapasztalatok alapján a legmegbízhatóbbnak a röntgendiffrakciós módszer bizonyult a három fázis (α' , ε , γ) együttes jellemzésére. A KO36-os szabványjelű acélnál végeztem a legkomplexebb vizsgálatokat, ebben az esetben röntgendiffrakciós módszert és mágneses méréseket alkalmaztam.

A textúra jellemzése a Fémteni Tanszéken kidolgozott módszer szerint inverz pólus ábra készítésével, illetve pólusábrák felvételével történt.

A méréseket különböző laboratóriumokban végeztem. A szakítóvizsgálatok az „A” és a „B” acél esetén Freibergben készültek a Technische Universitätén, a KO36-os vizsgálatait a Miskolci Egyetem Mechanika Technológia és a Fémteni

Tanszékén. A fázismennyiség meghatározások során a mágneses mérések egy része („A”, „B” acél) Freibergben a Technische Universität, míg a másik része (KO36 acél) Amszterdami Egyetem van der Waals-Zeeman Intézetében készültek. A kvantitatív metallográfiai meghatározások szintén Freibergben a Technische Universität történtek. A röntgendiffrakciós vizsgálatokat az „A” és „B” acélra Freibergben, KO36 jelű acélra a Miskolci Egyetem Fém-tani Tanszékén készítettem. A textúra vizsgálatokat a Miskolci Egyetem Fém-tani Tanszékén végeztem mindhárom acél esetében.

3. Az értekezés tézisei:

1. Megállapítások az alakváltozó képességgel kapcsolatban

1.1. Maradó egyenletes nyúlást okozó egytengelyű húzó igénybevétel hatására a vizsgált acéloknál a $160^{\circ}\text{C} \dots -20^{\circ}\text{C}$ vizsgálati tartományban a hőmérséklet csökkenésével a maximális egyenletes nyúlás értéke (alakváltozó képesség) egyenletesen nő, ami dominánsan az alakítás hatására megjelenő ε martenzitnek köszönhető. Az alacsonyabb hőmérsékleteken az ε martenzit fázisból létrejött α' martenzit is kimutatható.

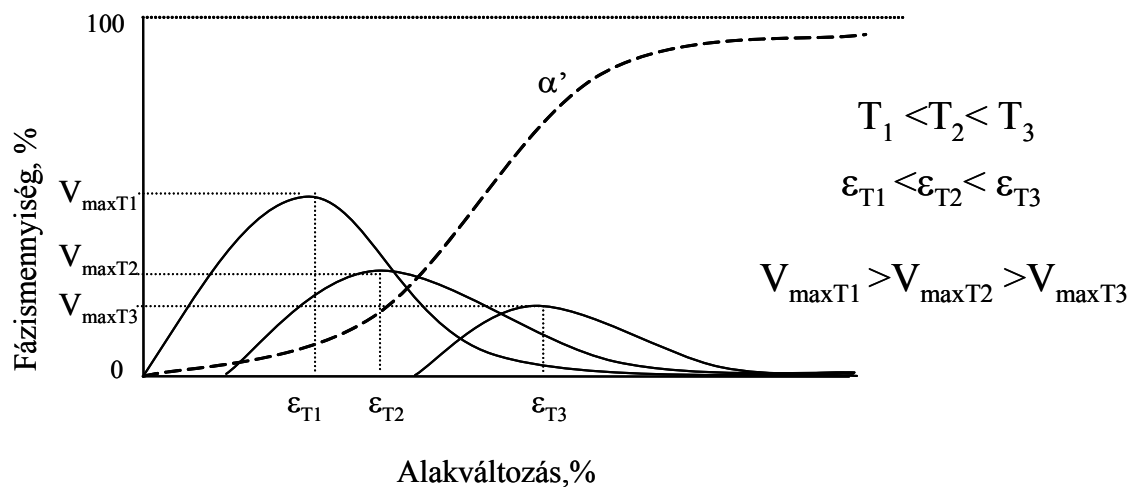
1.2. KO36 szabványjelű acél alakváltozó képessége, maradó egyenletes nyúlást okozó egytengelyű húzó igénybevétel hatására a -40°C alatti izotermákon ($-60^{\circ}\text{C} \dots -196^{\circ}\text{C}$) eltér az 1.1-ben leírtaktól, kezdetben egyenletes nyúlással, majd egy maximummal jelentkező keményedéssel jellemezhető. Ezeken az izotermákon a martenzitek együttes hányada már meghaladja az ausztenit mennyiségét. Ezt a fajta viselkedést a következő módon magyarázom:

