

Deformáció hatására kialakuló kompozit típusú mikroszerkezet martenzites acélokban

Diplomamunka

Ódor Éva

Anyagtudomány MSc

Témavezető:

Dr. Ungár Tamás

Társtémavezető:

Jóni Bertalan



Eötvös Loránd Tudományegyetem, Budapest
Természettudományi Kar
Anyagfizikai Tanszék

2017

Tartalomjegyzék

Bevezetés	2
I. Irodalmi áttekintés	5
I.1. A belső feszültségek okozta aszimmetrikus diffrakciós csúcsok bemutatása	5
I.2. A martenzites acélok szerkezete és tulajdonságai	11
I.3. Előzmények és célkitűzések	14
II. Kísérleti módszerek	17
II.1. A próbatestek előállítása és egytengelyű nyújtási deformációja.....	18
II.2. Röntgendiffrakciós vonalprofil analízis (RVPA).....	20
II.2.1. A vonalprofil analízis elméleti alapjai.....	20
II.2.2. A CMWP-eljárás	25
II.2.3. Röntgendiffrakciós kísérletek	27
II.3. Nano- és mikrokeménység mérések	30
II.4. Mikroszkópos vizsgálatok	31
III. Saját eredmények és értelmezésük	33
III.1. A szerkezet jellemzése mikroszkópos vizsgálatok alapján	33
III.2. A röntgendiffrakciós mérések eredményei.....	36
III.2.1. Kvalitatív eredmények a diffrakciós spektrumok alapján.....	36
III.2.2. Mikroszerkezeti paraméterek a CMWP-illesztés alapján	41
III.2.3. Belső feszültségek meghatározása	45
III.3. A nano- és mikrokeménység mérések eredményei	47
III.4. A mikroszerkezet és a mechanikai tulajdonságok kapcsolata	54
III.5. Az eredmények értelmezése	58
III.6. Konklúziók	61
III.7. További vizsgálati tervek.....	62
IV. Összefoglalás	63
Köszönetnyilvánítás	64
Irodalomjegyzék	65

Bevezetés

A civilizáció fejlődése során mindig kiemelkedő jelentőséggel bírt, mikor az emberiség valamely addig használt anyagról egy másik anyag típus alkalmazására tért át. Ezt az is mutatja, hogy a történelem egyes időszakait az alapján nevezték el, hogy melyik volt az adott időszakban legelterjedtebben alkalmazott anyag. Az egyik ilyen nagy jelentőségű változást az hozta, mikor az acél, mint különféle eszközök készítésére felhasznált alapanyag, felváltotta a korábban használt bronzot. Azt azonban teljes mértékben homály fedte, hogy mi eredményezte az acél kitűnő tulajdonságait, és évszázadokon át a jó minőségű acél előállításán alkalmazott módszerek erősen őrzött titoknak minősültek. Az közismert volt, hogy az acél fő komponense a vas, azonban a számtalan egyéb adalékot és apró kiegészítést mind empirikus próbálgatás eredményeképp találták meg. Az izzó fém hűtése során alkalmazott kezelések, ha lehet, még rejtélyesebbek voltak. A titokzatosságnak köszönhetően egészen extrém technikák is kialakultak, például az acél anyagához különböző vérkeverékeket adtak, vagy épp az előállítás különböző fázisait a holdciklusokhoz igazították [1].

A vasat már jóval korábban is ismerték, azonban a bronzot az általános használat során csak i.e. 1200 után kezdte felváltani, ugyanis a vas használatának szélesebb körű elterjedéséhez az vezetett, mikor felfedezték, hogyan lehet a vasból acélt készíteni. Ennek oka, hogy a vas önmagában, tisztán, nem egy rendkívüli tulajdonságokkal bíró anyag. Azonban szén beoldásával nagyon kemény öntöttvas állítható elő, melyet megfelelően hőkezelve szívóssá, a repedéseknek jól ellenállóvá lehet tenni. Régészeti ásatásokon talált különféle eszközök azt bizonyítják, hogy már az i.e. XI. században is rendkívül kifinomult kezeléseket alkalmaztak az acél előállításán. Az acél edzésének technikája, miszerint az izzó vastárgyat hideg vízbe ejtve hirtelen lehűtik, hogy jó erős acél fegyvert kapjanak, írásos forrásokban – például Homérosz klasszikusában, az Odüsszeiában – is megjelenik. [2]

Később, a XIX. században a kémiai analízis jelentős fejlődésnek indult, így a kohászok meggyőződése volt, hogy a különböző acélok eltérő tulajdonságainak okára fény derül, és magyarázatot adnak majd rá a kémiai összetételbeli különbségekre. Ezek a remények azonban hamar szertefoszlottak, ugyanis azt találták, hogy különböző acél ötvözetek léteznek, melyeknek kémiai összetételük ugyan nagyon hasonló, mégis összehasonlíthatatlanul eltérő mechanikai tulajdonságokkal rendelkeznek. Miután a kémia nem adta meg a választ az acélok rejtélyére, a megoldás idővel egy teljesen más tudományterületről – talán kissé meglepő módon – az optikából érkezett. 1890 körül egy Adolf Martens nevű német kutató, aki mikroszkópos vizsgálatokkal foglalkozott, az acélok mikroszerkezetét vizsgálva észrevette,

hogy szabad szemmel ugyan nem látható, de mikrométeres skálán már jól megkülönböztethető mintázatok fedezhetők fel az acélok felszínén. Konkrétan azt figyelte meg, hogy a kemény acélok esetén különböző irányítottságú sávós régiók látszanak, míg a gyengébb acélok esetén alig található valamilyen mintázat. A jellegzetes motívumokból álló struktúrák felfedezőjük után a *martenzit* nevet kapták. [3]

Ez a felismerés, hogy az anyag tulajdonságait illetően a mikroszkopikus mintázatok épp olyan meghatározók lehetnek, mint az összetétel, egy vízvázlat pillanat volt a metallurgia történetében. Ezzel egy teljesen új terület, a metallográfia született meg, mely által az azóta eltelt időben – természetesen egyebek között – martenzites morfológiával rendelkező anyagok százait vizsgálták és írták le [2].

Ahogy a martenzites acél felfedezésének történetében is láthatjuk, a különböző anyagok használata nem feltétlenül jelenti azt, hogy értjük is a tulajdonságok háttérben meghúzódó okokat, mechanizmusokat. Sok esetben empirikus úton már jóval hamarabb kitapasztalják, hogy mely anyagok hogyan és mire használhatók fel, mint hogy tudományos magyarázatot adjanak a megfigyelt jelenségekre. A kísérleti módszerek fejlődése azonban az anyagok fejlesztésével kéz a kézben jár, hiszen az újabb vizsgálati módszerek megjelenésével újabb és újabb részletekre derül fény, ami által ismét újfajta, jobb tulajdonságokkal rendelkező anyagok fejleszthetők. Ha az újabb vizsgálatokkal magyarázatokat találunk a tapasztalt viselkedésre, akkor ezáltal az egész anyagelőállítás tervezhetőbbé válik, könnyebben tudjuk hangolni az anyag jellemzőit az általunk kívánt felhasználásnak megfelelően. Mindezzel természetesen az is együtt jár, hogy maguk a vizsgálati módszerek is fejlődnek az anyagokkal együtt, melyekkel aztán ismét pontosabb képet alkothatunk a különböző fizikai folyamatokról, így folyamatosan haladva előre. Nagyon fontos tehát, hogy a rendelkezésünkre álló erőforrások által nyújtott lehetőségeket megfelelően kihasználjuk arra, hogy a minket körülvevő anyagokat megértsük és fejlesszük.

Az acélok kutatásának története sem ért véget Martens felfedezésével, hiszen bár jelentős lépést és egy egészen új szemléletet jelentett a mechanikai tulajdonságok megértésében, továbbra is megannyi megválaszolatlan kérdés maradt az acélok viselkedésével kapcsolatban. Napjainkig számos kutatást végeztek annak érdekében, hogy ezekre minél részletesebb válaszokat adjunk, azonban még mindig vannak nem teljesen tisztázott problémák az acélok világában. Ennek megfelelően még most is zajlanak vizsgálatok, melyek arra irányulnak, hogy a modern vizsgálati módszereket és technikákat felhasználva derítsenek fel olyan részleteket, melyeket a korábbi technológiákkal még nem lehetett megérteni.

Ezek közé a nem teljesen ismert részletek közé tartozik a különféle martenzites acélok deformációjának pontos mechanizmusa is, melyet jelenleg is a legkorszerűbb módszerekkel kutatnak. Ide sorolhatók például a mikronos méretskálákon végzett kísérletek, melyek korábban kivitelezhetetlenek voltak, hiszen nem volt megfelelő technológia mikropillárok vagy néhány mikron méretű huzalok kialakításához és deformációjához. Az új vizsgálati módszerek közé tartozik a röntgen vonalprofil analízis is, melyet az elmúlt évtizedekben fejlesztettek, és mára a mikroszerkezet meghatározásának egyik rendkívül hatékony módszerévé vált, kiegészítve a mikroszkópos vizsgálatokat.

Dolgozatom készítése során végzett kísérleti munkám által én is a martenzites acélok deformációs mechanizmusainak pontosabb megértéséhez szerettem volna hozzájárulni. Ezt elsősorban a röntgendiffrakciós vonalprofil analízis módszerével kapott eredményeken keresztül kívántam megtenni, azonban ezt a munkát egyéb kísérleti módszerekkel is kiegészítettem, hogy minél teljesebb képet alkothassak a vizsgált mechanizmusokról. Ennek megfelelően dolgozatom első részében az általam vizsgált anyagot, a léces martenzitet, valamint a vele összefüggésbe hozható jelenségek irodalmi hátterét mutatom be. A második részben a munkám során használt kísérleti módszereket ismertetem. Végül a kapott eredményeket tekintem át részletesen, valamint a különböző módszerekkel nyert információkat összefüggően interpretálok.

I. Irodalmi áttekintés

Diplomamunkám során kompozit típusú mikroszerkezet viselkedését vizsgáltam elsősorban röntgendiffrakciós kísérletekkel léces martenzit esetén. A kompozit típusú mikroszerkezet nagyon szorosan összefügg a belső feszültségekkel, melyek diffrakciós mérésekben egyértelműen megmutatkoznak a diffrakciós csúcsok eltolódása és alakjuk megváltozása által. Ezért ebben a fejezetben elsőként a belső feszültségeket, valamint ezek megjelenését kompozit típusú mikroszerkezettel leírható anyagokban, ill. a belső feszültségek diffrakciós profilokkal való kapcsolatát mutatom be. Ezek után az általam vizsgált anyagot, a léces martenzitet és a deformációs tulajdonságainak vizsgálatára irányuló néhány kísérletet mutatom be röviden. Végül munkám előzményeit és célkitűzéseit foglalom össze.

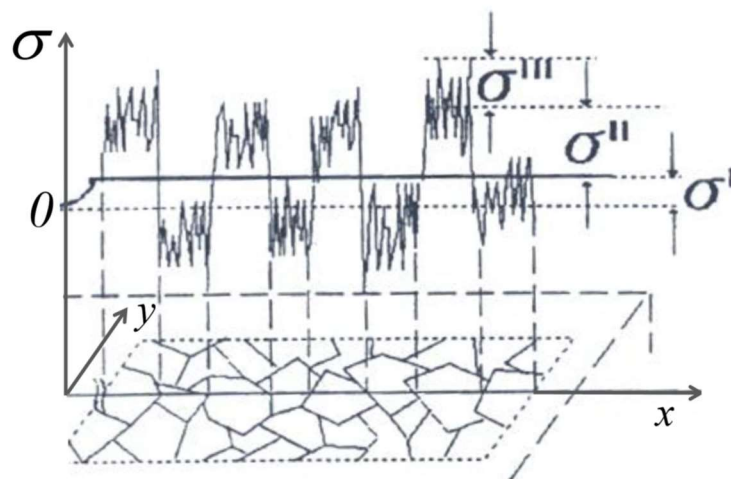
I.1. A belső feszültségek okozta aszimmetrikus diffrakciós csúcsok bemutatása

Egy kristályos anyag deformációja során alkalmazott feszültség nem feltétlenül eredményez egyenletes feszültségeloszlást az egész deformált mintadarabban, és a külső feszültség megszűnése után sem lesz az anyag feszültségmentes. Természetesen a feszültség teljes testre vett térbeli átlaga az egyensúlyi állapot miatt külső feszültség hiányában nullát kell, hogy adjon, de ez nem jelenti azt, hogy a mintában nem létezhetnek helyileg különböző feszültségek. A belső feszültség kifejezés alatt ennek megfelelően a lokális, térben változó feszültségeket értjük, melyek külső feszültség alkalmazása nélkül lépnek fel az anyagban. Ha a próbatestre külső feszültséget is hattatunk, akkor az anyag minden pontjában a lokálisan ható feszültség a belső és a külső feszültség eredője lesz, a teljes mintára vett átlag pedig a külső feszültséggel fog megegyezni.

A belső feszültségek lehetnek rövid hatótávolságúak, mint például a kisszögű szemcsehatárt alkotó diszlokációk feszültségterei, vagy hosszú hatótávolságú – az angol szakirodalomban *long-range internal stresses* elnevezésű – feszültségek, melyek a feszültség nagyobb méretskálákon való eltéréseit, ingadozásait jelentik. A hosszú hatótávolságú belső feszültségek mind gyakorlati szempontból, mind a képlékeny alakváltozások mechanizmusának megértése szempontjából fontosak. A belső feszültségeknek különböző típusai vannak, melyek 3 csoportba sorolhatók [4]:

- 1) Az első típusú belső feszültségek vagy makrofeszültségek az anyag viszonylag nagy tartományain közel homogének (vagyis állandó nagyságúak és irányúak), és a teljes tömbi anyag méretskáláján eredményeznek egyensúlyi állapotot.
- 2) A második típusú belső feszültségek az anyag mikroszkopikus méretű tartományain – egy szemcsén vagy a szemcse valamilyen részein belül – közel homogének, és kellően nagyszámú szemcsére vagy tartományra átlagolva eredményeznek egyensúlyt.
- 3) A harmadik típusú belső feszültségek, vagy mikrofeszültségek, az anyagnak csak szubmikroszkopikus tartományain – néhány atomtávolságnyi méretskálán – közel homogének. Ezeket elsősorban diszlokációk okozzák.

A különböző típusú belső feszültségeket szemlélteti sematikusán az 1. ábra.

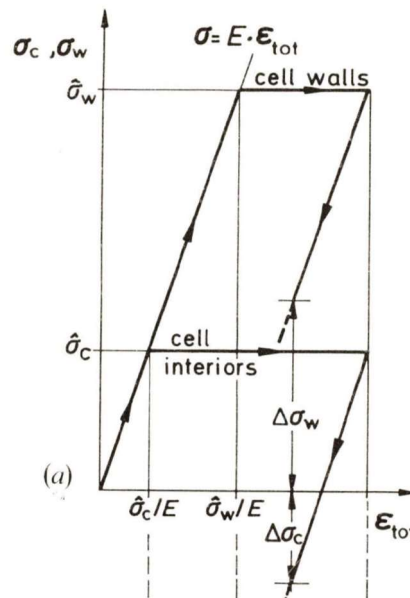


1. ábra. Sematikus ábra a belső feszültségek osztályozásáról. σ^I a makrofeszültség, mely a feszültség inhomogenitásainak sok szemcsét átfogó átlagolásából származik; σ^{II} az egy-egy szemcsére vagy kompozit esetén egy-egy komponensre vett átlagfeszültség; σ^{III} a szemcséken belüli szubmikroszkopikus méretskálákhoz tartozó feszültségeket jelenti.

A heterogén feszültségeloszlás egyfázisú anyagokban tipikusan a mikroszerkezet inhomogenitásaival hozható összefüggésbe. Ilyen inhomogenitást jelenthetnek például diszlokáció pile-up-ok, dipólkötegek, vagy a diszlokációk cellás szerkezetbe rendeződése is.

Mughrabi a hosszú hatótávolságú belső feszültségek kapcsolatát a heterogén diszlokációeloszlással egy kompozit modell kidolgozásával adta meg [5]. A modell lényege, hogy egy inhomogén diszlokációeloszlású anyag külső feszültség hatására úgy viselkedik, mint egy kompozit, ugyanis a lokális folyáshatár nagyobb a nagy diszlokációsűrűségű tartományokban, mint a kisebb diszlokációsűrűségű tartományokban. A legegyszerűbb

esetben egy ilyen anyagot úgy kezelhetünk, mint egy két komponensből álló kompozitot, ahol az egyes komponensek a kis és nagy diszlokációsűrűségű részei az anyagnak. Ilyen kompozit típusú mikroszerkezettel írható le a réznél tipikus cellaszerkezet is, ahol a legegyszerűbb közelítésben a kemény tartományt a cellafalak, a lágyabb komponenst pedig a falak által határolt cellák belső részei képezik.

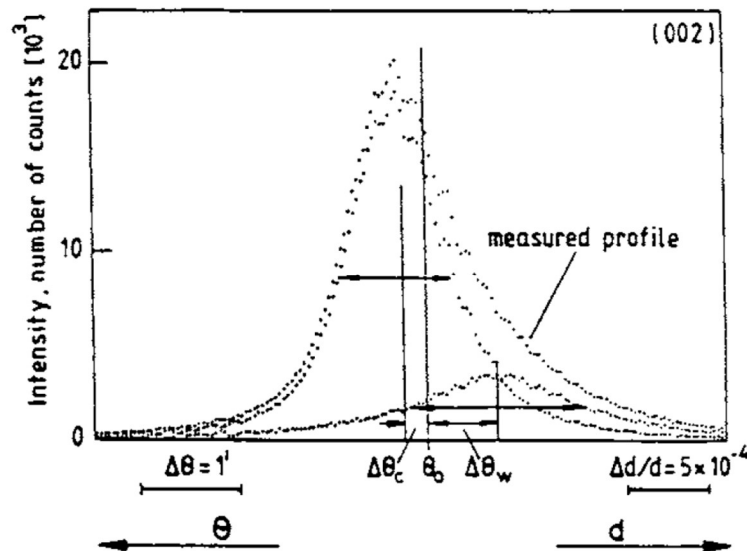


2. *ábra.* Kompozit típusú mikroszerkezettel leírható cellás szerkezetű réz sematikus feszültség-deformáció görbéje. A nagy diszlokációsűrűségű cellafalak (cell walls) és a kis diszlokációsűrűségű belső tartományok (cell interiors) folyáshatára, σ_w és σ_c eltérő, így eltérő feszültségnél kezdenek képlékenyen deformálódni. A külső feszültség megszűnésekor a kemény cellafalakban és a lágyabb belső tartományokban ellentétes előjelű $\Delta\sigma_w$ és $\Delta\sigma_c$ belső feszültségek maradnak. [6]

Egy ilyen inhomogén mikroszerkezetű anyagban külső feszültség hatására a nagy diszlokációsűrűségű kemény és kis diszlokációsűrűségű lágy tartományok együtt deformálódnak. A modell alapján a „kompozit” kemény és lágy tartományai a különböző folyáshatárak miatt különböző feszültségértékeknél kezdenek képlékenyen deformálódni. Elsőként a kis diszlokációsűrűségű tartomány folyik meg, és ezután ez a lágy komponens már képlékenyen deformálódik, miközben a keményebb komponens még mindig a rugalmas deformáció tartományában van. Tovább növelve a külső feszültséget a nagy diszlokációsűrűségű tartomány is megfolyik, és innentől kezdve már mindkét komponensben képlékeny deformáció zajlik. Leterheléskor, amikor a külső feszültséget megszüntetjük, a két

komponens deformációja egyforma mértékben csökken, és bennük a lokális feszültség egymással párhuzamosan halad. Így egy idő után a lágyabb komponensben már negatív előjelű feszültség lép fel, miközben a kemény tartományban a feszültség még mindig pozitív. A külső feszültség megszűnésekor, amikor az átlagos feszültség nullává válik és kialakul az egyensúlyi állapot, a kemény cellafalakban és a lágyabb belső tartományokban ellentétes előjelű belső feszültségek maradnak. Ezt a folyamatot szemlélteti a 2. ábra.

Ha a vizsgált anyag mikroszerkezete heterogén, ami a deformáció során diszlokációk sokszorozódása és kölcsönhatása révén is kialakulhat, akkor a kompozit modell alapján a két különböző diszlokációsűrűségű tartományban különböző lesz a feszültség mind az alakváltozás közben, mind a deformáció befejeződése és a külső feszültség megszüntetése után. Ekkor a különböző feszültségállapotok a kristálysíkok távolságának különböző mértékű megváltozását, azaz különböző mértékű rugalmas deformációt eredményeznek a két tartományban. Ez jól kimutatható diffrakciós vizsgálatokkal, hiszen az eltérő rácsparaméternek köszönhetően a két komponens egymástól elkülönülő diffrakciós csúcsot ad, melyek távolsága arányos a két tartomány közti feszültségkülönbséggel. Emiatt egy ilyen inhomogén mikroszerkezetű anyagról készített diffrakciós spektrumban a diffrakciós csúcsok jellegzetesen aszimmetrikussá válnak, hiszen egy mért diffrakciós csúcs a két komponenstől származó alcsúcsok összege lesz.