- Az ε martenzit kialakulása a keményedést megelőzően elkezdődik.
- Az acél keményedésének kezdete független a vizsgálat hőmérsékletétől, és összefüggésben áll az α' martenzitnek az ausztenitből történő képződését megindító minimális nyúlás értékével.
- Megállapítottam, hogy a keményedés maximuma a megjelenő α' és ε martenzitek mennyiségének egymáshoz viszonyított arányától ($k = V_{\varepsilon}/V_{\alpha'}$), függ. Ott ahol k értéke a legkisebb ($k_{T=-100^{\circ}\text{C}} = 0,13$) a keményedés a legnagyobb, ott ahol a k a legnagyobb ($k_{T=-80^{\circ}\text{C}} = 0,33$) a keményedés a legkisebb. A keményedés megjelenését ezért nem az α' kialakulása, hanem az alakváltozó képességének a kimerülése okozza.
- A keményedési maximumot követő lágyulást az ε martenzitnek α' martenzitté történő átalakulása okozza. Mivel az ausztenit mennyisége a folyamat alatt folyamatosan csökken, ezért az irodalmi adatokkal ellentétesen, nem lehet azt állítani, hogy az ε kialakulása csak a keményedési maximumig tart, illetve az sem kizárható, hogy az α' ausztenitből történő kialakulása a folyamat teljes ideje alatt zajlik.

2. Megállapítások az alakítás paramétereinek a fázisok mennyiségének alakulására kifejtett hatásával kapcsolatban

2.1. A KO36 szabványjelű acél maximális egyenletes nyúlás értékéhez tartozó α' martenzit mennyisége a hőmérséklet csökkenésével nő. Adott hőmérsékleten az α' martenzit mennyisége az alakítás mértékének növelésével szintén nő. A Ni ötvöző tartalom növekedésével az α' martenzit megjelenése alacsonyabb hőmérséklet felé tolódik.

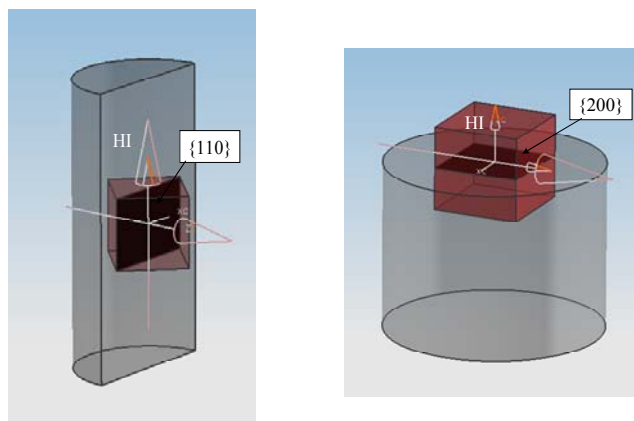
2.2. A KO36 szabványjelű acél maximális egyenletes nyúlásához tartozó ε martenzit mennyisége a hőmérséklet csökkenésével -80°C -ig nő. Adott hőmérsékleten az alakítás mértékének növekedésével az ε martenzit mennyisége maximumos görbe szerint változik. A görbe maximum értéke (a maximális fázismennyiség) és az ehhez tartozó alakváltozás erősen hőmérsékletfüggő. A hőmérséklet csökkenésével a görbe maximuma nő, és kisebb alakításhoz tolódik, ezzel együtt az ε martenzit megjelenéséhez tartozó minimális nyúlás érték is kisebb. A görbe maximumos jellege azt jelenti, hogy az ε martenzit az alakítás mértékének növekedésével α' martenzitté alakul át.



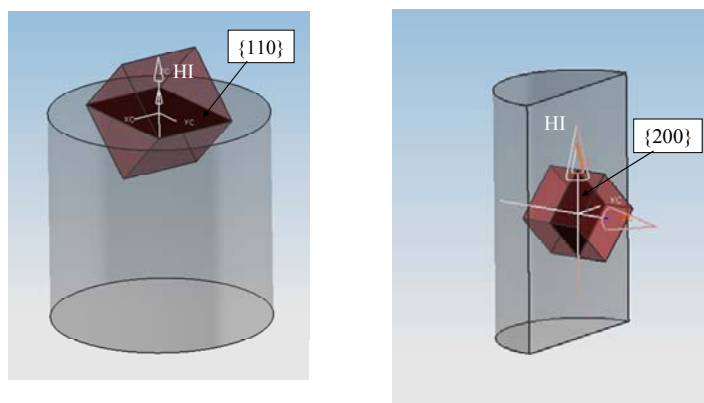
3. Megállapítások a textúra vizsgálatokkal kapcsolatban