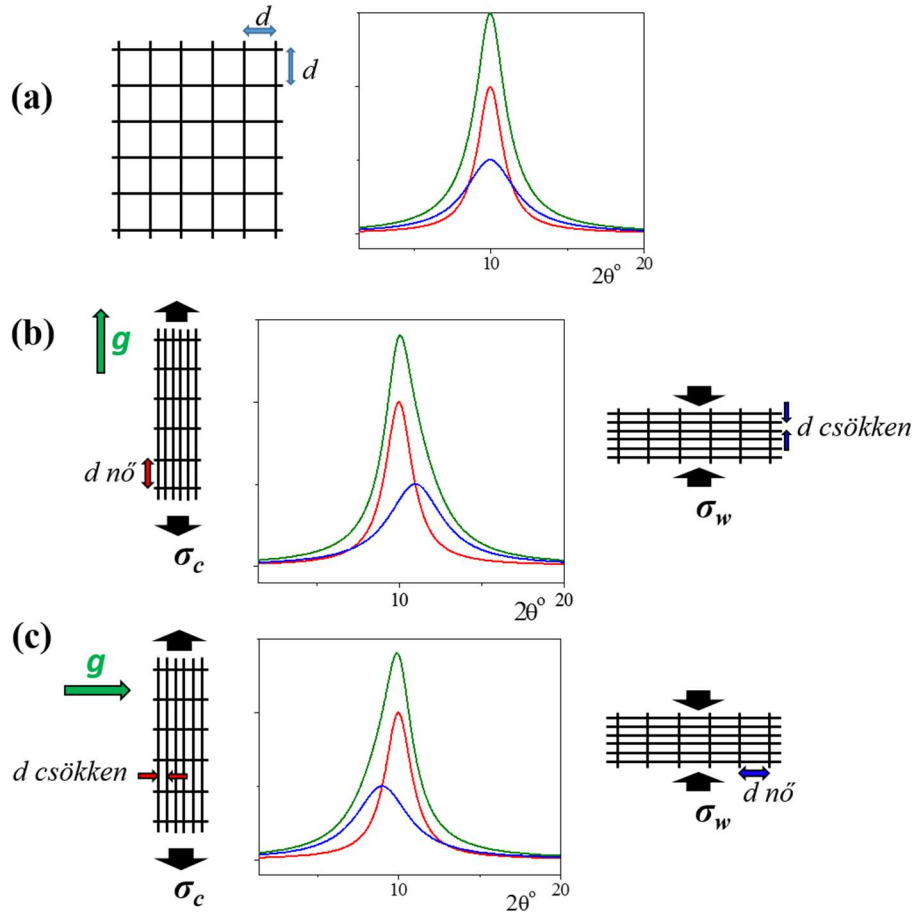


3. ábra. Deformált réz egykristály esetén mért aszimmetrikus diffrakciós csúcs. Az aszimmetrikus profil két szimmetrikus alcsúcsra bontható, melyek a belső feszültségek miatt eltérő rácsparaméterrel rendelkező nagy diszlokációsűrűségű cellafalak és kis diszlokációsűrűségű belső tartományoknak feleltethetők meg. [8]

Ezt a jelenséget már 30 évvel ezelőtt is megfigyelték és vizsgálták a korábban említett cellás szerkezetű réz egykristályok esetén [6-8]. Ungár és Mughrabi megmutatták, hogy a mért aszimmetrikus diffrakciós csúcsok jó közelítéssel két szimmetrikus alcsúcsra bonthatók, melyek a kvázikompozit két komponensének – a cellafalaknak és a cellák belső tartományainak – felelnek meg, továbbá az alcsúcsok alatti területek a két komponens térfogati hányadát adják. Példaként a 3. ábrán látható egy ilyen aszimmetrikus diffrakciós csúcs, mely két egymáshoz képest eltolódott alcsúcsból tevődik össze. Groma [9], valamint Groma és munkatársai [10, 11] általános elméletet dolgoztak ki, amelyben megmutatták, hogy a heterogén diszlokáció szerkezet és ezzel együtt az aszimmetrikus diffrakciós vonalszélesedés egyenes következménye a diszlokáció szerkezetben kialakuló dipól polarizációnak. Ezzel elméleti megalapozást nyert a Mughrabi-féle fenomenologikus kompozit modell.

A kompozit modellel összhangban azt is megmutatták, hogy a mért diffrakciós csúcsok aszimmetriája ellentétes irányú, ha a mintát a külső húzófeszültséggel párhuzamos vagy arra merőleges irányból vizsgáljuk. Ez könnyen megérthető, ha belegondolunk, hogy a kemény és a lágy komponensben ható ellentétes előjelű feszültségek a kristályrács ellentétes irányú rugalmas deformációját okozzák. Így a külső feszültséggel párhuzamos irányból ránézve a kristályrácsra, ha például a kemény komponensben a rácssíkok távolsága a belső feszültség miatt csökken, akkor az ellentétes irányú belső feszültség miatt a lágy komponensben megnő. Ha ugyanígy megnézzük a kristályrácsot a külső feszültségre merőleges irányból, akkor a helyzet megfordul: innen nézve a kemény komponensben láthatjuk a rácssíkok közötti távolság növekedését és a lágy komponensben a rácssíktávolság csökkenését. Mivel a diffrakciós csúcsok helye az adott hkl Miller-indexű rácssíkok távolságától függ, a két komponenshez tartozó alcsúcsok helyei is megváltoznak, és egymáshoz képest ellentétes irányba tolódnak el. Ezt a belső feszültségek által okozott rácstorzulást, valamint az aszimmetrikus diffrakciós csúcsokra gyakorolt hatását szemlélteti a 4. ábra.

A következőkben megmutatom majd, hogy a vizsgált martenzit mért diffrakciós csúcsai is hasonló aszimmetriát mutatnak, melyek szintén a belső feszültségekhez köthetők.

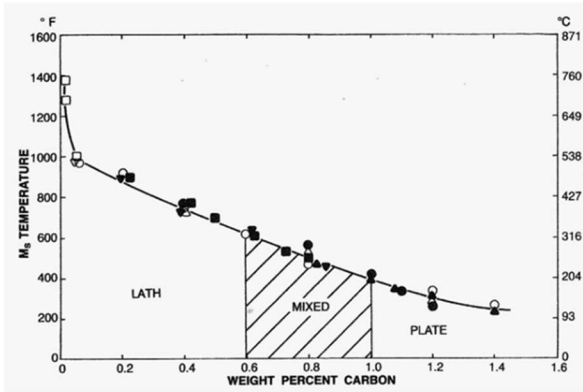


4. ábra. Kompozit típusú mikroszerkezettel rendelkező anyag kristályrácsának torzulása a kemény és lágy tartományokban a belső feszültségek hatására, valamint az általuk eredményezett aszimmetrikus diffrakciós csúcsok szemléltetése. (a) Amennyiben nem lenne feszültségkülönbség a két komponens között, a kemény tartományhoz tartozó (kék) ill. a lágyhoz tartozó (piros) diffrakciós csúcs azonos diffrakciós szöghöz esne. (b) Ha a két komponensben ellentétes előjelű σ_w és σ_c belső feszültségek lépnek fel, akkor a feszültséggel párhuzamos \mathbf{g} diffrakciós vektor mellett a kemény tartományban a d rácsparaméter csökken, míg a lágy tartományban nő. Ennek megfelelően a két diffrakciós csúcs eltolódik egymáshoz képest, és az összegük, a kísérletileg mérhető csúcs aszimmetrikussá válik. (c) Ha az előző esetet a feszültségre merőleges \mathbf{g} diffrakciós vektor mellett nézzük, akkor a kísérletben a lágy komponensben észlelünk lecsökkent rácsparamétert, a keményben pedig megnövekedettét. Így a két diffrakciós csúcs is ellentétes irányba tolódik el, és a mért összegüknél az aszimmetria megfordul.

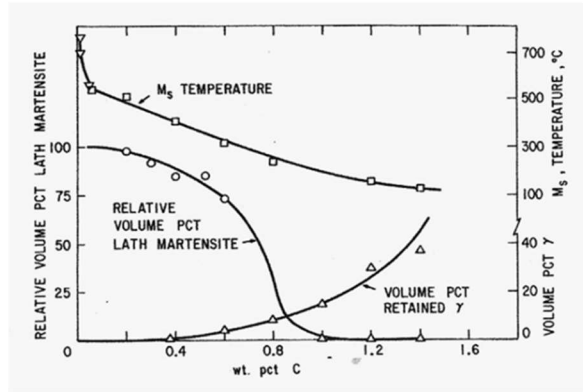
I.2. A martenzites acélok szerkezete és tulajdonságai

A martenzites acélok széleskörűen alkalmazott vas alapú ötvözetek, melyek kitűnő mechanikai tulajdonságokkal rendelkezhetnek. Széntartalmuk tipikusan néhány század és néhány tized százalék között változik, ezen kívül egyéb ötvöző elemeket is tartalmazhatnak kis mennyiségben. Szilárdságukat a lapcentrált köbös (fcc) γ -szerkezetből tércentrált köbös/tetragonális (bcc/bct) α -szerkezetbe történő martenzites átalakulásuk eredményezi, mely gyors hűtés (edzés) hatására valósul meg. A γ ausztenit gyors hűtése során a benne oldott ötvöző atomok a kialakuló új fázisban is oldottak maradnak, mert a martenzit diffúziómentes átalakulással képződik. Az átalakulás a kristályrács deformációjával, az atomok gyors átrendeződésével történik, és hatására az átalakult anyagrészek alakja is megváltozik, térfogata megnő. Az edzés és a fázisátalakulás során a kristályrács deformációi miatt nagy diszlokációsűrűség alakul ki az anyagban, ennek köszönhető a martenzites acél nagy szilárdsága.

A martenzites acélokban a kristályszemcsék alakja és eloszlása, valamint az átalakulás után bennük maradó ausztenit mennyisége is fontos szerepet játszik az anyag mechanikai tulajdonságainak szempontjából. Az acélok esetén jellemzően két fő szerkezeti morfológia alakul ki, melyeket léces (*lath*) és lemezes (*plate*) martenzitnek neveznek. Az, hogy a kettő közül melyik alakul ki, a széntartalom függvénye. Ugyanígy a maradó ausztenit mennyisége, és az adott összetételhez tartozó M_S „martenzit start” hőmérséklet – mely azt a hőmérsékletet jelöli, ami alá hűtve az ausztenitet a martenzites átalakulás megindul – szoros kapcsolatban állnak az acél széntartalmával. Az 5. ábrán a széntartalom függvényében láthatjuk a maradó ausztenit mennyiségét, valamint az M_S hőmérsékletet és azt, hogy mely tartományokban alakul ki léces és melyekben lemezes struktúrájú martenzit. A 6. ábrán optikai mikroszkópos felvételek láthatók, melyeken a kétféle morfológia összehasonlítható.

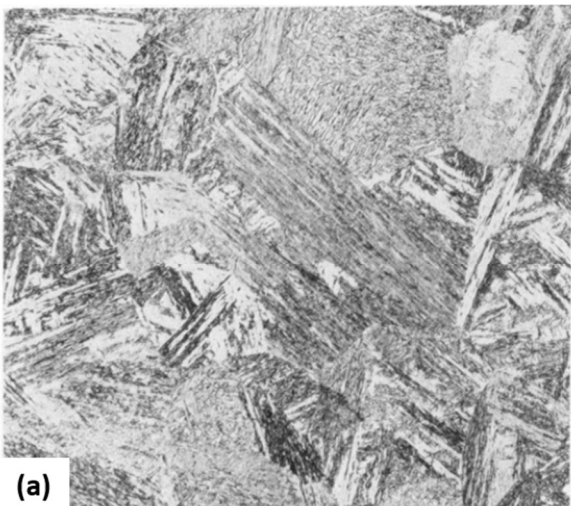


(a)

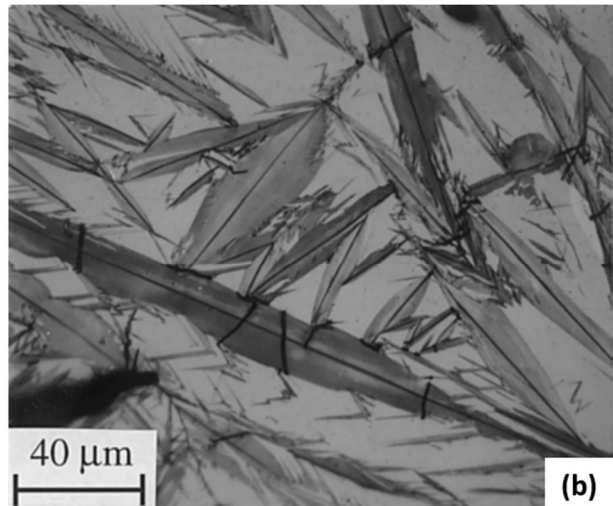


(b)

5. *ábra.* (a) A martenzit start (M_s) hőmérséklet és a kialakuló martenzit morfológiájának függése az acél széntartalmától. Léces martenzit alacsony széntartalomnál, míg lemezes jellemzően nagyobb széntartalom esetén alakul ki, a kettő között pedig van egy tartomány, ahol a két struktúra keveréke jelenik meg a kialakuló martenzitben. [12] (b) A maradó ausztenit ill. a léces martenzit térfogati hányada a széntartalom függvényében. Alacsony széntartalom esetén 100%-ban léces martenzit alakul ki, és nem marad ausztenit a martenzitben. A széntartalom növekedésével a léces martenzit térfogati hányada csökken, valamint egyre több a maradó ausztenit, és megjelenik lemezes martenzit is. [13]



(a)



(b)

6. *ábra.* A léces és a lemezes martenzit morfológiájának összehasonlítása. (a) 0.2 tömeg% szenet tartalmazó vas alapú léces martenzit 205-szörös nagyításban. [14] (b) 1.86 tömeg% szenet tartalmazó vas alapú lemezes martenzit. [15]

Ahogy az 5. ábrán is látható, a martenzit morfológiája elsősorban az alacsony és részben a közepes széntartalmú acélok esetén lesz léces [15]. Nevét onnan kapta, hogy szerkezete olyan hosszúkás krisztallitokból áll, melyek lécekre hasonlítanak. Ezen lécek elrendeződésének köszönhetően a léces martenzit optikai mikroszkópos képei nagyon jellegzetes hierarchikus szerkezetet mutatnak. Az irodalomban szokásos felosztás szerint egy korábbi ausztenit szemcsén (*prior austenite grain*) belül pakettek (*packets*) alakulnak ki, melyek párhuzamos blokkokból (*blocks*) állnak. A blokkokon belül található a lécek, melyek a szerkezet legkisebb építőkövei [16].

Mivel a martenzit szerkezet az ausztenitből egy gyors átrendeződés révén alakul ki, a martenzit orientációja nem lesz független az ausztenit kristálytani orientációjától, hanem jól meghatározott kapcsolat mutatható ki a két kristályszerkezet irányai között. Több vizsgálat eredményeire alapozva elfogadott, hogy a martenzit és kiindulási ausztenit között ún. Kurdjumov-Sachs orientációs kapcsolat áll fenn, vagyis $\{110\}_\alpha \parallel \{111\}_\gamma$ és $\langle 111 \rangle_\alpha \parallel \langle 110 \rangle_\gamma$ [17]. Ez alapján 24 variáció képzelhető el, melyek teljesítik ezt az összefüggést. Ez a 24 lehetséges változat 4 pakettbe csoportosítható, melyek mindegyikébe 6 változat tartozik – ezekben az a közös, hogy kialakulásuk során megegyezik az ausztenitet és a martenzitet elválasztó határfelületet alkotó sík, az ún. *habit plane*. A pakettek tovább oszthatók blokkokra, melyeket nagyszögű szemcsehatárok választanak el egymástól, és melyek még tovább bonthatók szub-blokkokra (*sub-blocks*) és lécekre, melyeket már csak kisszögű szemcsehatárok választanak el [17]. Megmutatták, hogy az egyes lécekben a „habit plane” az $\{110\}_\alpha$ martenzit síkokkal közel párhuzamos, és a lécek hossziránya az $\langle 111 \rangle_\alpha$ irány [18].

A felhasználás szempontjából előnyös, ha egy anyagnak nemcsak a szilárdsága nagy, hanem jól alakítható is, ez a két tulajdonság azonban általában csak egymás rovására javítható, ezért a cél a minél jobb kompromisszum elérése. A martenzites acélok kitűnő mechanikai tulajdonságai abban rejlenek, hogy nagy szilárdságuk ellenére viszonylag jó alakíthatóságot is mutathatnak. Természetesen ezeket a tulajdonságokat mind erősen befolyásolják az adott acél összetételbeli és szerkezeti tulajdonságai, így ez nem feltétlenül igaz minden martenzitre. Ennek megfelelően mindenképpen szükséges olyan kísérleteket végezni, melyekkel feltérképezhető, hogy a szilárdságot és alakíthatóságot befolyásoló tulajdonságok – mint a széntartalom, szerkezeti morfológia, maradó ausztenit mennyisége – mely kombinációja eredményezi a felhasználás szempontjából legkedvezőbb mechanikai tulajdonságokat. A megfelelő anyagtervezéshez azonban nemcsak az szükséges, hogy ismerjük az anyag viselkedését adott körülmények között, de az is nagyon fontos, hogy megértsük a viselkedés háttérében álló folyamatokat, mechanizmusokat.

Léces martenzit esetén is zajlottak már kísérletek, melyek arra irányultak, hogy a képlékeny alakváltozást irányító mikroszkopikus mechanizmusokat feltárják. Ezek közé tartoznak mikropillárokra végzett kísérletek, melyekben akár egyetlen martenzit blokkhoz tartozó feszültség-deformáció görbe is mérhető. Ilyen mikropillár-összenyomások során azt tapasztalták, hogy azok a mikropillárok, melyek egyetlen blokkból állnak, tökéletesen ideális feszültség-deformáció görbét adnak, nem mutatnak alakítási keményedést, folyáshatáruk 1200 MPa, és ez nem függ a mikropillárok méretétől [19]. Azok a mikropillárok azonban, melyek már több blokkot is tartalmaztak, jelentős alakítási keményedést mutattak, mely numerikus szimulációk alapján a blokkok határai által képezett geometriai korlátoknak tulajdonítható [19].

A léces martenzit deformációs viselkedését néhány mikron méretű mintákon végzett szakítóvizsgálatok során is tanulmányozták. Ezekkel a kísérletekkel azt az eredményt kapták, hogy a kritikus csúszatófeszültség azon csúszási rendszerek esetén jóval kisebb (310 MPa-360 MPa), melyeknél a csúszósík és a Burgers-vektor a lécs hosszirányában fekszenek, mint azokban, ahol az aktív Burgers-vektor a lécekből kifelé mutat (500 MPa-560 MPa) [20]. Ez azt mutatja, hogy a folyásfeszültség erősen függ a lécek orientációjától.

Mindezek a kísérleti eredmények arra utalnak, hogy a martenzit deformációja során a feszültség nem egyenletesen oszlik meg a lécek között, hanem eltérő lesz attól függően, hogy az adott pakettben az aktív csúszási rendszerek a lécek síkjába esnek-e. Ha ez valóban így van, akkor ez azt is jelenti, hogy a léces martenzitben deformáció hatására belső feszültségek lépnek fel, melyek – ahogy azt az I.1. fejezetben bemutattam – kiválóan kimutathatók és vizsgálhatók diffrakciós kísérletekkel.

I.3. Előzmények és célkitűzések

A léces martenzit deformációra adott válaszát, különös tekintettel a mikroszerkezet viselkedésére és a belső feszültségekre, munkám közvetlen előzményeként neutrondiffrakciós kísérletekben vizsgálták [21].

Ezekben a neutrondiffrakciós kísérletekben vizsgált martenzit összetétele a következő: Fe-0.22C-0.87Si-1.64Mn-0.024Ti-0.0015B-0.005N (az egyes elemek mennyisége tömegszázalékban van megadva), benne a maradó ausztenit térfogati hányada 3.7% körüli volt. Pásztázó elektronmikroszkópos (SEM) vizsgálatok alapján az átlagos pakettméret 20 μm , míg a blokkméret 4 μm volt. A neutrondiffrakciós kísérletekben a mintát egytengelyű nyújtással deformálták, és in situ, két detektorral rögzítettek diffrakciós képeket a külső

feszültség megszüntetése után. A mérési elrendezés olyan volt, hogy az egyik detektor esetében a diffrakciós vektor párhuzamos a húzófeszültség irányával – ezt nevezzük *"axial"* esetnek, a másik esetben a diffrakciós vektor és a húzás iránya egymásra merőleges – *"side"* eset. Az így felvett diffrakciós spektrumokon CMWP-kiértékeléssel vonalprofil analízist végeztek, mely módszert a II.2. fejezetben mutatom be részletesebben.

A diffrakciós spektrumok azt mutatták, hogy a kiindulási deformálatlan állapotban a diffrakciós csúcsok mérési hibán belül szimmetrikusak voltak. A deformáció után mért vonalprofilok azonban egyértelműen mutatták a I.1. fejezetben tárgyalt belső feszültségek által keltett aszimmetriát, ill. azt a jelenséget is, hogy az axial és side mérések esetén az aszimmetria iránya megfordult. Ez egyértelmű jele a mikroszerkezet heterogenitásának az anyagban, ezért a vonalprofil analízis során az egyes diffrakciós csúcsokat két-két szimmetrikus csúcsra bontották [21].

A kiértékelés eredményeként azt kapták, hogy azokban a pakettekben, melyekben az aktív diszlokációk (melyekre a legkisebb a Schmid-faktor értéke) a lécek síkjában mozognak, a diszlokációsűrűség csökken a deformálatlan állapothoz képest. Ezzel szemben azokban a pakettekben, melyekben az aktív diszlokációk a lécekben keresztirányban mozognak, a diszlokációsűrűség nő. Ezáltal a deformáció után az anyag mikroszerkezete inhomogénné válik, benne keményebb és lágyabb pakettek egyaránt jelen lesznek, melyekben a feszültség is különbözően oszlik meg a deformáció során, valamint a külső feszültség megszüntetése után ellentétes előjelű belső feszültségek maradnak bennük. A kétfajta pakett ezek alapján hasonlóan viselkedik, mint egy kompozit két komponense. Végeredményben tehát [21] alapján a léces martenzit mikroszerkezetének viselkedése egy kompozit modellel írható le, amely magyarázatot adhat a martenzit megfigyelt tulajdonságaira, vagyis a nagy szilárd mellett is megjelenő alakíthatóságra.

Munkám során én is a kompozit típusú mikroszerkezet viselkedését vizsgáltam léces martenzitben. Az általam vizsgált minták összetétele és hőkezelése más volt, mint a korábban vizsgált martenzité, így céлом volt egyrészt megállapítani, hogy a különböző paraméterek ellenére is leírható-e a léces martenzit deformációra adott válasza a kompozit modellel. Ez azért is fontos információ, mert a kutatás egyik lényeges iránya, hogy megtaláljuk azokat az összetételi és kezelési paramétereket, melyekkel a legjobb mechanikai tulajdonságok érhetők el. Fő vizsgálati módszerként neutron- helyett röntgendiffrakciós méréseket végeztem, ami egy lényegesen jobb szögfelbontást biztosító módszer, így pontosabb információkat szolgáltat a mikroszerkezet és a belső feszültségek viselkedéséről. Ez mindenképpen szükséges, hiszen – bár több kísérleti eredmény is utal rá – alapvetően egy új modelltől van

szó, amelynek több kérdése sem tisztázott még. Továbbá a röntgendiffrakciós vizsgálatokat egyéb kísérletekkel (mikroszkópos vizsgálatok, nano- és mikrokeménység mérések) is kiegészítettem, valamint a mikroszerkezet és a mechanikai tulajdonságok közötti kapcsolatot is vizsgáltam. Mindezzel az volt a célom, hogy minél több forrásból származó információval és új eredményekkel járuljak hozzá a léces martenzit deformációs mechanizmusainak, valamint a kompozitszerű viselkedésének megértéséhez, hiszen a kutatás másik fő célja a megfigyelt jelenségek értelmezése és megfelelő modellek felállítása.

II. Kísérleti módszerek

A valódi kristályos anyagok sosem ideálisak, mindig található bennük valamilyen eltérés a tökéletes kristályos rendtől. Ezek a rácshibák hatással vannak az anyag minden olyan szerkezetre érzékeny tulajdonságára, mint a mechanikai és rugalmas tulajdonságok. Ezek a szerkezetben található hibák pontos ismerete nélkül egyáltalán nem érthetők meg. A szilárd anyagokat jellemző fizikai és kémiai tulajdonságok több méretskálát foglalnak magukba. A legkisebb az atomi méretskála, ami az anyagot felépítő kémiai elemek típusát foglalja magába. Ez alapvető fontosságú az anyag kémiai tulajdonságai szempontjából, a skála mérete 10^{-2} nm nagyságrendű. A következő méretskála a kristályszerkezet rácsállandói. Ennek a skálának a jellemző mérete 10^{-1} nm nagyságrendű. Ugyanabból az elemből felépülő, de különböző kristályszerkezetű anyagok alapvetően különböző fizikai tulajdonságokkal rendelkeznek. A kristályszerkezet utáni méretskála a mikroszerkezet, aminek jellemző mérete több nagyságrendet is magába foglal, a nanométeres tartománytól kezdve a milliméteres méreteig. Mikroszerkezet alatt azon struktúrák összességét értjük, amelyek megbontják a kristályos rendet. Ilyen struktúrák például a diszlokációk, szemcsehatárok, rétegződési hibák, vakanciák, intersticiális atomok, diszklínációk, kiválások, üregek, repedések, stb. Egy valós anyag mikroszerkezete rendkívül bonyolult, változatos lehet, így még azonos kémiai összetételű és azonos kristályszerkezetű anyagok is nagyon különböző fizikai tulajdonsággal rendelkezhetnek. Ahhoz, hogy megértsük az anyag mikroszerkezete és mechanikai tulajdonságai közti összefüggéseket, és ezáltal tervezhető fizikai tulajdonságokkal rendelkező anyagokat állíthassunk elő, szükség van olyan kísérleti módszerekre, melyek segítségével meghatározhatjuk az anyag mikroszerkezetét.

Dolgozatomban fő vizsgálati módszerként a röntgendiffrakciós vonalprofil analízist (RVPA) használtam. A RVPA a mikroszerkezet meghatározásának egyik igen hatékony módszere, sok tekintetben hasonló, ugyanakkor számos vonásában különböző információkat szolgáltat, mint a transzmissziós (TEM), vagy a pásztázó elektronmikroszkópia (SEM). Mivel a RVPA az anyag nagyobb térfogatáról ad információt, mint a mikroszkópos technikák, ezért az információk jobb statisztikával jellemzik a mikroszerkezetet. Ugyanakkor a RVPA a mikroszkópos eljárásokkal szemben nem direkt vizsgálati módszer, nem látjuk közvetlenül a mikroszerkezetet, hanem a diffrakciós csúcsok alakjából következtetünk arra. Ezért a legjobb eredményt akkor kapjuk, ha a vonalprofil analízist és a mikroszkópos módszereket, illetve egyéb vizsgálati technikákat, egyaránt alkalmazzuk. Dolgozatomban a RVPA vizsgálatokat

kiegészítettem optikai és pásztázó mikroszkópos vizsgálatokkal, valamint nano- és mikrokeménység mérésekkel, végül ezeket az összefüggő eredményeket interpretáltam és meghatároztam a mechanikai tulajdonságok és a mikroszerkezet közti kapcsolatokat.

Ebben a fejezetben a dolgozatomban használt kísérleti módszereket mutatom be részletesebben, különös tekintettel a RVPA eljárásra. Bemutatom annak legfontosabb jellemzőit, és hogy milyen mikroszerkezeti paramétereket kaphatunk meg az alkalmazásával. Mindezek előtt azonban az általam vizsgált anyagot és a próbatestek készítését mutatom be, hiszen elsőként elő kellett állítani a mintadarabokat, melyeket aztán az előbb említett kísérleti módszerekkel vizsgáltam.

II.1. A próbatestek előállítása és egytengelyű nyújtási deformációja

A munkám során vizsgált minták előállítása úgy történt, hogy a kiindulási acéllemezt, mely a következő ötvözőket tartalmazta: 0.16 m/m% C, 1.48 m/m% Mn, 0.29 m/m% Si (a további ötvöző elemek mennyisége 0.01 m/m%-nál kevesebb), először 30 percig 1100 °C hőmérsékleten hőkezeltük, így ausztenitesítve az anyagot. A hőkezelt acéllemezt ezután vízbe dobva edzettük, ami által a martenzites átalakulás végbemegy. Az így nyert martenzitlemezből ún. kutyacsont alakú próbatesteket vágunk ki.

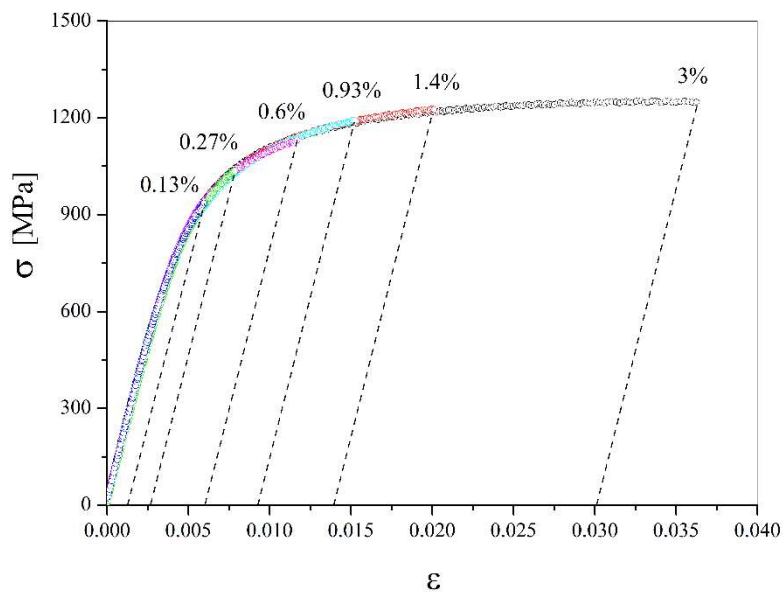
A kutyacsont alakra azért volt szükség, mert a mintákat egytengelyű nyújtással deformáltuk, melyhez a szokásosan használt minta olyan, hogy a befogó pofák közé kerülő két vége jóval szélesebb, mint a deformálni kívánt terület, ezzel biztosítva, hogy a deformáció a megfelelő területen menjen végbe. A nyújtást MTS (*Materials Testing System*) 810 típusú berendezéssel végeztük, úgy, hogy a keresztfej mozgása állandó 1 mm/min sebességű volt. A berendezés rögzíti a deformációhoz szükséges F erőt, a minta adott két pontja közötti l távolságot pedig extenzométer segítségével mértük a nyújtás során. Ezen adatokból a feszültség-deformáció görbe felvehető, ugyanis a σ valódi feszültség (*true stress*) és az ε valódi deformáció (*true strain*) a következőképpen adható meg:

$$\sigma = \frac{F}{A_0} \left(1 + \frac{l - l_0}{l_0} \right), \quad (1)$$

$$\varepsilon = \ln \left(1 + \frac{l - l_0}{l_0} \right), \quad (2)$$

ahol A_0 és l_0 rendre a minta deformálódó részének kezdeti keresztmetszete és kezdeti hossza.

Összesen hat darab mintát nyújtottunk meg, melyek deformációit úgy választottuk ki, hogy a homogén deformáció teljes tartományát lefedjük, közvetlenül a képlékeny deformáció kezdetétől egészen a nyakasodásig. Mivel az anyag $\varepsilon = 3.4\%$ -os plasztikus deformációnál eltört, az előállított próbatestek képlékeny deformációja $\varepsilon = 0.13\%$ és $\varepsilon = 3\%$ között volt. Az egyes minták esetén mért valódi feszültség-valódi deformáció görbék a 7. ábrán láthatók, melyen a deformációkat is feltüntettem minden próbatest esetén. A későbbiekben az ezen deformációkhoz alkalmazott feszültségértékeket σ_a -val fogom jelölni.



7. *ábra.* Az egytengelyű nyújtással előállított próbatestekhez tartozó valódi feszültség-valódi deformáció görbék. A szaggatott vonalaknál feltüntetett számok az egyes minták képlékeny deformációit mutatják.

A szakítóvizsgálatok által a vizsgált léces martenzit Young-modulusa és a deformálatlan állapothoz tartozó folyáshatára is meghatározható. A deformáció rugalmas szakaszára illesztett egyenes meredeksége alapján a Young-modulus $E = (197 \pm 6)$ GPa, ami jól egyezik az irodalmi adatokkal, hiszen különböző acélok esetén a Young-modulus értéke 180 GPa és 210 GPa között változik [22].

II.2. Röntgendiffrakciós vonalprofil analízis (RVPA)

II.2.1. A vonalprofil analízis elméleti alapjai

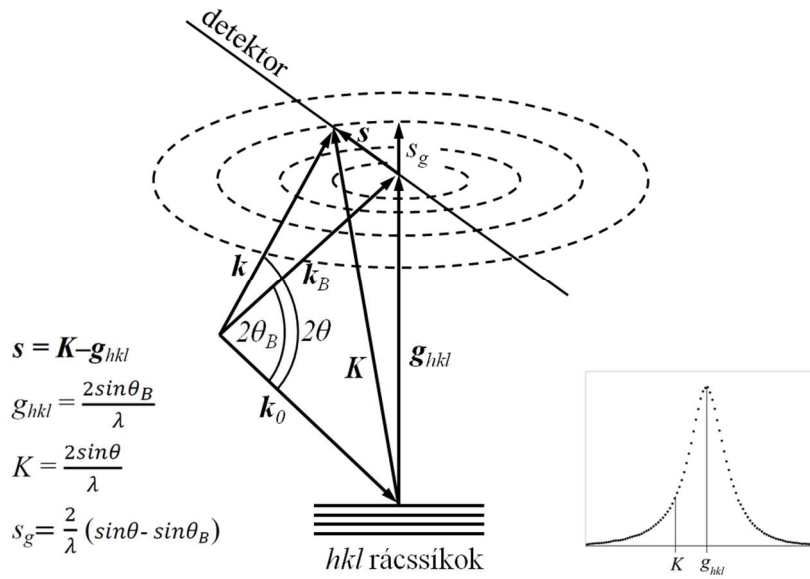
Az anyagra eső röntgensugárzás egy része az anyaggal való kölcsönhatás következtében szóródik, iránya megváltozik. A szórt hullámok a tér különböző irányokban fáziskülönbséggel találkoznak és interferencia következik be, azaz bizonyos irányokban erősítik, míg más irányokban gyengítik egymást. A rugalmasan szóródott fotonok sok ilyen forráson való együttes interferencia képét nevezzük diffrakciónak vagy elhajlási képnek. Egy végtelen nagy és hibamentes kristályrács esetén csak a Bragg-törvény által meghatározott irányokban kapnánk végtelen nagy és végtelen keskeny, Dirac-delta disztribúcióval leírható intenzitáscsúcsot, a többi irányban pedig teljes kioltást tapasztalnánk. A véges szemcseméret és a különböző kristályhibák miatt azonban kiszélesedett, a hibákra jellemző alakú és szélességű diffrakciós csúcsokat mérünk. Ha a kristályhibákra vett fizikai modellekből kiszámoljuk az általuk okozott elméleti vonalprofilokat és azokat összevetjük a mért profilokkal, akkor a mikroszerkezetet leíró paramétereket közvetett módon meghatározhatjuk.

A kinematikus szórás elmélete alapján igazolható, hogy egy diffrakciós profil a különböző rácshibák jelenlétéből származó profilfüggvények konvolúciója [23]:

$$I = I^S * I^D * I^{PF} * I^{Instr} + BG, \quad (3)$$

ahol I^S a mérethatás, I^D a diszlokációk járuléka, I^{PF} a síkhibák hatása, I^{Instr} a berendezés által okozott instrumentális effektus vonalprofil alakja, és BG a diffúz szórásból és a berendezés okozta hatásból származó háttér. A * művelet a konvolúciót jelöli.

A mért röntgendiffrakciós spektrum általában az intenzitások értékeit a 2θ szórási szög függvényében adja meg. Azért, hogy az így felvett elhajlási képet összehasonlíthassuk a reciproktérbeli elméleti intenzitáseloszlással, a 2θ értékeket át kell váltanunk reciproktérbeli koordinátákra a $K=2\sin(\theta)/\lambda$ összefüggés alapján. A kristály és a reciprokrács közti matematikai kapcsolatot Fourier-transzformációval lehet kifejezni. A kristályrács Fourier-transzformálásával a reciprokrácsot kapjuk, ami tulajdonképpen maga a diffrakciós kép. Ideális esetben a reciprokrács pontjai is pontszerűek lennének, a rácshibák miatt azonban ezek kiterjedt, háromdimenziós diffrakciós ellipszoiddá válnak. A rácshibák okozta rácstorzulás és a diffrakciós csúcsok szélesedése közti kapcsolat szintén Fourier-transzformációval adható meg.



8. ábra. A reciproktérben kiszélesedett diffrakciós csúcs szemléltetése sematikusán. g_{hkl} a reciprokrács-vektor, mely az egzakt Bragg-helyzetet adja meg, ha azonban a kristályráciban rácshibák találhatók, akkor a diffrakciós csúcs kiszélesedik. A szaggatott vonallal jelölt ellipszisek a kiszélesedett csúcs egyenlő nagyságú intenzitásait jelölik.

A 8. ábrán sematikusán láthatjuk a reciprokrács-vektor jelöléseket és a reciproktérben kiszélesedett csúcst. A hkl kristálysíkokra merőleges g_{hkl} reciprokrács-vektor adja meg a diffrakciós csúcs Bragg-helyzetét, rácshibák nélkül csakis ebben a matematikai pontban kapnánk intenzitást. A rácshibák miatt ez a pont kiszélesedik, az intenzitáseloszlás az ábrán definiált s vektor függvényeként adható meg. A szaggatott vonallal jelölt ellipszisek az egyenlő nagyságú intenzitásokat jelölik. Az atomi távolságok megváltozásával az s vektor g_{hkl} reciprokrács-vektorral párhuzamos s_g komponense van közvetlen kapcsolatban, ezért az intenzitást is ezen vektor s_g nagyságának függvényében kell kifejeznünk. Így a hkl síktól származó intenzitás:

$$I_{(s_g)}^{hkl} = I_{(s_g)}^S * I_{(s_g)}^D * I_{(s_g)}^{PF} * I_{(s_g)}^{Instr}. \quad (4)$$

A teljes intenzitáshoz összegezni kell az összes hkl Miller-indexű diffrakciós csúcs járulékát, így egy adott K reciproktér pontban az elméleti intenzitás értéke:

$$I_{(K)} = \sum_{hkl} (I_{\max}^{hkl}/I_{(0)}^{hkl}) \cdot I_{(S_g)}^{hkl} + BG, \quad (5)$$

ahol I_{\max}^{hkl} a csúcs intenzitásmaximuma.

A konvolúciónál egyszerűbb és a numerikus számítások gyorsasága miatt is célszerűbb áttérnünk a Fourier-térbe, ahol az egyes rácshiba hatások járulékaik egyszerűen összeszorzódnak. Ekkor az intenzitásprofilok Fourier-transzformáltjaira igaz lesz, hogy

$$A_{(L)}^{hkl} = A_{(L)}^S \cdot A_{(L)}^D \cdot A_{(L)}^{PF} \cdot A_{(L)}^{Instr}, \quad (6)$$

ahol L a Fourier változó. Ha ezeket a Fourier-együtthatókat ismerjük, akkor egyszerű inverz Fourier-transzformálással visszakapjuk a hkl síkaktól származó intenzitást:

$$I_{(S_g)}^{hkl} = \int_{-\infty}^{+\infty} A_{(L)}^{hkl} e^{i2\pi \cdot L \cdot S_g} dL. \quad (7)$$

A különböző rácshibák $A_{(L)}$ Fourier-együtthatói a rácshibákra tett fizikai modellekből meghatározhatók. A dolgozatomban vizsgált anyag esetén a síkhibáknak nincs szerepük a deformációban, így mivel azok nem járulnak hozzá a vonalszélesedéshez, a profilfüggvényüket itt nem ismertetem. Az instrumentális hatást úgy lehet figyelembe venni, hogy egy standard, hibamentes anyagon diffrakciós mérést végzünk és annak diffrakciós csúcsait Fourier-transzformálva kapjuk az $A_{(L)}^{Instr}$ Fourier-együtthatókat.

A mérethatás Fourier-együtthatóit úgy kapjuk meg, hogy a kristályszemcséket gondolatban a \mathbf{g}_{hkl} vektorral párhuzamos oszlopokra osztjuk. A szemcsékre gömb alakot, a méreteloszlásukra pedig lognormális eloszlást tételezünk föl, melyek jól jellemzik a koherens szórótartományt [24]. Ezzel a modellel a mérethatás Fourier-transzformáltja a következő lesz [24]:

$$\begin{aligned} A_{(L,m,\xi)}^S &= \frac{1}{2} \operatorname{erfc} \left[\frac{\ln(|L|/m)}{\sqrt{2}\xi} - 1.5\sqrt{2}\xi \right] - \\ &- \frac{3}{4m e^{2.5\xi^2}} |L| \operatorname{erfc} \left[\frac{\ln(|L|/m)}{\sqrt{2}\xi} - \sqrt{2}\xi \right] + \\ &+ \frac{1}{4m e^{4.5\xi^2}} |L|^3 \operatorname{erfc} \left[\frac{\ln(|L|/m)}{\sqrt{2}\xi} \right], \end{aligned} \quad (8)$$

ahol erfc a komplementer hibafüggvényt jelöli, melynek definíciója:

$$\operatorname{erfc}(x) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_x^{\infty} e^{-t^2} dt. \quad (9)$$

A mérethatás profilfüggvénye két mikroszerkezeti paramétert, az eloszlás m mediáját és ζ szórását szolgáltatja számunkra. Általában nem az m és ζ megadásával, hanem az azokból származtatott különböző átlagértékekkel jellemezzük a szemcseméretet. Ilyen például a szemcseátmérők számtani közepe ($\langle x \rangle_{\text{arithm}}$), felülettel ($\langle x \rangle_{\text{area}}$) vagy térfogattal ($\langle x \rangle_{\text{vol}}$) súlyozott átlaga:

$$\begin{aligned} \langle x \rangle_{\text{arithm}} &= m \exp(0.5 \zeta^2), \\ \langle x \rangle_{\text{area}} &= m \exp(2.5 \zeta^2), \\ \langle x \rangle_{\text{vol}} &= m \exp(3.5 \zeta^2). \end{aligned} \quad (10)$$

A diszlokációk profilfüggvényének Fourier-együtthatóját a rácsdeformációk hatásának felírásán keresztül kaphatjuk meg [23]:

$$A_{(L)}^D = e^{-2\pi^2 L^2 g^2 \langle \varepsilon_{g,L}^2 \rangle}, \quad (11)$$

ahol $\langle \varepsilon_{g,L}^2 \rangle$ a diffrakciós vektor irányával megegyező irányú deformáció négyzetének átlaga, g pedig a \mathbf{g}_{hkl} diffrakciós vektor abszolút értéke. A Wilkens-féle diszlokációs modell alapján belátható, hogy diszlokációk okozta rácsdeformáció esetén a deformáció négyzetének átlaga a következő összefüggéssel közelíthető [25]:

$$\langle \varepsilon_{g,L}^2 \rangle \cong \frac{b^2}{4\pi} \rho C f(\eta), \quad (12)$$

ahol b a Burgers-vektor hossza, ρ a diszlokációk átlagos sűrűsége, C a diszlokáció kontraszt faktor, $f(\eta)$ pedig a Wilkens-függvényt jelöli [25]:

$$\begin{aligned}
f(\eta) = & -\ln \eta + \frac{7}{4} - \ln 2 + \frac{512}{90\pi\eta} + \frac{2}{\pi} \left(1 - \frac{1}{4\eta^2}\right) \int_0^\eta \frac{\text{asin} V}{V} dV - \\
& - \frac{1}{\pi} \left(\frac{769}{180} \frac{1}{\eta} + \frac{41}{90} \eta + \frac{2}{90} \eta^3 \right) \sqrt{1 - \eta^2} - \\
& - \frac{1}{\pi} \left(\frac{11}{12} \frac{1}{\eta^2} + \frac{7}{2} + \frac{1}{3} \eta^2 \right) \text{asin} \eta + \frac{1}{6} \eta^2, & \eta < 1 \\
f(\eta) = & \frac{512}{90\pi\eta} - \left(\frac{11}{24} + \frac{1}{4} \ln 2 \eta \right) \frac{1}{\eta^2}, & \eta \geq 1 \quad (13)
\end{aligned}$$

Ebben a függvényben $\eta = \left(\frac{1}{2}e^{1.75}\right) \frac{L}{R_e}$, ahol R_e a diszlokációk ún. effektív külső levágási sugara. Az R_e távolság azt adja meg, hogy a diszlokációk magjától számítva milyen gyorsan cseng le azok deformációs tere. Ez a távolság a diszlokációk elrendeződésétől függ, hiszen ha például diszlokáció dipólok alakulnak ki, akkor egymás árnyékoló hatása miatt a levágási távolság kisebb lesz, mint abban az esetben, amikor a diszlokációk nem rendeződnek dipólokba. A Wilkens-féle diszlokációs modell jelentősége abban áll, hogy véletlen diszlokációeloszlás helyett figyelembe veszi a diszlokációk elrendeződését is. Egy teljesen random diszlokációeloszlású rendszerrel több probléma is lenne, mind a rendszer sajátenergiája, mind a profil Fourier-transzformáltja logaritmikusan divergál a kristály méretével. Ezt kísérletileg soha nem figyelték meg, ezért kijelenthető, hogy nem létezik teljesen véletlen diszlokáció elrendeződés. A Wilkens-féle modell tehát két paraméterrel, az átlagos diszlokációsűrűséggel és az effektív külső levágási sugárral jellemzi a diszlokációk rendszerét és így a diszlokációk profilfüggvényét is. A diszlokációk dipól-jellegének jellemzésére R_e mennyiség helyett gyakran az ún. diszlokáció elrendeződési paramétert használjuk:

$$M = R_e \sqrt{\rho}, \quad (14)$$

amely egy dimenziótlan mennyiség. Az M paraméter értéke annál nagyobb, minél kevésbé jellemző a dipólokba rendeződött diszlokáció konfiguráció, azaz minél kisebb a leárnyékoló hatás [25].