3.1. A KO36 szabványjelű acél *ausztenitjében* maradó egyenletes nyúlást okozó egytengelyű húzó igénybevétel hatására egy jól jellemezhető textúra alakul ki már kis mértékű alakváltozás után is. A martenzites átalakulás az ausztenit $\{220\}$ síkjai mentén indul meg (azok rovására). A kocka térelemek az alakítás hatására igyekeznek valamely élükkel párhuzamosan beállni az alakítás irányába. Növelve

az alakítás mértékét a még meglévő igen kis mennyiségű ausztenit igyekszik felvenni a számára kedvező textúrát.



Az α' martenzit szintén egy jellegzetes képet mutat.



- 3.2. A kialakuló textúra komponens: ausztenit $\gamma\langle 111 \rangle$ vagy $\gamma\langle 100 \rangle$, és az $\alpha'\langle 110 \rangle$, párhuzamos az alkalmazott feszültség irányával. Ezekből az eredményekből az is következik:

keresztmetszeten $\{111\}_{\gamma} \parallel \{110\}_{\alpha}$.

hosszmetszeten $\{220\}_{\gamma} \parallel \{200\}_{\alpha}$.

Ezek az eredmények a Kurdjumov-Sach összefüggésnek megfelelőek. Megállapítom, hogy a textúra kialakulása dominál az ausztenitben és az α' martenzit textúráját is ez határozza meg. Mindkét fázis stabil textúra komponenseket mutat.

- 3.3. A hőmérsékletnek és a feszültségnek nincs hatása az egyes fázisokra vonatkozó keresztmetszeti textúra képre.

4. *Megállapítások a fázismennyiség értékek és a textúra kapcsolatával kapcsolatban*

A maximális egyenletes nyúlásig terhelt KO36 szabványjelű acél egyes hőmérsékletre vonatkozó textúra eredményeit vizsgálva megállapítottam, hogy a hosszmetseti képen a legerősebb {220} ausztenit síksorozatra vonatkozó mérőszámok szobahőmérséklettől -80°C-ig csökkennek, majd -80°C-tól -120°C-ig növekednek. A fázismennyiség adatokkal összevetve megállapítottam, hogy a legkisebb mérőszámnál (-80°C-on) mérhető a legnagyobb ε martenzit tartalom, vagyis a 0°C és -80°C közötti textúra mérőszám csökkenést a lejátszódó $\gamma \rightarrow \varepsilon$ és a $\gamma \rightarrow \alpha'$ martenzites átalakulások okozzák. -80°C alatt már csak ε martenzit rovasára történő $\varepsilon \rightarrow \alpha'$ átalakulás zajlik és ennek hatására ismét növekszik az ausztenit textúra mérőszáma.

5. A gyakorlati alkalmazás lehetőségei

Napjainkban az acélok között széles körben felhasznált ötvözetek a saválló acélok, hiszen akár a gyógyászatban, akár az ipar számos területén, a háztartásban, a közlekedésben, az építészetben vagy akár a művészetek területén is mindennapos alapanyagnak számítanak. E széleskörű felhasználás során a hegesztés mellett a legfontosabb alakadó művelet a hidegalakítás. A hidegalakító megmunkálás közbeni anyagviselkedés ismerete nem pusztán a hibás darabok számának csökkentése miatt elengedhetetlen, hanem az alakítás fő költségét adó, energia szükségletének csökkentése miatt is nagyon fontos. Vizsgálati eredményeim egyértelműen bizonyítják, hogy optimálisan változtatva az alakítás körülményeit, az α' és az ε martenzitek megfelelő hányadának a kialakulásával az ötvözet alakváltozó képessége javítható.

6. Publikációk:

Folyóiratban:

1. V. Mertinger-E. Nagy-F. Tranta-J. Sólyom
Strain induced martensitic transformation in textured austenitic stainless steels
Megjelenés alatt a Materials Science Engineering A folyóiratban 2007-ben
2. E. Nagy-V. Mertinger-F. Tranta-J. Sólyom
Investigation of Thermo mechanical Treated Austenitic Stainless Steel
Materials Science Forum Vols.473-474 (2005) pp.237-242 Impact factor: 0,602
3. E. Nagy-V. Mertinger-F. Tranta-J. Sólyom
Thermo mechanical Treatment of Stainless Steels
Materials Science Engineering A 378 (2004) pp.308-313. , Impact factor:1,365

Hivatkozások:

- a. Luksza J, Ruminski M, Ratuszek W, et al.
Texture evolution and variations of alpha-phase volume fraction in cold-rolled AISI 301 steel strip
Journal Of Materials Processing Technology 177 (1-3): 555-560 Sp. Iss. SI JuL 3 2006
- b. Sort J, Concustell A, Menendez E, et al.
Selective generation of local ferromagnetism in austenitic stainless steel using nanoindentation
Applied Physics Letters 89 (3): Art. No. 032509 JUL 17 2006

- c. Sort J, Concustell A, Menendez E, et al.
periodic arrays of micrometer and sub-micrometer magnetic structures prepared by nanoindentation of a nonmagnetic intermetallic compound
Advanced Materials 18 (13): 1717+ JUL 4 2006
 - d. Lecce M, Rasmussen KJR
Distortional buckling of cold-formed stainless steel sections: Experimental investigation
JOURNAL OF STRUCTURAL ENGINEERING-ASCE 132 (4): 497-504 APR 2006
 - e. Martin DS, van Dijk N, Yagodzinskyy Y, et al.
Contribution to the understanding of Austenite stability in a 12Cr-9Ni-4Mo maraging steel
Materials Science Forum 500-501: 339-346 2005
 - f. Gey N, Petit B, Humbert M
Electron backscattered diffraction study of epsilon/alpha ' martensitic variants induced by plastic deformation in 304 stainless steel
Metallurgical And Materials Transactions A-Physical Metallurgy And Materials Science 36A (12): 3291-3299 DEC 2005
4. E. Nagy-V. Mertinger-F. Tranta-J. Sólyom
Deforming Texture Effects on Phase Transformation in Stainless Steels
Materials Science Forum Vols. 414-415. (2003) pp.281-288. Impact factor: 0.602

Hivatkozások:

- a. Lichtenfeld JA, Mataya MC, Van Tyne CJ
Effect of strain rate on stress-strain behaviour of alloys 309 and 304L austenitic stainless steel
Metallurgical And Materials Transactions A-Physical Metallurgy And Materials Science 37A (1): 147-161 jan 2006

Konferencia kiadványban:

- 1. E. Nagy-V. Mertinger-F. Tranta-J. Sólyom
Strain Induced Martensitic Transformation in Austenitic Steel
MicroCAD International Scientific Conference, Miskolc, Hungary 2000
- 2. E. Nagy-V. Mertinger-F. Tranta-J. Sólyom
Examination of Phases of Cold Rolled Stainless Steels by X-ray diffraction
19th Heat Treatment and Material Science for Mechanical Engineering
National Conference, Székesfehérvár, Hungary 2000

3. E. Nagy
The effect of deforming texture on transformation in stainless steels
Forum of PhD students , University of Miskolc, Miskolc, Hungary 2001
4. E. Nagy-V. Mertinger-F. Tranta-J. Sólyom
Mechanical strain induced transformation in steel KO36
20th Heat Treatment and Material Science for Mechanical Engineering
National Conference, Kecskemét, Hungary 2002
5. E. Nagy–M. Benke-J. van Humbeeck-V. Mertinger
Investigation of Ageing Effect on Cu-Base SMA
MicroCAD International Scientific Conference, Miskolc, Hungary 2004.

Előadások:

1. E. Nagy- A. Szemanik-N. Babcsán
Structure of Foams
I. National Conference on Material Science for Student, ASM International
Hungary Chapter, Budapest, Hungary 1998 (oral presentation)
2. E. Nagy, A. Szemanik, N. Babcsán
Structure of Foams
Junior Euromat, Lausanne, Switzerland 1998 (oral presentation)
3. E. Nagy, A. Szemanik, N. Babcsán
Investigation of Foams Structure
Regional Conference on Academic Science for Student (TDK), Miskolc,
Hungary 1998 (oral presentation)
4. E. Nagy, A. Szemanik, N. Babcsán
Investigation of Foams Structure
MicroCAD International Scientific Conference, Miskolc, Hungary 1999
(poster presentation)
5. E. Nagy, A. Szemanik, N. Babcsán
Investigation of Foams Structure
National Conference on Academic Science for Student (OTDK), Budapest,
Hungary 1999 (oral presentation)
6. E. Nagy, V. Mertinger, F. Tranta, J. Sólyom
Stress Induced Martensitic Transformation in Stainless Steel
Regional Conference on Academic Science for Student (TDK), Miskolc,
Hungary 1999 (oral presentation)