A (12) egyenletben szereplő C kontraszt faktor azt fejezi ki, hogy a diffrakciós csúcs diszlokációk okozta kiszélesedése függ a diffrakciós vektor, a diszlokáció vonalvektora és a Burgers-vektor egymáshoz viszonyított irányától is. Ez egy diffrakciós spektrumban úgy nyilvánul meg, hogy az egyes csúcsok félértékszélessége ($FWHM$) növekvő 2θ -val nem-monoton viselkedést mutat. Ezt a jelenséget már az 1960-as évek óta ismerik és deformációs

anizotrópia néven vonult be a szakirodalomba. A deformációs anizotrópia jelensége azt jelenti, hogy egy bizonyos diszlokációszerkezet hatása eltérő a különböző hkl indexű csúcsokra [26-28]. A kontraszt faktorok elméleti értékeit a különböző diszlokáció típusok, illetve a csúszási rendszerek figyelembe vétele alapján tudjuk numerikus módszerekkel meghatározni. Textúramentes polikristályos anyag esetén, vagy ha minden lehetséges csúszási rendszer aktiválódott a deformáció során, a különböző irányú diszlokációk hatása kiátlagolódik, így C helyére az ún. átlagos kontrasztfaktor kerül. Köbös rácsszerkezet esetén az átlagos kontrasztfaktor a következő [26-28]:

$$\bar{C}_{hkl} = \bar{C}_{h00}(1 - qH^2), \quad (15)$$

ahol \bar{C}_{h00} az átlagos diszlokáció kontraszt faktor a $h00$ reflexiókra, q egy paraméter, amely az anyagban lévő diszlokációk él vagy csavar típusától és az anyag rugalmas állandóitól függ, H^2 pedig a hkl Miller-indexekből számolható:

$$H^2 = \frac{h^2k^2 + h^2l^2 + k^2l^2}{(h^2 + k^2 + l^2)^2}. \quad (16)$$

Ha a kristály rugalmas állandói és a diszlokáció csúszási rendszerek ismertek, akkor a \bar{C}_{h00} faktor kiszámítható [26-28]. Az átlagos kontraszt faktorok alkalmazásával a q paraméter egy olyan változó lesz, amellyel a diszlokációk él-csavar jellege adható meg.

A (11) összefüggést felhasználva a diszlokációk hatására kialakuló vonalszélesedés profilfüggvényének Fourier-transzformáltja tehát a következő alakban írható:

$$A_{(L;q,\rho,M)}^D = e^{-\frac{\pi b^2}{2}g^2\bar{c}\rho L^2 f(\eta)}. \quad (17)$$

II.2.2. A CMWP-eljárás

A vonalprofil analízisnek számos módszere ismert. A legegyszerűbbek, mint a Williamson-Hall eljárás [29], csupán a diffrakciós csúcsok szélességeiből szolgáltatnak kvalitatív információkat a mikroszerkezetről. A teljes vonalprofil illesztésen alapuló módszerek ennél sokkal részletesebb és pontosabb információkat nyújtanak a mikroszerkezetről, hiszen míg előbbieik csak a vonalprofil egyetlen paraméterét, a

félértékszélességet veszik figyelembe, addig a teljes profil illesztés az elnevezésnek megfelelően az intenzitásprofil teljes függvényalakjával dolgozik. Ezek közé a módszerek közé tartozik az ELTE Anyagfizikai Tanszékén kifejlesztett Konvolúciós Teljes Profil Illesztés is, melynek angol elnevezése Convolutional Multiple Whole Profile fitting – CMWP [24].

A CMWP-eljárás az (5)-(17) egyenletek alapján számítja ki az elméleti intenzitás értékét egy adott K reciproktérbeli (vagy 2θ) pontban. Ebben a modellben a függvény paraméterei a mérhető m és ξ , valamint a diszlokációk ρ , q és M paraméterei lesznek, melyeket jelöljünk közösen egy \mathbf{a} vektorral:

$$\mathbf{a} = (m, \xi, q, \rho, M). \quad (18)$$

Egy adott diffrakciós mérés esetén a feladat az, hogy megtaláljuk azt az \mathbf{a} vektort, amihez tartozó elméleti vonalprofil függvény a legjobban leírja a mért profilokat. Matematikailag ezt úgy fogalmazhatjuk meg, hogy keressük azt az \mathbf{a} vektort, amely a

$$WSSR_{(\mathbf{a})} = \sum_{i=1}^{N_{\text{data}}} (I_{(K)}^{\text{mért}} - I_{(K;\mathbf{a})}^{\text{elméleti}})^2 \quad (19)$$

mennyiséget minimummá teszi. Ezt a minimalizáló problémát iterációs eljárással valósíthatjuk meg, azaz minden iterációnál keresünk egy olyan $d\mathbf{a}$ mennyiséget, mellyel

$$WSSR_{(\mathbf{a}+d\mathbf{a})} < WSSR_{(\mathbf{a})}. \quad (20)$$

A CMWP-szoftverben kétféle ilyen minimalizáló algoritmus közül választhatunk, az egyik az ún. Marquardt-Levenberg (ML) algoritmus, a másik pedig egy új típusú heurisztikus Monte-Carlo (MC) algoritmus [30], melyek specifikációit itt nem részletezem. A ML algoritmus általában elegendő a probléma megoldására, azonban vannak olyan esetek, amikor a WSSR-nek lokális minimuma van a paraméterek függvényében, vagy a globális minimum nagyon lapos. Ilyen esetekben a ML eljárás nem elég hatékony és nem találja meg a globális minimumot. Az újfajta MC módszer ezzel szemben mindig megtalálja a WSSR-t minimummá tévő legjobb mikroszerkezeti paramétereket, ezáltal a CMWP-eljárás jóval hatékonyabbá és megbízhatóbbá vált az utóbbi időben. Kiértékeléseim során a MC algoritmust használó CMWP-módszert alkalmaztam.

II.2.3. Röntgendiffrakciós kísérletek

Az egytengelyű nyújtással deformált léces martenzit mintákból a röntgendiffrakciós mérésekhez elsőként gyémánttárcsás vágó segítségével kisebb darabokat vágtam ki a deformált tartomány közepéről. Ezeket a mintadarabokat, valamint egy deformálatlan kiindulási mintát ezután 1 percen át 1 mA áramerősséggel elektropolíroztam, hogy eltávolítsam a minta előkészítése, vágása során megsérült felületi rétegeket. Az ehhez használt elektrolit összetétele 10% perklórsav, 20% glicerin, 70% etanol volt (térfogatszázalékban).

A vonalprofil analízis céljából végzett röntgendiffrakciós kísérletek előtt Philips X'Pert típusú θ - 2θ diffraktométerrel végeztem méréseket, melyek alapján a vizsgálni kívánt léces martenzit pontos rácsparaméterét határoztam meg, mivel ezt a CMWP-kiértékeléshez ismerni kell. Ennél az eszköznél a mérés során a minta és a detektor is forog, mégpedig úgy, hogy mialatt a detektort 2θ szöggel forgatjuk el, addig a mintát θ -val, így a mérés során a mintára eső és a mintáról a detektor irányába szórt nyalábnak a minta felületével bezárt szöge mindvégig egyenlő marad. Mivel az egyes reflexiók Bragg-szögét nagyon jó pontossággal mérjük, a Bragg-egyenlet alapján a hkl kristálysíkok d_{hkl} távolságát is megkaphatjuk. Köbös kristály esetén a kristálysíkok távolsága alapján a rácsparaméter a következőképpen határozható meg:

$$a = d_{hkl} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}. \quad (21)$$

Ez a számolás ugyan bármely reflexióra igaz, de az egyes mért diffrakciós csúcsok alapján így meghatározott rácsparaméter értékek egy kissé eltérnek egymástól, mivel a mérés során szögtől függő szisztematikus hibák lépnek fel. Emiatt a rácsparamétert a különböző hkl reflexiókból (21) szerint számolt a_{hkl} értékekből a Nelson-Riley-formulával határozzuk meg [31]:

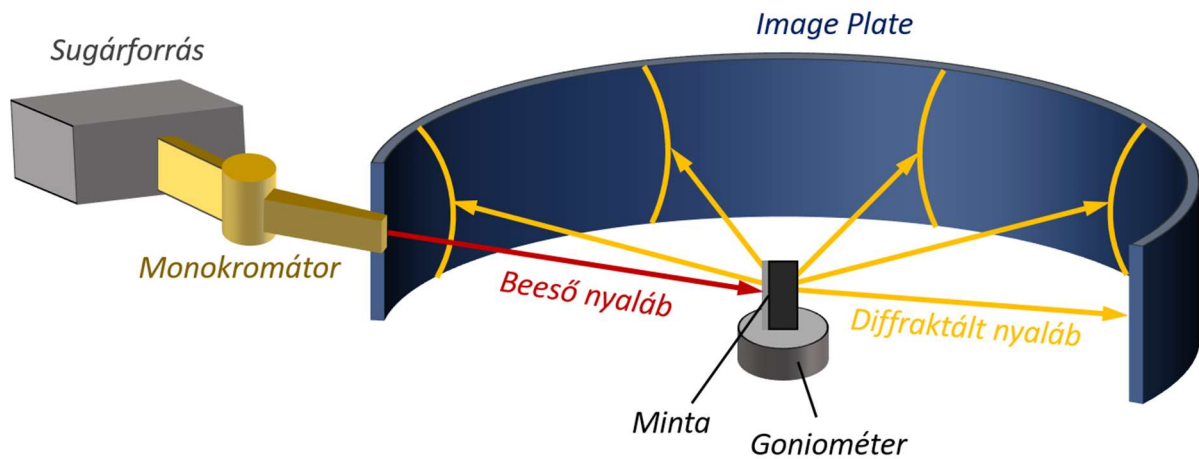
$$a_{hkl} = a - D \cos(\theta) \left(\operatorname{ctg}(\theta) + \frac{\cos(\theta)}{\theta} \right), \quad (22)$$

ahol D egy hibaparamétereket tartalmazó konstans. A (22) egyenletnek megfelelően tehát a kapott a_{hkl} értékeket $\cos(\theta) \left(\operatorname{ctg}(\theta) + \frac{\cos(\theta)}{\theta} \right)$ függvényében ábrázolva egy egyenest kapunk, melynek tengelymetszete adja az a rácsparamétert. A vizsgált léces martenzit esetén eszerint $a = (0.2869 \pm 0.001)$ nm értéket kaptam.

A vonalprofil analízishez egy speciálisan erre a célra tervezett diffraktométer segítségével végeztem röntgendiffrakciós kísérleteket, melyben az anód anyaga kobalt, és a

röntgenszó 30 kV×35 mA teljesítményen működik. A berendezés által előállított nyaláb keskeny, párhuzamos és monokromatikus, aminek köszönhetően az instrumentális effektus kicsi a fizikai vonalszélesedéshez viszonyítva. A monokromátor egy Ge egykristály 220 síkja segítségével a beeső nyalábból csak egy bizonyos hullámhosszú sugarat enged át, ami ebben az esetben a $\text{CoK}\alpha$ átmenetnek megfelelő hullámhossz. A nyaláb a monokromátor házat elhagyva egy vízszintes és egy függőleges résen halad át, mielőtt a mintára esik, melyek közül az első kiszűri a $\text{CoK}\alpha_2$ vonalat, így innen már csak a $\lambda=0.1789$ nm hullámhosszú $\text{CoK}\alpha_1$ jut tovább. A második rés ezután tovább szűkíti és párhuzamosítja a mintára eső nyalábot, melynek keresztmetszete így 0.2×2 mm² a minta felületén. Maga a minta a mintatartó goniométerrel mozgatható, rajta a röntgennyaláb beesési helye egy kamera segítségével pozícionálható.

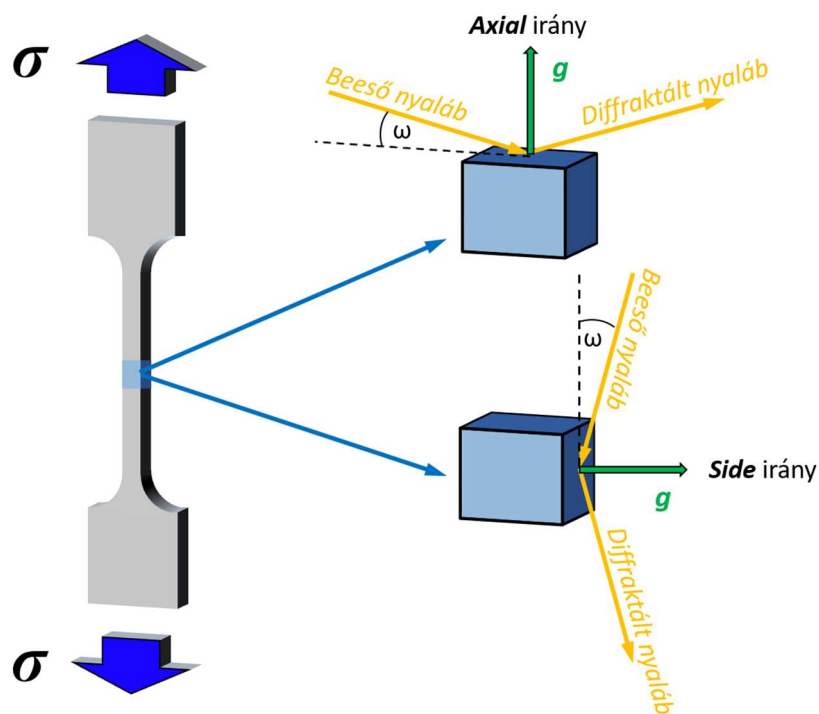
A szórt sugárzást kétdimenziós, ún. Imaging Plate (IP) detektorokkal detektáltuk a mintától 193 mm távolságban, mellyel nagy szögfelbontás érhető el. A teljes szögtartomány, melyben a diffraktált sugárzást detektáltuk, ezzel a beállítással $2\theta = 30^\circ\text{-}170^\circ$. A mérési elrendezés sematikus bemutatása a 9. ábrán látható.



9. ábra. A röntgendiffrakciós mérési elrendezés sematikus vázlat. A sugárforrásból kilépő nyaláb a monokromátorba jut, ahonnan a kiválasztott hullámhosszú sugárzás tovább halad, és megfelelő párhuzamosítás és szűkítés után a mintára esik. A minta goniométerrel pozícionálható, a szórt sugárzást pedig Image Plate-ekkel detektáljuk.

Az IP-k által detektált intenzitásokat egy speciális szkennerek segítségével kiolvassuk, majd az erre a célra fejlesztett Multipeaks nevű szoftver használatával integráljuk állandó 2θ szögeknek megfelelő görbék mentén. Ennek eredményeképp megkapjuk a detektált intenzitást a 2θ diffrakciós szög függvényében, ami nem más, mint a diffrakciós spektrum, melyet a CMWP programmal kiértékelhetünk.

A röntgendiffrakciós vizsgálatok során minden mintán több mérést végeztem: mértem a nyújtás során alkalmazott külső feszültségre merőleges, ill. arra párhuzamos felületeken – ezeket a továbbiakban rendre axial és side esetnek fogom nevezni, valamint mindkét esetben két különböző nyalábbeesési szöggel, $\omega=40^\circ$ -kal és $\omega=80^\circ$ -kal. A mérések geometriája a 10. ábrán látható sematikususan.



10. ábra. A minták geometriájának bemutatása. Az egytengelyű nyújtással deformált próbatestekből kivágott mintákat két különböző irányból mértem, az ω nyalábbeesési szöget minden mérésnél úgy választva meg, hogy a \mathbf{g} diffrakciós vektor valamely hkl reflexió esetén axial esetben párhuzamos ill. side esetben merőleges legyen a nyújtáskor alkalmazott külső feszültség irányára.

A két különböző nyalábbeesési szögre azért volt szükség, mert eltérő beesési szöggel más hkl diffrakciós csúcsokra teljesül, hogy a g_{hkl} diffrakciós vektor merőleges lesz a mért felületre. A léces martenzitnél $\omega=40^\circ$ esetén a 200 reflexióra, míg $\omega=80^\circ$ esetén a 310-ra teljesül ez a feltétel, így ezekre a csúcsokra igaz lesz, hogy a diffrakciós vektor a külső feszültség irányával párhuzamos vagy arra merőleges, ami a belső feszültségek kiértékelésénél fontos.

A bemutatott mérési elrendezéssel a léces martenzit öt diffrakciós csúcsa volt mérhető. Egy adott deformációjú minta adott felületéhez (axial vagy side) tartozó teljes diffrakciós spektrumokat, melyeket azután a CMWP-vel kiértékeltem, a különböző beesési szögekkel mért spektrumokból raktam össze. Az első három diffrakciós csúcsot, azaz az 110, 200 és 211 reflexiókat az $\omega=40^\circ$ -os mérésből, míg a 220 és 310 csúcsokat az $\omega=80^\circ$ beesési szöggel készült mérésből vettem.

II.3. Nano- és mikrokeménység mérések

Munkám során a röntgendiffrakciós kísérleteket egyéb vizsgálati módszerekkel is kiegészítettem. Ezek közé tartoznak a nano- és mikrokeménység mérések.

Mikrokeménység méréseket egy Zwick/Roell-ZH μ -Indentec típusú készülékkel végeztem mind a deformálatlan kiindulási állapotnak megfelelő mintán, mind a nyújtási deformációt szenvedett mintákon. A keménységmérés úgy történik, hogy a berendezés egy meghatározott nagyságú benyomó erővel egy kemény, jól definiált geometriájú tűt – esetünkben tetragonális piramis alakú ún. Vickers-tűt – nyom a mintába a minta felületére merőlegesen. A terhelés megszüntetése és a tű kihúzása után a minta felszínén egy nyom marad, melynek mérete jellemzi az anyag keménységét, hiszen minél keményebb az anyag, annál kevésbé nyomódik bele a tű adott erő mellett. Ennek megfelelően a keménység a terhelőerő (F) és a keletkezett lenyomat felületének (A) hányadosaként definiálható. A benyomás után a tű által hagyott nyom d átmérőjét a berendezésbe beépített mikroszkóp segítségével olvashatjuk le, melyből Vickers-benyomófej esetén a keménységet jellemző HV szám a következőképpen kapható:

$$HV = \frac{F}{A} = \frac{F \cdot 2 \sin \frac{139.95^\circ}{2}}{d^2} = 1.8544 \frac{F}{d^2}. \quad (23)$$

A leolvasás pontossága érdekében az ideális, ha minél nagyobb nyomokat kapunk (azaz minél nagyobb benyomóerőt alkalmazunk), azonban azt is figyelembe kell venni, hogy a vizsgált léces martenzit szerkezete inhomogén. Mivel ebben az esetben nem a makroszkopikus folyáshatár meghatározása a cél, hanem lokális keménységeket szeretnénk megkapni, ezért ebből a szempontból célszerű minél kisebb tartományt vizsgálni, hogy minél homogénebb területről kapjunk információt. Ezért kis benyomóerőt választottam, aminél azonban a leolvasást még megfelelő pontossággal el tudtam végezni. Ennek megfelelően a mikrokeménység méréseket 0.981 N nagyságú benyomóerővel végeztem, ami mellett a nyomok mérete 19-23 μm volt. Minden próbatesten 20-30 pontban végeztem benyomást, az egyes mérési pontok közti távolság 100 μm volt.

A nanoindentációs vizsgálatokat egy UMIS típusú készülékkel végeztük, mely számítógépes vezérléssel szintén egy Vickers-benyomófejet nyom a mintába, miközben az erőt a vezérlő szoftverben megadott sebességgel változtatja, és a benyomás során folyamatosan rögzíti a pillanatnyi erőt és a hozzá tartozó benyomódási mélységet (vagyis dinamikus keménységmérést végez). A minta keménysége a maximális benyomódási mélység alapján, megfelelő korrekciókkal kapható. A léces martenzit vizsgálatához 50 mN maximális benyomóerőt használtunk, és mintánként két darab 400 pontból álló (20×20) mátrixban végeztük az indentációt, melyben a nyomméret 3-4 μm , a szomszédos pontok közti távolság 20 μm volt. Ezt a vizsgálatot a deformálatlan kiindulási állapotban, valamint a legnagyobb nyújtási deformációt szenvedett mintán végeztük el.

II.4. Mikroszkópos vizsgálatok

A röntgendiffrakciós, valamint a nano- és mikrokeménység méréseken kívül mikroszkópos vizsgálatokat végeztem a martenzit mintákon. A léces martenzitet elsőként optikai mikroszkóppal vizsgáltam meg, amivel az volt a célom, hogy a vizsgált szerkezetet szemmel látható módon bemutassam. A röntgendiffrakciós mérésekhez való előkészítés során is alkalmazott elektropolírozás által láthatóvá válik a felületi morfológia, melyen megfigyelhető a korábban bemutatott jellegzetes martenzit struktúra. A martenzit szerkezet mikroszkópos megtekintése már csak azért is hasznos, hogy még a további vizsgálatok előtt megbizonyosodjunk róla, hogy valóban a feltételezett léces struktúra alakult ki a minta előállításánál.

Az optikai mikroszkóp után pásztázó elektronmikroszkópos felvételeket is készítettünk két kiválasztott mintáról – a kiindulási és a legnagyobb deformációt elszenvedett

állapotról – az ELTE TTK FEI Quanta 3D típusú elektronmikroszkópjával. A pásztázó elektronmikroszkópban a mikroszkópi kép eltérő módon alakul ki, mint egy hagyományos optikai mikroszkópban. Ebben az esetben látható fény helyett elektronok segítségével alkotunk képet, úgy, hogy a kép készítése során a minta felületét egy fókuszált elektronnyaláb pásztázza. Az elektronnyalábbal való különböző kölcsönhatások eredményeképpen a minta felületének közelében különböző termékek keletkezhetnek. Ilyen termékek lehetnek a felület elektronjaiból származó szekunder elektronok, a nyaláb elektronjai közül nagyszögben szóródó visszaszórt elektronok, illetve a mintából kiváltott röntgen fotonok. Ezeket a termékeket detektorok gyűjtik össze, és segítségével a képernyőn mikroszkópi kép hozható létre. Esetünkben a szekunder elektronokat detektáltuk, melyek energiája néhány eV.

Az elektronmikroszkópos képeket azért készítettük, hogy a morfológia jobb felbontással és nagyobb nagyítással láthatóvá váljék, így vizsgálhassuk a léces martenzit hierarchikus struktúráját. Az elektronmikroszkópos képek alapján a szerkezet kvantitatív módon is jellemezhető, hiszen ezzel a vizsgálattal meghatározhatók a szerkezet különböző elemeinek átlagos méretei (az előzetes ausztenit szemcse mérete, pakett- és blokkméretek), ami kiegészíti az egyéb módszerekkel kapott mikroszerkezeti és mechanikai tulajdonságokról kapott információkat.

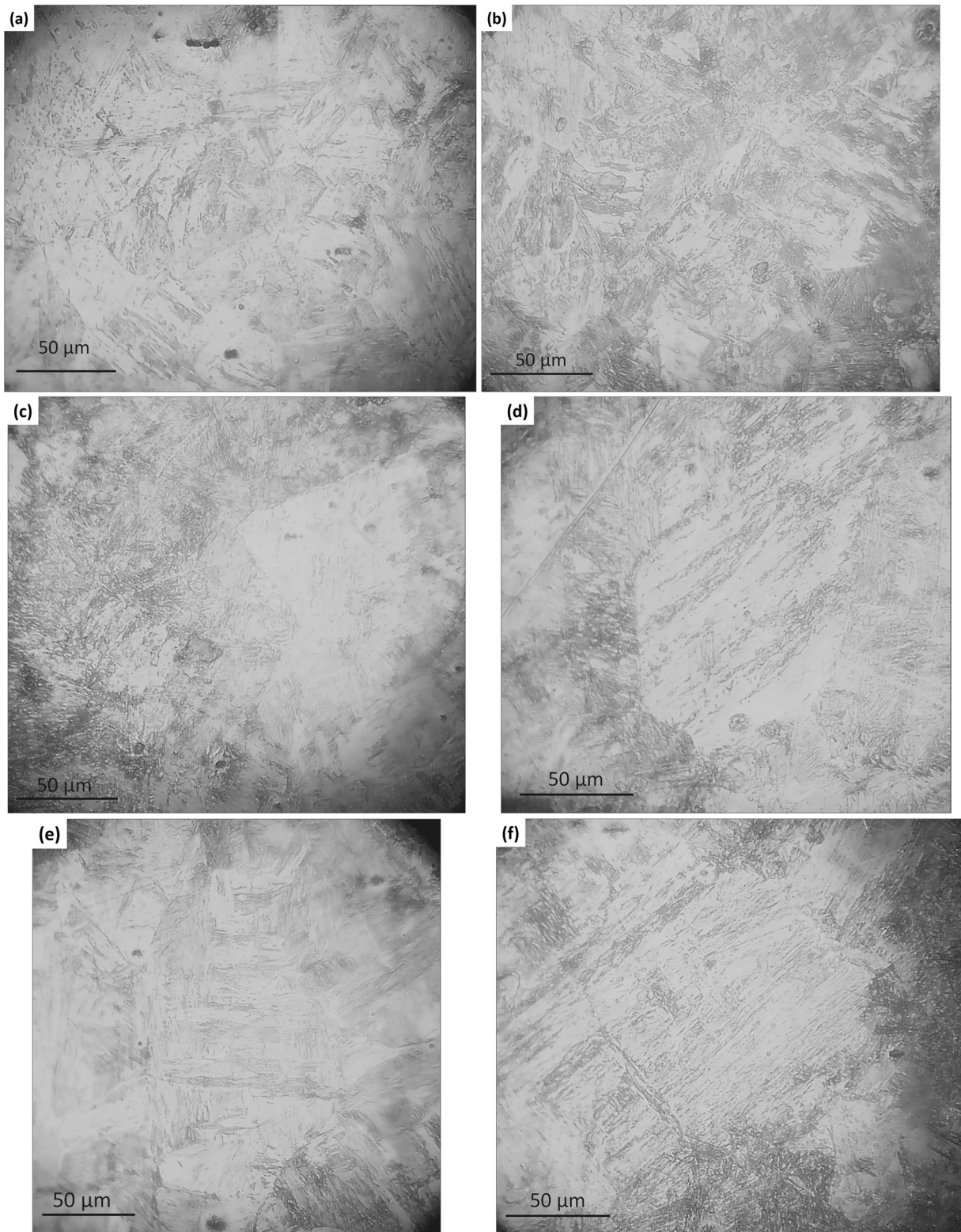
III. Saját eredmények és értelmezésük

Az előzőekben a diplomamunkám témájával összefüggő irodalom áttekintése után ismerttettem a munkám során használt vizsgálati módszereket és kísérleteket. Ebben a fejezetben a kapott eredményeket mutatom be, valamint együttesen értelmezem a különböző módszerek által nyújtott információkat.

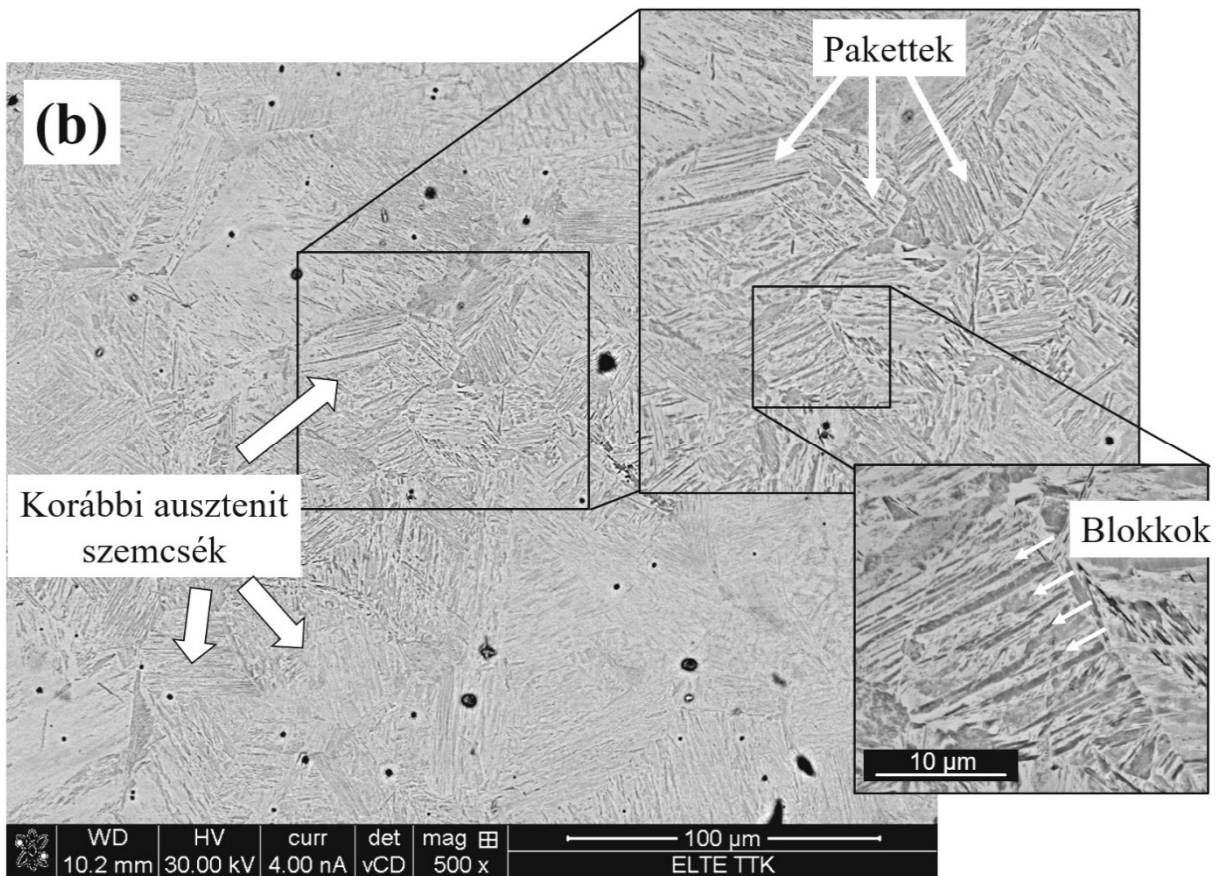
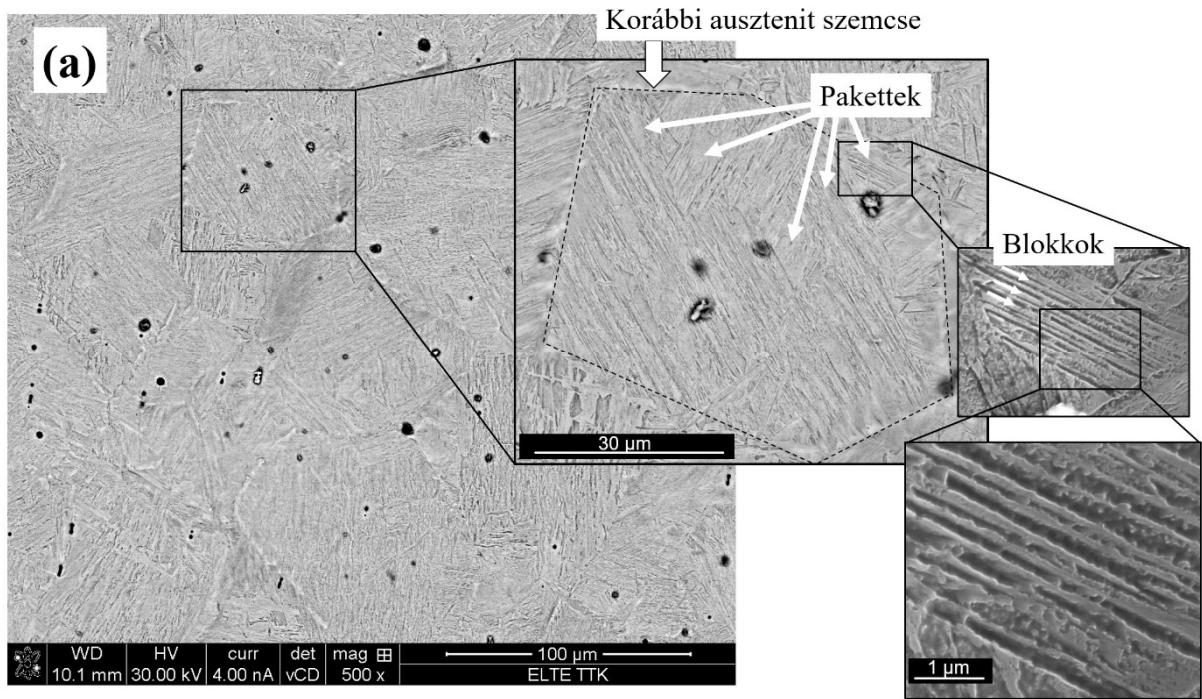
III.1. A szerkezet jellemzése mikroszkópos vizsgálatok alapján

Elsőként a vizsgált léces martenzit szerkezetét mutatom be a készített elektron- és optikai mikroszkópos képek alapján. Néhány, különböző mintákról készült optikai mikroszkópos felvétel a 11. ábrán látható. A léces martenzit jellegzetes struktúrája már ezeken a képeken is kitűnően megmutatkozik, az optikai mikroszkópos képek nagyon hasonlítanak a 6. ábrára, melyen a léces martenzit morfológiáját szemléltettem. Egymástól jól elkülöníthető területek láthatók, melyeken belül azonos irányú mintázat figyelhető meg. Ezeken a képeken nem kivehető megfelelő pontossággal a pakettek határa, vagy a blokkok, de az egyértelműen látható, hogy a felület mintázata a léces martenzit morfológiájának felel meg.

A jobb felbontás és a szerkezet jobb jellemzése érdekében pásztázó elektronmikroszkópos (SEM) felvételeket is készítettünk a deformálatlan állapotban, és a 3% plasztikus deformációjú mintán. Az elektronmikroszkópos képek közül néhányat a 12. ábrán mutatok be. A SEM képek analízise mindkét vizsgált minta esetén azt mutatta, hogy a kiindulási ausztenit szemcséinek mérete 50 μm és 80 μm között volt. Egy ilyen ausztenit szemcsén belül a martenzites átalakulás során több pakett képződött, melyek mérete 7 μm és 30 μm között változik. Mivel egy paketten belül a blokkok és a lécek hossziránya azonos irányú, nehéz megállapítani a képek alapján, hogy a pakettekben látható hosszúkás struktúrák, melyeket az elektrolit különböző mértékben mart ki, melyiknek felelnek meg. A legnagyobb ilyen elemek szélessége 1-3 μm körüli, ami a blokkok mérettartományába esik. Ugyanakkor megfigyelhetők mindössze 70-110 nm széles lapok is, melyek valószínűleg inkább a lécek lehetnek.



11. ábra. A léces martenzit szerkezetéről készült optikai mikroszkópos képek (a), (b) a deformálatlan állapotban, valamint (c) az $\varepsilon = 0.13\%$, (d) az $\varepsilon = 0.6\%$, (e) az $\varepsilon = 0.93\%$ és (f) az $\varepsilon = 3\%$ deformációjú minták felületén.



12. ábra. A léces martenzit szerkezetéről készült tipikus elektronmikroszkópos képek, melyeken jól láthatók a korábbi ausztenit szemcsék határai, valamint a pakettek és a blokkok.

III.2. A röntgendiffrakciós mérések eredményei

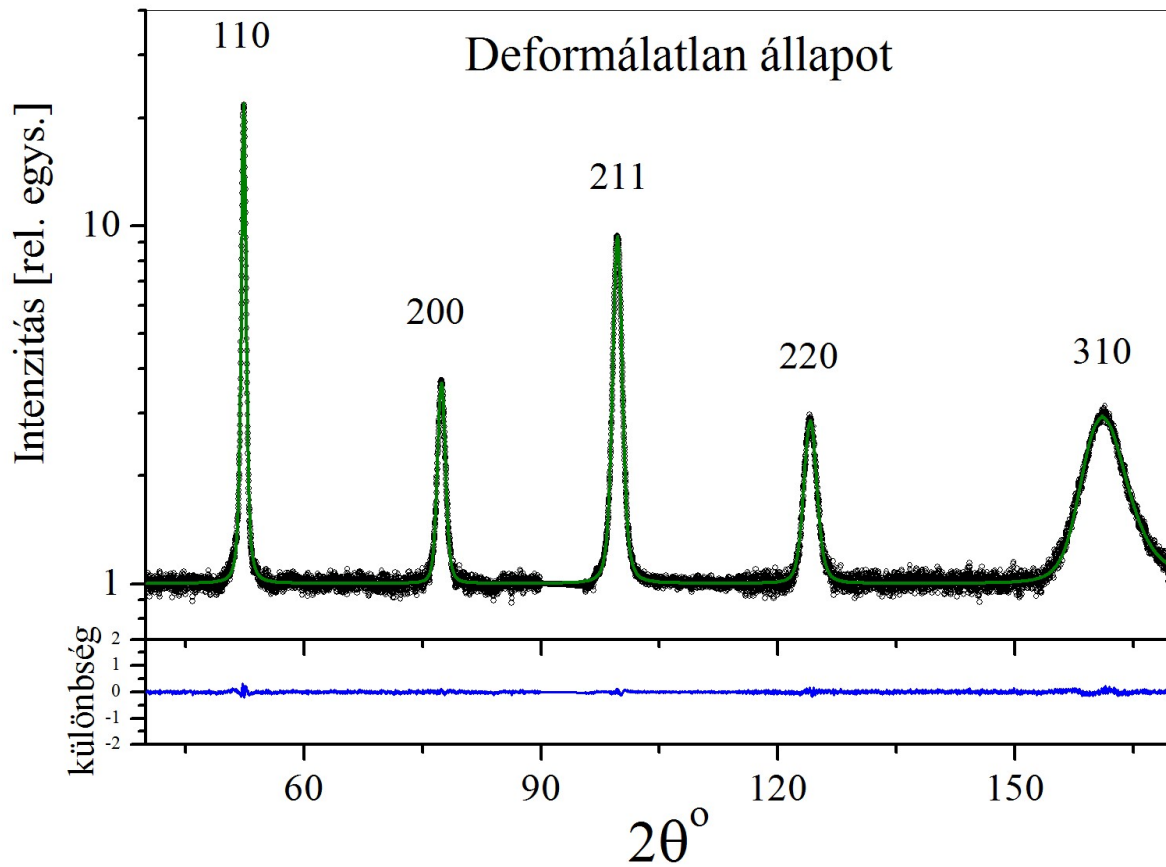
A röntgendiffrakciós kísérleteket a II.2.3. fejezetben bemutatott módon végeztem, majd a mért diffrakciós spektrumokat a CMWP-módszerrel kiértékelve meghatároztam a mikroszerkezeti paramétereket. A most következő fejezetekben bemutatom a diffrakciós mérések alapján kapott eredményeket, mind a spektrumok kvalitatív jellemzésén, mind a mikroszerkezeti paraméterek számszerű eredményein keresztül.

III.2.1. Kvalitatív eredmények a diffrakciós spektrumok alapján

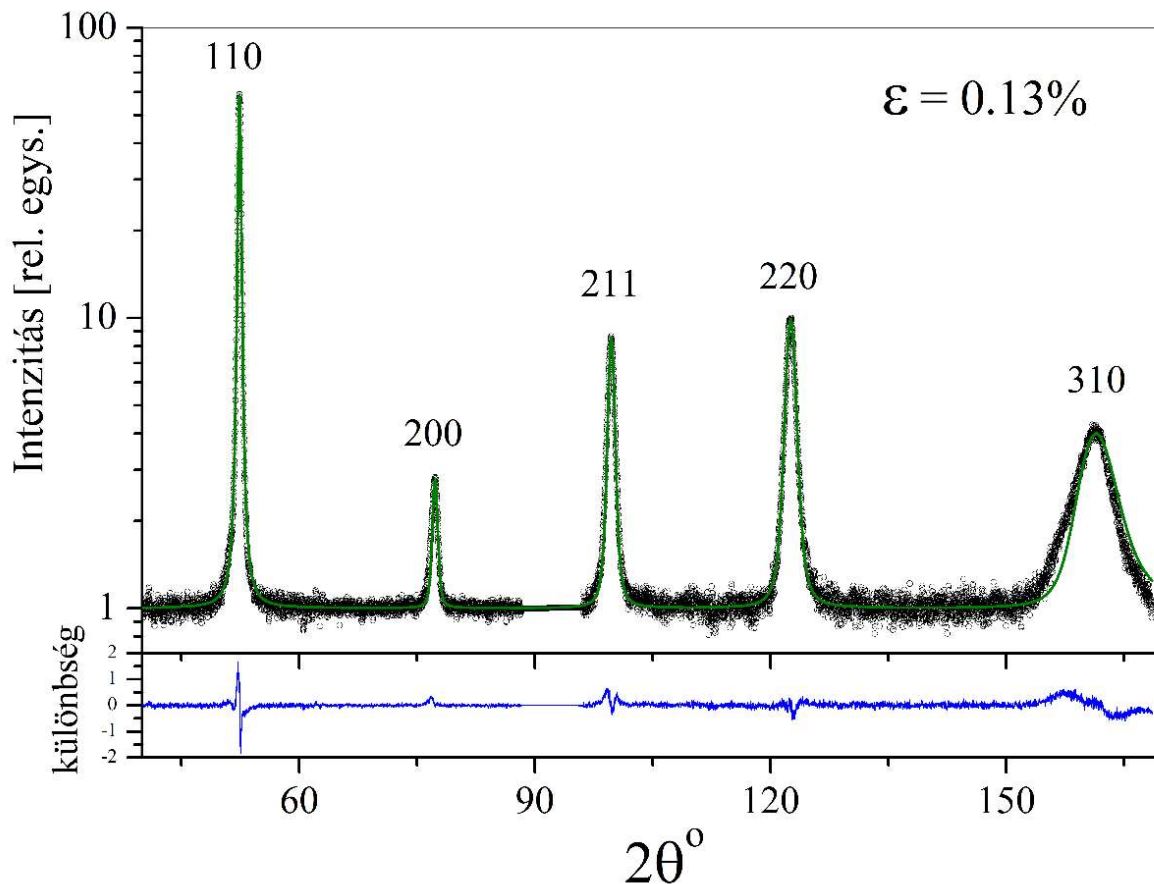
A mért röntgendiffrakciós spektrumok alapján már azelőtt is fontos következtetéseket vonhatunk le, hogy a CMWP-kiértékelés kvantitatív eredményeit tekintenénk. Mindenekelőtt a diffrakciós képek megmutatják, hogy esetünkben a martenzitben maradó ausztenit mennyisége elhanyagolható. Ez megfelel az ilyen kis széntartalmú acéloknál tapasztalt viselkedésnek, hiszen ilyenkor, ahogy az az 5. ábrán is szerepelt, az anyag közel 100%-ban léces martenzitté alakul. A mechanikai tulajdonságok szempontjából általában előnyös, ha valamennyi ausztenit is jelen van a martenzites fázis mellett, ugyanis az ausztenit egy jóval lágyabb, kevésbé rideg fázis, és ezáltal az anyag alakíthatóságát javítja. Valószínűleg ez lehet az oka annak, hogy az általam vizsgált martenzit kevésbé alakítható, hiszen ahogy a szakítóvizsgálatoknál láttuk, 3.4%-os plasztikus deformáció után eltört. Esetünkben, a kutatás szempontjából azonban az ausztenit hiánya határozottan előnyt jelent, ugyanis így tisztán a martenzit deformációs mechanizmusait tudjuk vizsgálni, anélkül, hogy az ausztenit hatása is szerepet játszana a megfigyelt viselkedésben.

A mért diffrakciós spektrumokra a CMWP szoftverrel elméleti függvényeket illesztve megfigyelhető, hogy a deformálatlan állapotban mért diffrakciós csúcsok nem mutatnak aszimmetriát, hiszen rájuk egyetlen szimmetrikus profilt illesztve nagyon jó egyezést kapunk a mért adatokkal. Ezt szemlélteti a 13. ábra. Ugyanakkor a deformált állapotokban mért spektrumok esetén ugyanezt az illesztést elvégezve már szemmel is látható, hogy a CMWP-vel számolt profilok nem jól illeszkednek a mért adatokra. Ezt az esetet a 14. ábrán mutatom be példaként a 0.13%-os deformációjú mintán mért spektrumra, melyen a mért és az illesztett profilok különbségét is ábrázoltam. A rossz illeszkedés oka, hogy a mért profilok jellegzetesen aszimmetrikusak, ami egyértelműen mutatja, hogy az anyag mikroszerkezete heterogénné válik, és ez a jelenség a deformáció hatására jön létre, hiszen a kiindulási állapotban nem látunk aszimmetriát. Az ábrán a hat vizsgált minta közül a legkisebb

képlékeny deformációt elszenvedett minta diffrakciós spektrumát mutatom be annak szemléltetésére, hogy az aszimmetria már a képlékeny deformáció legelején megjelenik.