7. E. Nagy, V. Mertinger, F. Tranta, J. Sólyom
Strain Induced Martensitic Transformation in Austenitic Steel
MicroCAD International Scientific Conference, Miskolc, Hungary 2000
(poster presentation)
8. E. Nagy, V. Mertinger, F. Tranta, J. Sólyom
Strain Induced Martensitic Transformation in Austenitic Steel
Junior Euromat, Lausanne, Switzerland 2000 (poster presentation)
9. E. Nagy-V. Mertinger-F. Tranta-J. Sólyom
Examination of Phases of Cold Rolled Stainless Steels by X-ray diffraction
19th Heat Treatment and Material Science for Mechanical Engineering
National Conference, Székesfehérvár, Hungary 2000 (oral presentation)
10. E. Nagy-V. Mertinger-F. Tranta-J. Sólyom
Examination of Deforming Texture in Stainless Steel
Regional Conference on Academic Science for Student (TDK), Miskolc,
Hungary 2000 (oral presentation)
11. E. Nagy
The effect of deforming texture on transformation in stainless steels
Forum of PhD students, University of Miskolc, Miskolc, Hungary 2001
(poster presentation)
12. E. Nagy, V. Mertinger, F. Tranta, J. Sólyom
Quantitative Phase Analysis in Deformed Structure
MicroCAD 2001, International Scientific Conference, Miskolc, Hungary
2001 (poster presentation)
13. E. Nagy, V. Mertinger, F. Tranta, J. Sólyom
Investigation of deforming texture in stainless steel
National Conference on Academic Science for Student (OTDK), Budapest,
Hungary 2001 (oral presentation)
14. E. Nagy, V. Mertinger, F. Tranta, J. Sólyom
Texture measurement in deformed structure
Scientific term of Faculty of Materials and Metallurgical Engineering,
University of Miskolc, Miskolc, Hungary 2001 (oral presentation)
15. E. Nagy, V. Mertinger, F. Tranta, J. Sólyom
The effect of deforming texture on transformation in stainless steels
National 3rd Material Science, Material Testing and Material Informatic
Conference, Balatonfüred, Hungary 2001 (poster presentation) TTTT

- 16.E. Nagy, V.Mertinger, F.Tranta, J.Sólyom
The effect of deforming texture on transformation in stainless steels
Forum of PhD students, University of Miskolc, Miskolc, Hungary 2001 (oral presentation)
- 17.E. Nagy, V.Mertinger, F.Tranta, J.Sólyom
Quantitative Phase Analysis during Martensitic Transformation in Steels by X-ray and Magnetic Method
MicroCAD 2002, International Scientific Conference, Miskolc, Hungary 2002 (poster presentation)
- 18.E. Nagy, V.Mertinger, F.Tranta, J.Sólyom
Texture and phase amount measurements in steels
Spring Wind 2002., Conference of PhD students, Gödöllő, Hungary 2002 (poster presentation)
- 19.E. Nagy, V.Mertinger, F.Tranta, J.Sólyom
Investigation of martensitic transformation in austenitic steels
Junior Euromat, Lausanne, Switzerland 2002 (poster presentation)
- 20.E. Nagy, V.Mertinger, F.Tranta, J.Sólyom
Phase analysis made by BRUKER D8 Advance X-ray diffraction equipment
Scientific term of Faculty of Materials and Metallurgical Engineering, University of Miskolc, Miskolc, Hungary 2001 (poster presentation)
- 21.E. Nagy, V.Mertinger, F.Tranta, J.Sólyom
Investigation of martensitic transformation in stainless steels
The material science day of PhD students II., Veszprém, Hungary, 2002. (oral presentation)
- 22.E. Nagy, V.Mertinger, F.Tranta, J.Sólyom
Mechanical strain induced transformation in steel Ko36
20th Heat Treatment and Material Science for Mechanical Engineering
National Conference, Kecskemét, Hungary 2002 (oral presentation)
- 23.E. Nagy, V.Mertinger, F.Tranta, J.Sólyom
Thermo mechanical Treatment of Stainless Steels
ESOMAT 2003, European Symposium on Martensitic Transformation and Shape Memory, Cirencester, England 2003 (oral presentation)
- 24.E. Nagy, V.Mertinger, F.Tranta, J.Sólyom
Investigation of thermo mechanical treated austenitic stainless steel
Scientific term of Faculty of Materials and Metallurgical Engineering, University of Miskolc, Miskolc, Hungary 2003 (poster presentation)

25.V.Mertinger-E.Nagy-F.Tranta-J.Sólyom

Strain induced martensitic transformation in textured austenitic stainless steels

ESOMAT 2006, European Symposium on Martensitic Transformation and Shape Memory, Bochum, Germany 2006 (oral presentation)