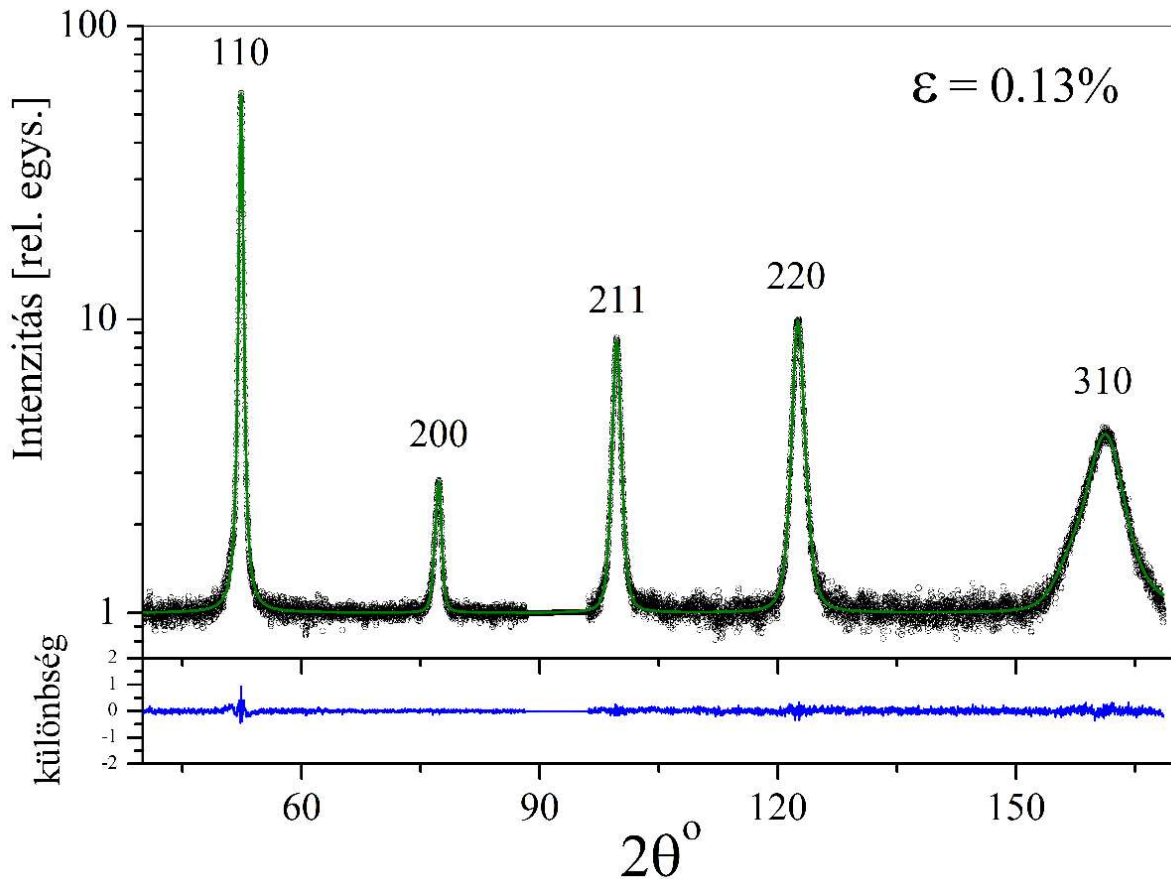
13. ábra. A deformálatlan mintához tartozó diffrakciós spektrum. A fekete körök a mért adatpontokat jelölik, míg a zöld vonal a CMWP-illesztés eredményeként kapott, legjobban illeszkedő számolt spektrumnak felel meg. A diffrakciós kép alatt kék vonallal a mért és az illesztett intenzitásértékek különbsége látható. A csúcsok láthatósága érdekében a diffrakciós spektrumot logaritmusos skálán ábrázoltam, a különbség azonban lineáris skálával szerepel. Ebben az esetben minden mért diffrakciós csúcsra egyetlen szimmetrikus vonalprofilt illesztettem.



14. ábra. Az $\varepsilon = 0.13\%$ képlékeny deformációjú mintához tartozó diffrakciós spektrum. A fekete körök a mért adatpontokat jelölik, míg a zöld vonal a CMWP-illesztés eredményeként kapott, legjobban illeszkedő számolt spektrumnak felel meg. A diffrakciós kép alatt kék vonallal a mért és az illesztett intenzitásértékek különbsége látható. A csúcsok láthatósága érdekében a diffrakciós spektrumot logaritmusos skálán ábrázoltam, a különbség azonban lineáris skálával szerepel. Ebben az esetben minden mért diffrakciós csúcsra egyetlen szimmetrikus vonalprofilt illesztettem.

Mivel egy szimmetrikus vonalprofillal nem írhatók le megfelelően a léces martenzit deformált állapotokban mért aszimmetrikus diffrakciós profilok, ezek leírása két szimmetrikus profil összegét használtam. Az I.3. fejezetben bemutattam, hogy a deformált léces martenzit egy kompozit modellel jellemezhető, melyben a mikroszerkezetet közelítőleg két komponensre bontjuk: az egyik komponens azoknak a paketteknek feleltethető meg, melyekben az aktív Burgers-vektor a lécek hosszirányába mutat, a másik komponens pedig azoknak, melyekben az aktív Burgers-vektor a lécekből kifelé mutat. A két komponenszt a továbbiakban rendre lágy orientációjú és kemény orientációjú komponensnek fogom nevezni,

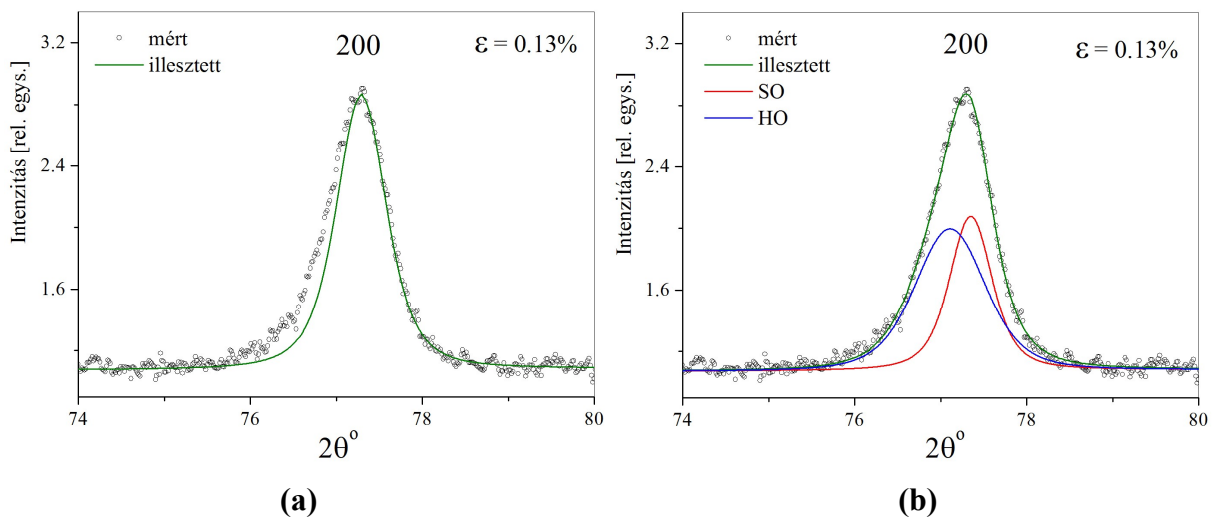
és az angol soft orientation ill. hard orientation elnevezésekből kiindulva az SO és HO jelöléseket fogom rájuk használni.



15. ábra. Az $\varepsilon = 0.13\%$ képlékeny deformációjú mintához tartozó diffrakciós spektrum. A fekete körök a mért adatpontokat jelölik, míg a zöld vonal a CMWP-illesztés eredményeként kapott, legjobban illeszkedő számolt spektrumnak felel meg. A diffrakciós kép alatt kék vonallal a mért és az illesztett intenzitásértékek különbsége látható. A csúcsok láthatósága érdekében a diffrakciós spektrumot logaritmikus skálán ábrázoltam, a különbség azonban lineáris skálával szerepel. Ebben az esetben minden mért diffrakciós csúcsra két, egymáshoz képest kissé eltolt szimmetrikus vonalprofilt illesztettem.

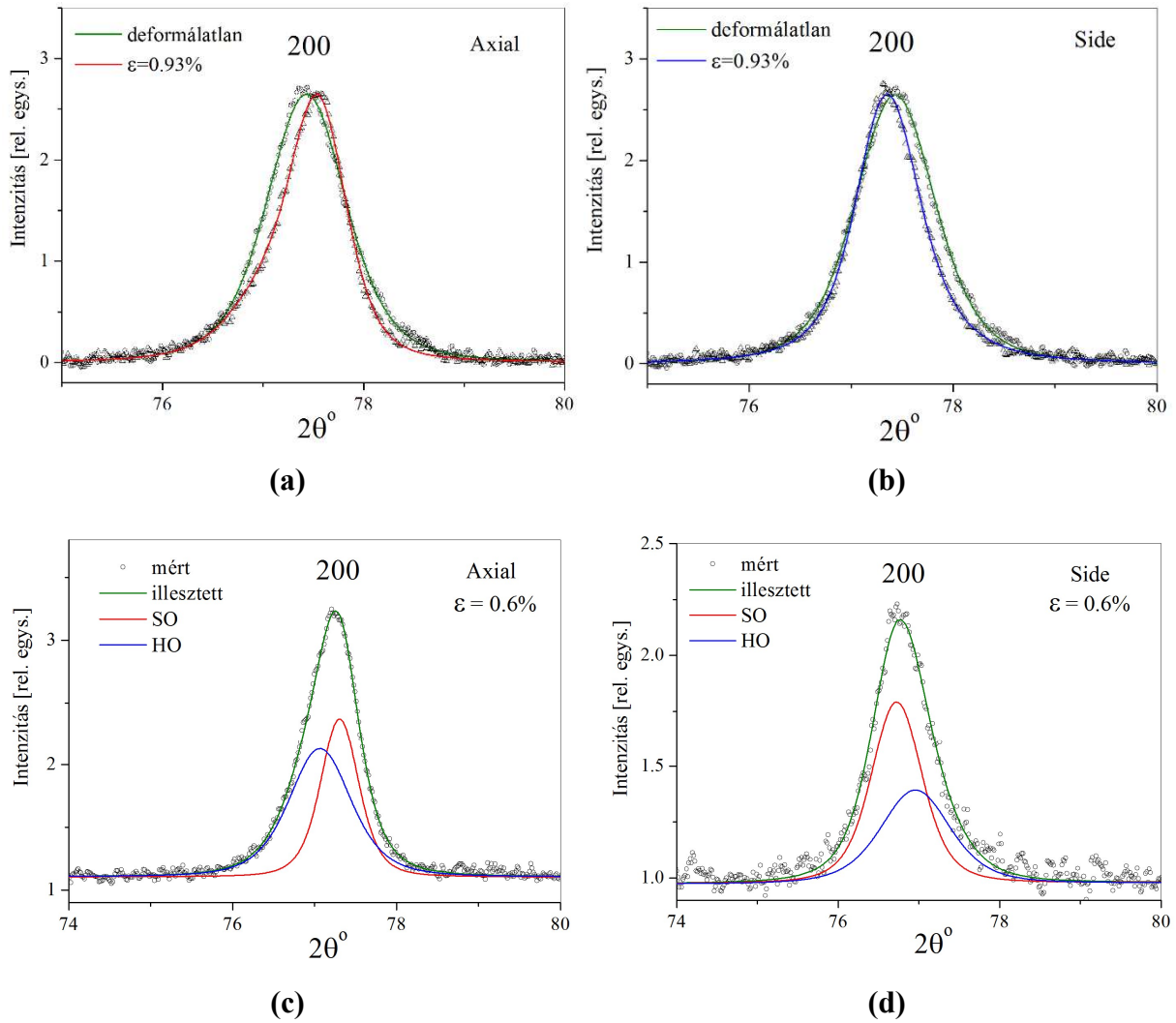
A mért aszimmetrikus diffrakciós csúcsok két szimmetrikus profillal való közelítését a CMWP-illesztés során úgy valósítottam meg, hogy két külön fázisként definiáltam a két komponensnek megfelelő profilokat. Ekkor minden fázishoz tartozik egy (4) egyenlettel megadott intenzitásprofil, és a CMWP program az egyes fázisok összegét illeszti a mért adatokra. Ez tehát azt jelenti, hogy minden diffrakciós csúcs esetén két alcsúcsot definiálok,

melyek az SO és HO komponenseknek felelnek meg, és ezek összege adja a mért diffrakciós profilt. A 15. ábrán a két komponenssel végzett illesztés eredményét ábrázoltam a 0.13%-os képlékeny deformációjú minta esetén, melyen jól megfigyelhető, hogy mennyivel jobb az illeszkedés, mint a 14. ábrán szemléltetett egyetlen szimmetrikus profil illesztésével. Az egy, ill. két profil illesztésének összehasonlítása céljából a 16. ábrán a 200 reflexiót nagyítva is ábrázoltam.



16. ábra. Az $\varepsilon = 0.13\%$ képlékeny deformációjú mintához tartozó 200 diffrakciós csúcs (a) egy elméleti profil illesztésével és (b) az SO és HO komponenseknek megfelelő két alprofil illesztésével. A fekete körök a mért adatpontokat jelölik, míg a zöld vonal a CMWP-illesztés eredményeként kapott, legjobban illeszkedő számolt spektrumnak felel meg, mely két profil illesztése esetén az SO (piros) és HO (kék) profilok összege.

Az axial és side irányokból végzett mérések eredményeit összehasonlítva az látható, hogy a diffrakciós csúcsok aszimmetriája megfordul, hiszen az egyes komponenseknek megfelelő csúcsok egymással ellentétesen tolódnak el. A 17(a) és (b) ábrán bemutatom az $\varepsilon = 0.93\%$ deformációjú minta esetén axial és side irányból kapott aszimmetrikus 200 reflexiókat a deformálatlan állapotban mért szimmetrikus 200 reflexióval összehasonlítva, hogy az aszimmetria megjelenését és megfordulását szemléltessem. A 17(c) és (d) ábrán az $\varepsilon = 0.6\%$ deformációjú minta esetén a mért diffrakciós csúcsokat a két illesztett alcsúccsal együtt ábrázoltam axial és side irányból, mely megmutatja, hogy a két alcsúcs ellentétesen tolódik el.

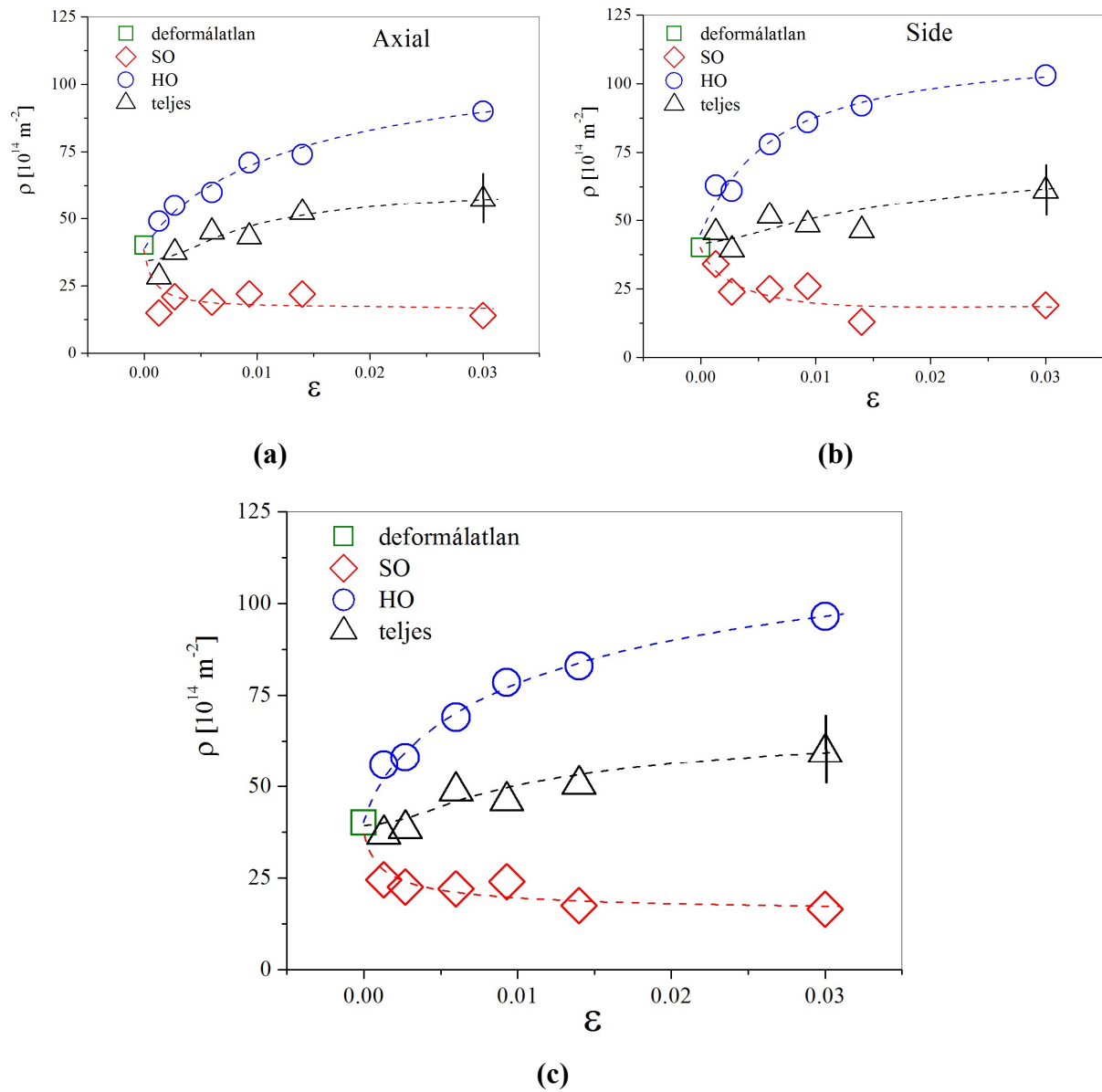


17. ábra. A 200 diffrakciós csúcsok összehasonlítása: a deformálatlan állapotban mért szimmetrikus csúcs és az $\varepsilon = 0.93\%$ valódi deformációjú mintán (a) axial irányból és (b) side irányból mért aszimmetrikus profilok, valamint az $\varepsilon = 0.6\%$ képlékeny deformációjú mintán mért és az illesztett, SO és HO komponenseknek megfelelő profilok (c) axial esetben és (d) side esetben.

III.2.2. Mikroszerkezeti paraméterek a CMWP-illesztés alapján

A mikroszerkezeti paramétereket a CMWP-eljárással határoztam meg, mely két profil illesztése esetén mindkét komponensre külön-külön megadja a diszlokációk ρ , q és M paramétereit, valamint a méreteloszlás mediánját (m) és szórását (ζ). A CMWP-kiértékelést elvégeztem mind az axial, mind a side felületeken készített mérések esetén, és a kapott eredményeket átlagoltam, így csökkentve az eredmények statisztikus hibáját. Az illesztések során az instrumentális effektust elhagytam, mivel a dolgozatomban vizsgált léces martenzit

csúcsai minden minta esetén rendkívül szélesek voltak, a berendezés okozta instrumentális hatás pedig ehhez képest elhanyagolhatóan kicsi. Az instrumentális effektus figyelembevétele jelen esetben 0.5%-nál is kisebb eltérést okozna a mikroszerkezeti paraméterek értékeiben.



18. ábra. A diszlokációsűrűség a deformáció függvényében (a) az axial és (b) a side felületeken készült mérések kiértékelése alapján, valamint (c) az axial és side eredmények átlagolásával. Mindhárom esetben feltüntettem a kemény és a lágy komponensekhez tartozó értékeket, valamint a teljes diszlokációsűrűséget, mely az SO és a HO térfogati hányaddal súlyozott átlaga. A fekete függőleges vonal a hiba nagyságát mutatja. A szaggatott vonalak csak a tendenciát jelölik, fizikai jelentésük nincs.

A 18. ábrán a kapott diszlokációsűrűségeket mutatom be a deformáció függvényében külön-külön az axial és side esetekben, valamint az ezekből számolt átlagértékeket. Jól látható, hogy bár az értékek között van némi eltérés, egyértelműen ugyanaz a tendencia mutatkozik a minta két különböző felületén mért eredményekben. Ez természetesen elvárható, hiszen adott deformációnál ugyanazt a próbatestet mértem két különböző helyen, ez indokolja az eredmények átlagolását. Hibának a két irányból készült mérések esetén kapott eredmények közti különbséget tekintettem, mivel ez meghaladja az illesztések hibáját.

A CMWP-kiértékelés megadta minden mért deformáció esetén a kemény és a lágy orientációjú pakettek diszlokációsűrűségét külön-külön, melyből a teljes diszlokációsűrűséget, mint a két komponens térfogati hányaddal súlyozott átlagát is kiszámoltam. A HO és SO pakettek térfogati hányadát a hozzájuk tartozó diffrakciós csúcsok integrális intenzitásának aránya adja. A két komponens térfogati hányadát f_{HO} -val és f_{SO} -val jelölve tehát a teljes diszlokációsűrűség a kemény és lágy orientációjú pakettekben kapott diszlokációsűrűségekből (ρ_{HO} és ρ_{SO}) a következőképpen számolható:

$$\rho_t = f_{HO}\rho_{HO} + f_{SO}\rho_{SO} , \quad (24)$$

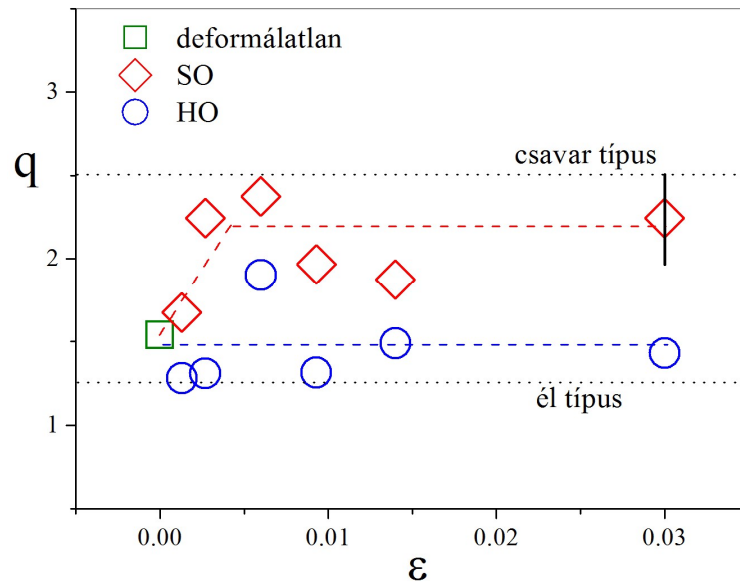
ahol

$$f_{HO} + f_{SO} = 1. \quad (25)$$

A léces martenzit diszlokációsűrűsége már a kiindulási állapotban is magas, $4 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$, ami a martenzites átalakulásnak köszönhető. A 18. ábrán látható, hogy a diszlokációsűrűség a kemény orientációjú pakettekben a deformáció hatására még tovább nő, míg a lágy orientációjú pakettekben csökken a kiindulási állapothoz képest. A két hatás együttes jelenléte mellett a teljes diszlokációsűrűség kis mértékben növekszik. Ez annak az eredménye, hogy a kemény komponensben erőteljesebb a növekedés, mint a lágy komponensben a csökkenés, hiszen míg a diszlokációsűrűség a HO-ban a teljes deformációs tartományon végig növekszik, addig az SO-ban a deformáció legelején lecsökken, és utána már közelítőleg konstans marad.

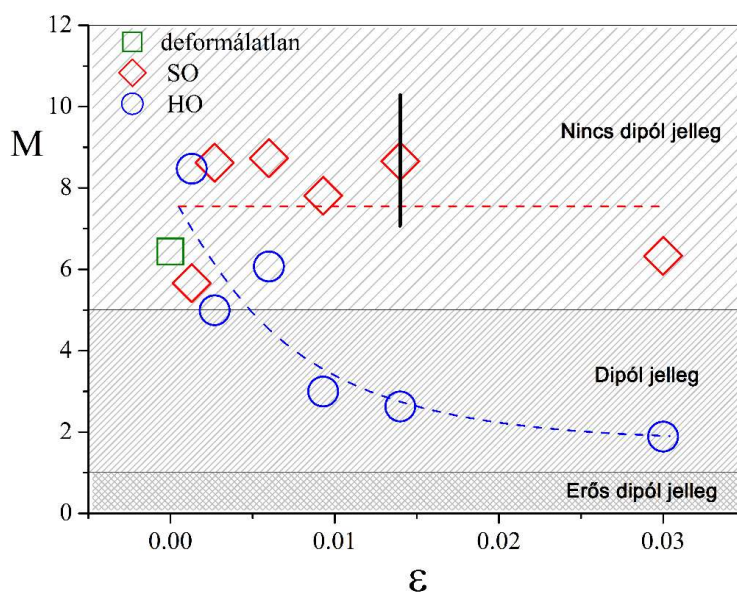
A diszlokációk él- ill. csavarjellegét jellemző q paraméter a deformáció függvényében a 19. ábrán látható. Itt már csak az axial és side mérések átlagaként kapott értékeket ábrázoltam, hiszen hasonlóan a diszlokációsűrűséghez, mindkét eset ugyanazt mutatta. Az általam vizsgált léces martenzit esetén a tisztán éldiszlokációkhoz $q_{él} = 1.28$, míg a tisztán csavardiszlokációkhoz $q_{csavar} = 2.67$ érték tartozik [32]. Az eredmények azt mutatják, hogy a kemény orientációjú pakettekben a diszlokációk él típusúak végig a deformáció során. Ezzel

szemben a lágy komponensben a diszlokációk típusa először inkább él, majd a deformáció kezdetén hamar csavarjellegűvé válik, és a deformáció további növekedése során már nem változik. Ez a diszlokációsűrűségek változását is figyelembe véve azt mutatja, hogy az SO komponensben inkább az éldiszlokációk eltűnése felelős a diszlokációsűrűség csökkenéséért.



19. ábra. A diszlokációk él ill. csavar típusát jellemző q paraméter a deformáció függvényében a kemény (HO) és a lágy (SO) pakettekben. A fekete függőleges vonal a hiba nagyságát mutatja, a pontvonalak a tisztán él- ill. csavarjelleghez tartozó q értékeket jelölik. A szaggatott vonalak csak a tendenciát mutatják, fizikai jelentésük nincs.

A diszlokációk elrendeződését jellemző M paramétert a lágy és a kemény orientációjú pakettekben a deformáció függvényében a 20. ábrán ábrázoltam. Az M értéke azt jellemzi, hogy a diszlokációk mennyire rendeződnek dipólokba. Ha $M > 5$, akkor a diszlokációeloszlás nem mutat dipóljellegűt, míg $M < 5$ érték esetén már inkább dipóljelleg jellemző a diszlokációk elrendeződésére, az $M < 1$ tartományban pedig erős dipólkarakterről beszélhetünk [25]. A CMWP-kiértékelés eredményeként azt látjuk, hogy a HO pakettekben az M paraméter értéke közelítőleg $M = 7$ értékről $M = 2$ értékre csökken, ami a dipólkarakter folyamatos erősödését mutatja. Az SO pakettekben az M paraméter értéke, bár nagyobb szórást mutat, de a deformáció során végig a random diszlokációeloszláshoz tartozó tartományban marad.



20. ábra. A diszlokációk elrendeződését jellemző M paraméter a deformáció függvényében a kemény (HO) és a lágy (SO) pakettekben. A fekete függőleges vonal a hiba nagyságát mutatja, és az eltérő dipóljelletet mutató M értékek tartományai is jelölve vannak. A szaggatott vonalak csak a tendenciát jelölik, fizikai jelentésük nincs.

A koherens szórótartományt jellemző $\langle x \rangle_{\text{area}}$ felülettel súlyozott szemcseméret, melyet a CMWP-kiértékelés során kapott m és ξ paraméterekből a (10) egyenlet alapján számolhatunk, 40 nm és 110 nm között változott, tendenciát nem mutatott. Ez a méret a SEM analízis alapján kapott lécvastagság tartományába esik, ami egy könnyen és jól értelmezhető eredmény, hiszen a koherens szórótartomány mérete nem lehet nagyobb a lécek vastagságánál, mivel a lécs határa biztosan megbontja a koherenciát.

III.2.3. Belső feszültségek meghatározása

A belső feszültségeket a két komponensnek megfelelő alcsúcsok pozícióiból határoztam meg a következőképpen. Elsőként meghatároztam a mért diffrakciós csúcsok súlypontját, illetve a CMWP-illesztés megadta a HO és SO komponensekhez tartozó alcsúcsok pozícióját. Mivel a mért 2θ szórási szögekből a Bragg-egyenlet alapján egyszerűen kiszámolható a rácssíkok távolsága: $d = \lambda/2\sin(\theta)$, az alcsúcs helyének a súlyponttól való eltolódása megadja az adott komponensben a rácssíktávolságok belső feszültségek miatti megváltozását, Δd -t. A hkl -függő lokális deformációkat a rácssíktávolságok relatív változása, vagyis az

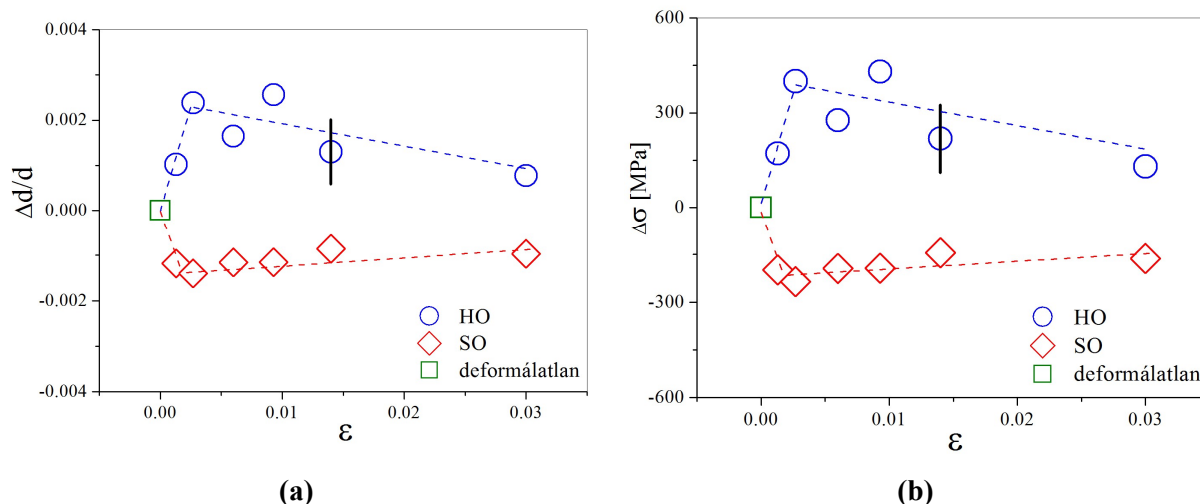
$$\varepsilon_{hkl} = \left(\frac{\Delta d}{d} \right)_{hkl} \quad (26)$$

összefüggés adja meg. Ezeket a deformációkat minden mért minta esetén a 200 és a 310 reflexiók alapján számoltam ki axial és side esetben is, hiszen a röntgenes méréseknél ezek diffrakciós vektorára teljesült, hogy az axial méréseknél párhuzamos, míg side esetben merőleges volt a külső húzófeszültség irányára. A kemény és lágy orientációjú pakettekhez tartozó relatív rácstávolság-változások a 21(a) ábrán láthatók. Ezeket az eredményeket a 200 és 310 reflexiók alapján számolt értékek átlagolásával, valamint mind az axial mind a side oldali mérésekre végzett átlagolással kaptam.

A rács lokális deformációiból a belső feszültségek kiszámolhatók a rugalmas Hooke-törvény alapján:

$$\Delta\sigma_{hkl} = E_{hkl}\varepsilon_{hkl}, \quad (27)$$

ahol E_{hkl} a hkl -függő Young-modulust jelöli, és esetünkben a hkl Miller-indexek 200 vagy 310 lehetnek. Ezek értékei az általam vizsgált léces martenzit esetén $E_{200} = (160 \pm 5)$ GPa és $E_{310} = (175 \pm 5)$ GPa. Mivel az egytengelyű nyújtások alapján csak az átlagos Young-modulust ismertem, a hkl -függő értékeket nem, ezeket a [21]-ben szereplő adatok alapján határoztam meg. Mivel a [21]-ben és az általam vizsgált martenzit összetétele nem különbözik jelentősen, a különbséget olyan módon vettem figyelembe, hogy feltételeztem, hogy a hkl -függő Young-modulusok aránya megegyezik az általam mért és a [21]-ben szereplő átlagos Young-modulusok arányával. Az axial és side, valamint a $\Delta\sigma_{200}$ és $\Delta\sigma_{310}$ értékek átlagolásával kapott $\Delta\sigma$ értékek a 21(b) ábrán láthatók a nyújtási deformáció függvényében. Az eredmények azt mutatják, hogy a belső feszültségek azonnal megjelennek a deformáció megindulásával, hiszen már a 0.13%-os plasztikus deformációnál is jelentős $\Delta\sigma$ értékeket látunk. A belső feszültség gyorsan megnövekszik a deformáció elején közel 450 MPa értékig, majd további deformáció hatására folyamatosan csökkenni kezd.

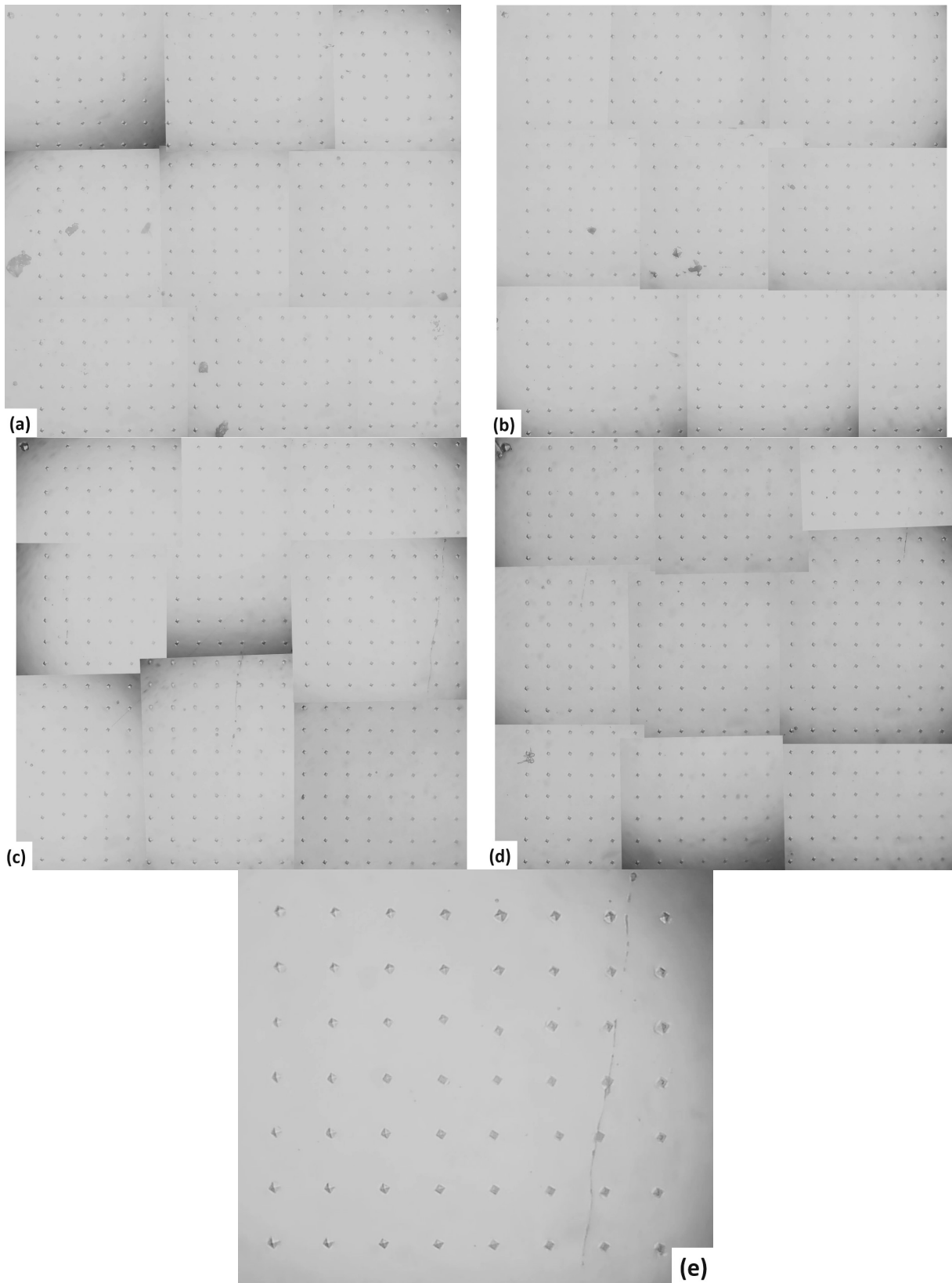


21. ábra. (a) A rácstávolságok relatív megváltozása és (b) a belső feszültség a kemény (HO) és a lágy (SO) pakettekben. A fekete függőleges vonal a hiba nagyságát mutatja. A szaggatott vonalak csak a tendenciát jelölik, fizikai jelentésük nincs.

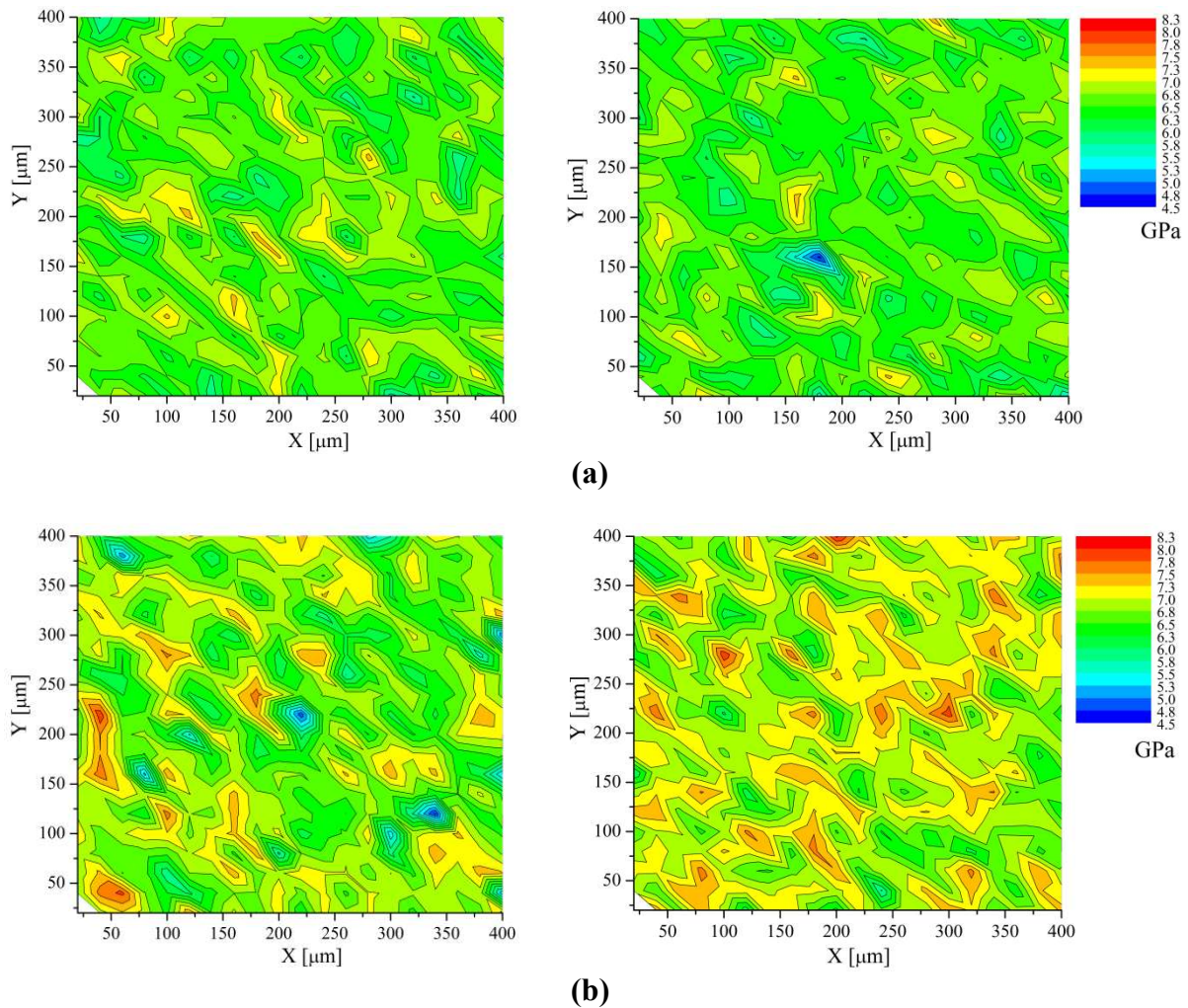
III.3. A nano- és mikrokeménység mérések eredményei

A nanokeménység mérések nyomairól optikai mikroszkópos felvételeket készítettem, melyeket a 22. ábrán mutatok be. A mikroszkópos képeken jól látszanak a hibás pontok, melyek a minta felületén lévő bemélyedésekbe, karcolásokba estek, így ezeket a pontokat ki tudtam szűrni a keménység adatokból.

A nanoindentációs kísérletek eredményeit a 23. ábrán mutatom be, melyen keménységtérképek láthatók a kiindulási mintán és a 3% képlékeny deformációjú mintán mért területekről. A keménységtérképek alapján azt láthatjuk, hogy a deformálatlan kiindulási állapotban a keménység értékei a hely függvényében csak statisztikus ingadozást mutatnak. Ezzel ellentétben a deformált mintán megjelennek keményebb tartományok, de ugyanakkor jelentős mennyiségű olyan terület is marad, melyek nem lesznek keményebbek, mint a deformálatlan állapotban voltak.

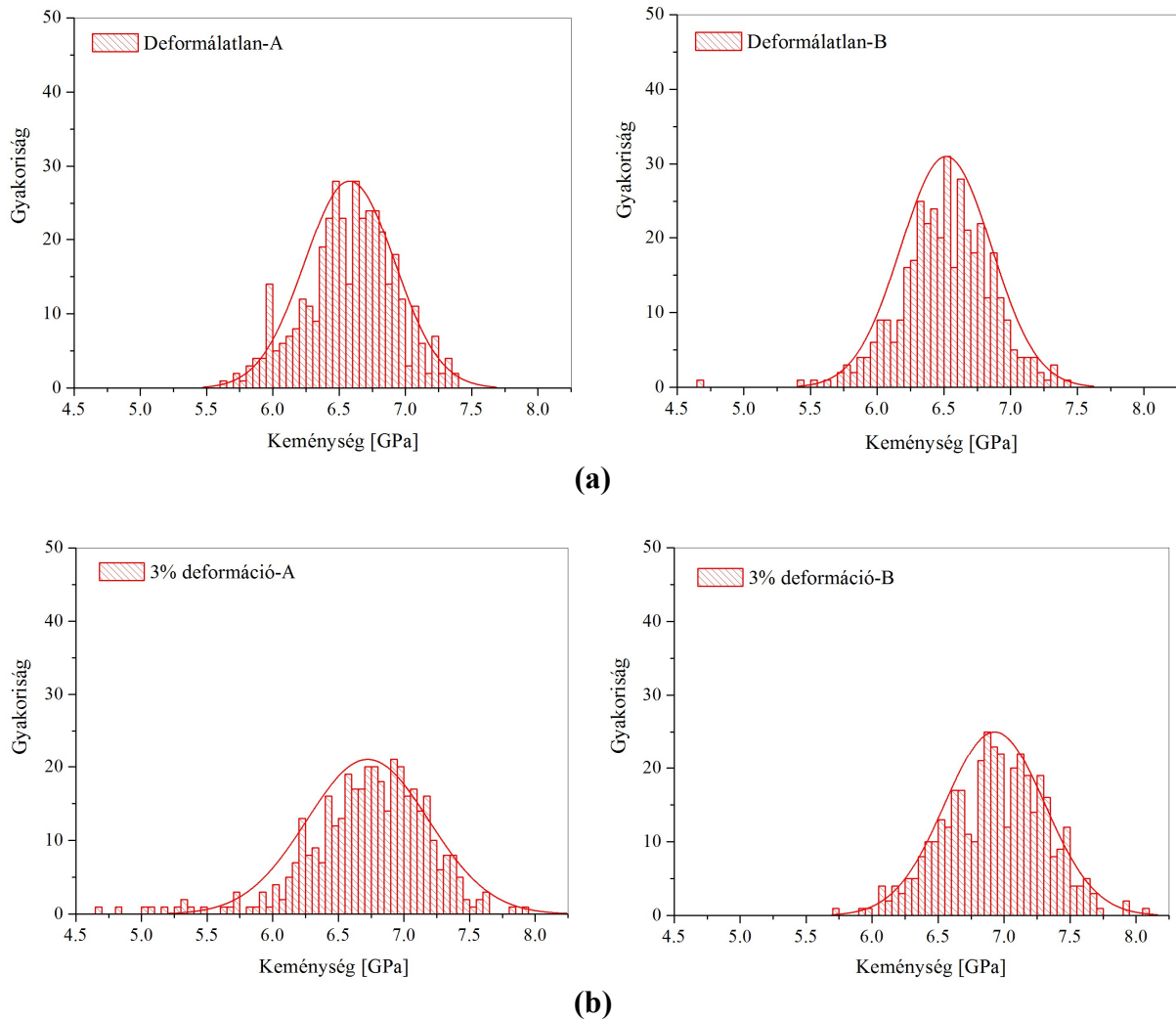


22. *ábra.* A nanoindentációs mérések nyomai optikai mikroszkópban (a),(b) a deformálatlan mintán és (c),(d) a 3% deformációjú mintán készült két-két méréssorozatról. Egy teljes kép 9 felvétel összevágásával készült a jobb nagyítás és felbontás érdekében. (e) Nagyított részlet, melyen jól látható egy karcolás a minta felületén, melybe több nanokeményiség nyom is beleesik. Az ábrákon két nyom közötti távolság 20 μm .



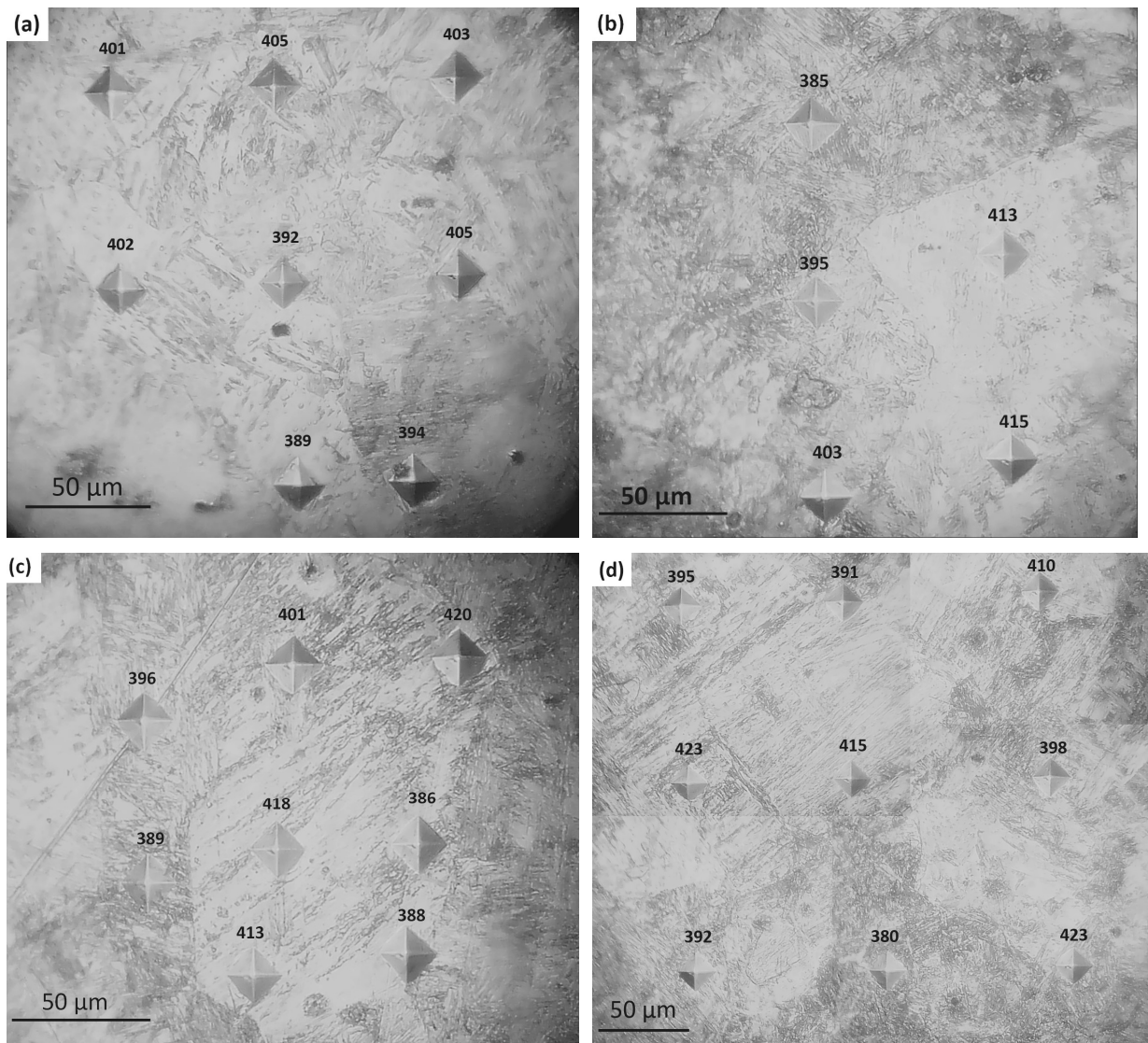
23. ábra. A nanoindentációs kísérletek eredményeképp kapott nanokeménység térképek (a) a deformálatlan mintán és (b) a 3% plasztikus deformációjú mintán mért két-két tartomány esetén.

A 24. ábrán a nanokeménység értékek histogramjait mutatom be. Az ábrákon jól látszik, hogy a deformált állapot histogramjai kiszélesednek, de a legkisebb mért értékek nem változnak számottevően a deformáció hatására sem. Míg deformálatlan állapotban a keménység értékek nagyjából 5.5 GPa és 7.4 GPa közt vannak, addig a deformált állapotban 5.6 GPa és 8.0 GPa közötti értékeket kaptunk. Ezen értékek között az eloszlás – a statisztikus ingadozástól eltekintve – normál eloszlást követ. Az, hogy a deformált és deformálatlan állapot eloszlásának minimum értékei szinte ugyanott vannak, azt jelzi, hogy még 3% képlékeny alakítás hatására is vannak az anyagban nem/alig keményedő tartományok, ahogy azt a keménység térképeken is láttuk.



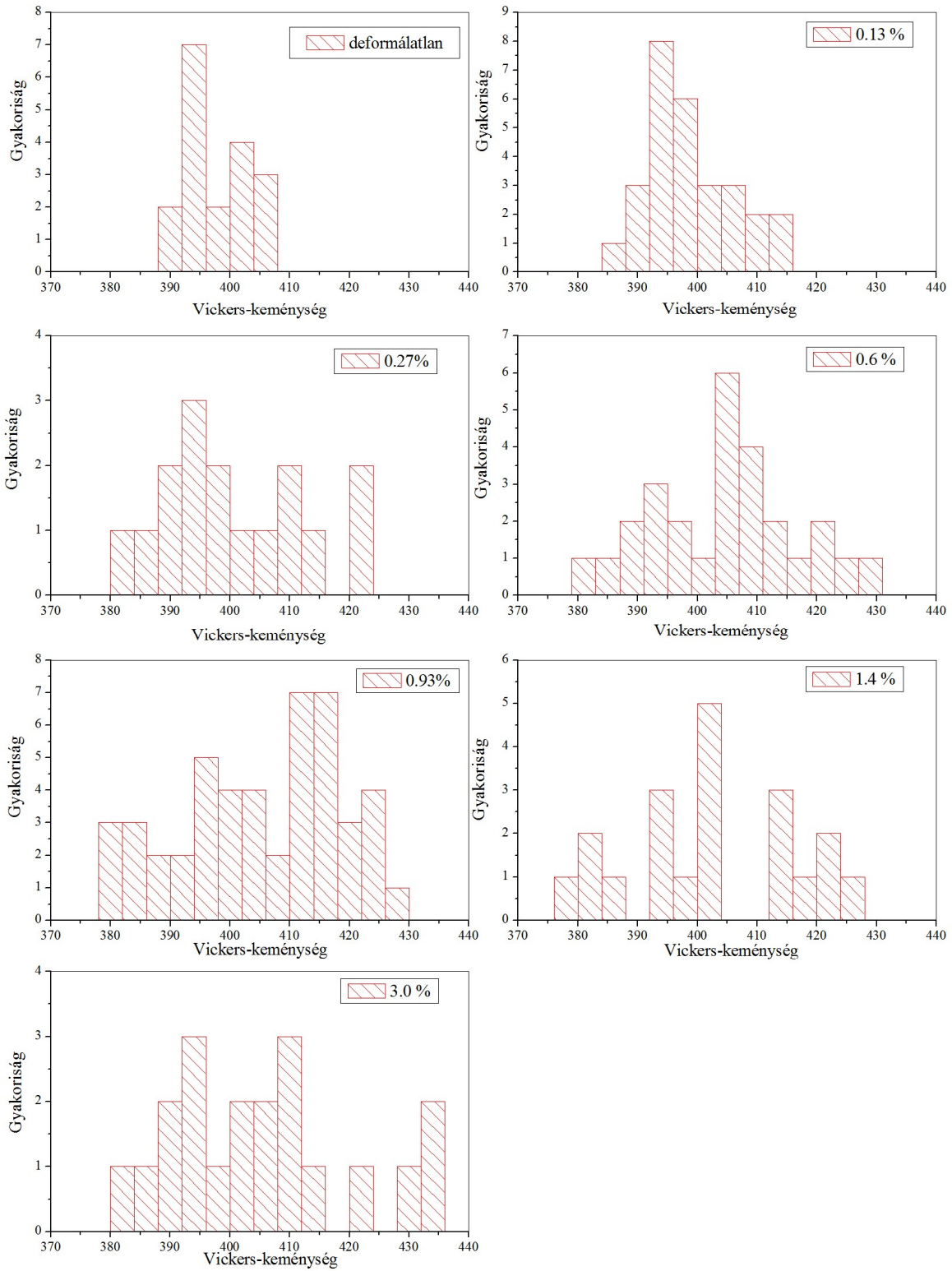
24. ábra. A nanoindentációs kísérletek eredményeképp kapott keménység értékek hisztogramjai (a) a deformálatlan állapotban és (b) a 3% plasztikus deformációjú minta esetén. Mindkét mintán két-két területen végeztünk nanokeménység mérést, ezt jelzik az A és B jelölések.

A nanoindentációs kísérletek mellett mikrokeménység méréseket is végeztem az összes minta esetén. A 25. ábrán néhány mikroszkópos képet mutatok be a mikrokeménység nyomokról. Ezekon a felvételeken kvalitatívan jól látszik, hogy a martenzit felületén megfigyelhetők különböző tartományok, melyek méretével a nyomok mérete összemérhető, továbbá ezeken belüli pontok az átlagnál rendre lágyabbak vagy keményebbek. Az eltérő keménységekhez tartozó nyomok méretei szemmel láthatóan is különböznek.



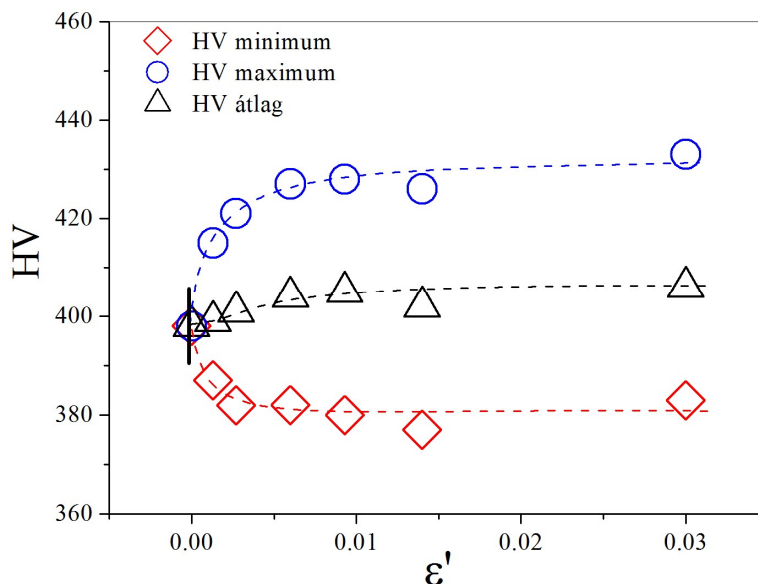
25. ábra. A mikrokeménység mérések nyomai (a) a deformálatlan mintán, (b) a 0.13%, (c) a 0.6% és (d) a 3% deformációjú mintán optikai mikroszkópban. A Vickers-nyomok felett látható számok a keménység HV értékét mutatják az adott pontban.

Az egyes mintákon mért Vickers-keménység értékek eloszlását hisztogramokon szemléltetem a 26. ábrán. Ezeken a hisztogramokon jól látszik, hogy a deformálatlan állapotú mintán mért keménység adatoknak egy viszonylag szűk eloszlása van, mely azután a deformáció hatására kiszélesedik. A deformált mintákon kisebb és nagyobb keménységű pontok is előfordulnak, mint a deformálatlan állapotban.



26. ábra. A mikrokeménység mérések során mért Vickers-keménység értékek hisztogramjai a különböző nyújtási deformációnak kitett minták esetén.

A mért Vickers-keménység értékek átlaga, valamint minimum és maximum értéke a minták nyújtási deformációja függvényében a 27. ábrán látható. Itt azonban figyelni kell arra, hogy a minták tényleges deformációját nem kizárólag a nyújtási deformáció adja, hanem a mikrokeménység mérések során a mérőtű benyomása ehhez képest egy ismeretlen mértékű plusz deformációt okoz. Emiatt az ábrán a deformációt ε' -vel jelöltem, mely továbbra is a minták nyújtási deformációját jelöli, ami azonban itt a minták valódi deformációjának és a benyomó tű által okozott deformációnak a különbségeként értelmezhető: $\varepsilon' = \varepsilon - \varepsilon_{tű}$. A 27. ábrán függőleges fekete vonallal jelöltem a kiindulási állapotban mért statisztikus szórását. Jól látható, hogy a deformált minták esetén mért adatok minimum és maximum értékei közti eltérés jóval meghaladja ezt az ingadozást.



27. ábra. A mikrokeménység mérések során mért átlagos, valamint maximális és minimális Vickers-keménység értékek az egyes minták nyújtási deformációjának függvényében. Ebben az esetben ez a deformáció nem a teljes valódi deformációt jelenti, hiszen a Vickers-tű további (ismeretlen mértékű) deformációt okoz a benyomás során, így $\varepsilon' = \varepsilon - \varepsilon_{tű}$. A függőleges fekete vonal a kiindulási állapotban mért keménység értékek statisztikus szórását jelöli. A szaggatott vonalak csak a tendenciát mutatják, fizikai jelentésük nincs.

Mivel a vizsgált martenzit minták nagyon kismértékben lettek megnyújtva, a benyomótű által okozott plusz deformáció nem elhanyagolható. Így a kiindulási mintán mért keménységértékek tulajdonképpen nem a deformálatlan állapothoz tartoznak. Ezért, bár azt látjuk, hogy a deformáció növekedésével a deformálatlan mintán mért keménységnél lágyabb

és keményebb pontok vannak, ez nem azt jelenti, hogy a kiindulási állapothoz képest kisebb és nagyobb keménységű tartományok alakultak ki a deformáció hatására. A keménység adatok alapján csupán azt láthatjuk kvalitatívan, hogy az átlagos keménységhez képest bizonyos tartományok lágyabbak, míg más tartományok keményebbek lesznek, és a kettő közötti különbség a deformáció hatására növekszik.

III.4. A mikroszerkezet és a mechanikai tulajdonságok kapcsolata

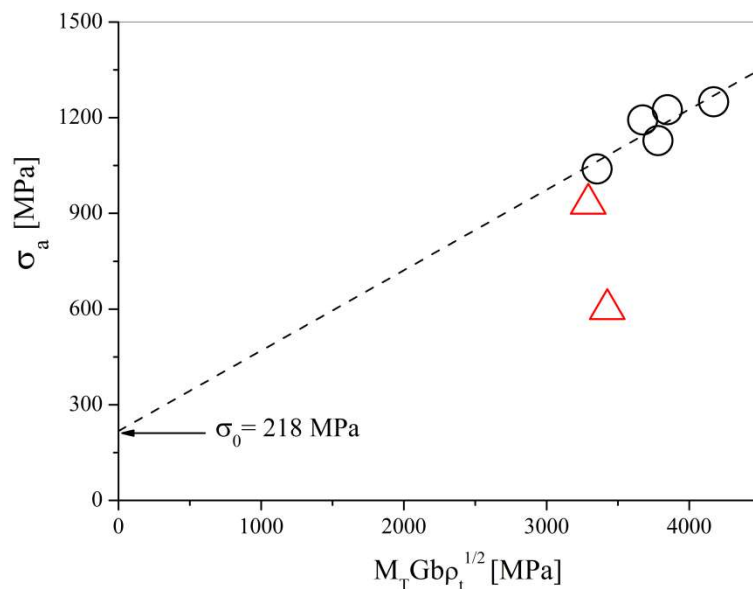
A folyásfeszültség elméleti úton is meghatározható, különböző modellek léteznek, melyek a deformáció során végbemenő folyamatok figyelembevételével becslést adnak a folyásfeszültség deformáció hatására történő változására. Ha a diszlokációsűrűség elég nagy, akkor a diszlokációk akadályozzák egymás mozgását, ami az anyag felkeményedését eredményezi. A Taylor-egyenlet megadja az anyag folyásfeszültsége és a diszlokációsűrűség közötti kapcsolatot, azaz a diszlokációk által okozott keményedést írja le. Ebből kifolyólag az egyes minták deformációja során alkalmazott legnagyobb külső húzófeszültség, σ_a és a diszlokációsűrűség közti kapcsolat a következő egyenlettel írható le [33]:

$$\sigma_a = \sigma_0 + \alpha_t M_T G b \sqrt{\rho_t}, \quad (28)$$

ahol σ_0 egy anyagra jellemző küszöbfeszültség, ami azt adja meg, hogy mekkora feszültség szükséges egy diszlokáció mozgatásához az anyagban akkor, ha nincsenek jelen további diszlokációk, melyekkel kölcsönhat; $M_T = 2.8$ a Taylor-faktor, $G = 78$ GPa a nyírási modulus [34], $b = 0.248$ nm a Burgers-vektor hossza. Az egyenletben szereplő α_t paraméter a diszlokációk kölcsönhatását jellemző paraméter.

Mivel a külső feszültség hatására végbemenő deformáció során a kemény és lágy orientációjú pakettek együtt deformálódnak, a Taylor-egyenlet az átlagos viselkedést adja meg, így a ρ_t teljes diszlokációsűrűséggel számolhatunk, és ekkor az α_t paraméter is a kétféle pakettet jellemző α paraméterek átlagát jelenti. Ha az α_t paraméter a deformáció során végig egy konstans érték, akkor a (28) egyenlet alapján az alkalmazott σ_a feszültséget $M_T G b \sqrt{\rho_t}$ függvényében ábrázolva a pontoknak egy egyenesre kell esniük. Több alkalommal is megmutatták azonban, hogy a Taylor-egyenletben szereplő α paraméter értéke változhat, ha a diszlokációk elrendeződése változik a deformáció során [35-37]. A 28. ábrán ez az ábrázolás látható a léces martenzit esetén, melyen egyértelműen látszik, hogy ebben az esetben sem lesz állandó az α_t paraméter, hiszen az adatpontok nem esnek egy egyenesre. Az is látható

azonban, hogy az ábrán piros háromszöggel jelölt két pont (melyek a deformálatlan állapothoz és a legkisebb deformációhoz tartoznak) az, amelyek kilógó pontok, a többi, feketével jelölt pont már egy egyenest követ. Ez arra utal, hogy az α_t paraméter a deformáció legelején változik, és később már konstans értékre áll be. A Taylor-egyenletben σ_0 értékét nem ismerjük, ezt a jelenséget kihasználva azonban meg lehet határozni. Ehhez azokra a pontokra illeszttem egyenest, ahol az α_t paraméter már nem változik – azaz az illesztéskor figyelmen kívül hagytam a két kilógó, piros háromszöggel jelölt pontot, így az illesztett egyenes tengelymetszete (28) alapján megadja σ_0 értékét. Az illesztés alapján ebben az esetben $\sigma_0 = (218 \pm 47)$ MPa értéket kaptam.



28. ábra. A σ_0 küszöbfeszültség meghatározása a Taylor-egyenlet alapján. A fekete körökkel jelölt adatpontokra illesztett egyenes tengelymetszete adja meg σ_0 értékét. A piros háromszöggel jelölt pontokat kihagytam az illesztésből.

A σ_0 paraméter ismeretében a (28) összefüggés alapján már minden pontban kiszámolhatjuk az α_t értékeket is:

$$\alpha_t = \frac{\sigma_a - \sigma_0}{M_T G b \sqrt{\rho_t}}. \quad (29)$$

Mivel az átlagos paraméterekre felírt Taylor-egyenletből számoljuk, az α_t a kemény és lágy pakettekhez tartozó α_{HO} és α_{SO} paraméterek térfogati hányaddal súlyozott átlagát jelenti:

$$\alpha_t = f_{HO}\alpha_{HO} + f_{SO}\alpha_{SO} . \quad (30)$$

Az alkalmazott σ_a feszültség, mely a deformált minták folyáshatára, a Taylor-egyenlet segítségével nemcsak az átlagos diszlokációsűrűséggel hozható kapcsolatba, hanem a két komponens folyásfeszültségének átlagaként is felírható:

$$\sigma_a = f_{HO}\sigma_{HO} + f_{SO}\sigma_{SO} , \quad (31)$$

ahol σ_{HO} és σ_{SO} a lokális folyáshatár a kemény és lágy orientációjú pakettekben. A lokális folyásfeszültségek pedig a lokális diszlokációsűrűségekkel állnak összefüggésben:

$$\sigma_{HO} = \sigma_0 + \alpha_{HO}M_TGb\sqrt{\rho_{HO}} , \quad (32)$$

$$\sigma_{SO} = \sigma_0 + \alpha_{SO}M_TGb\sqrt{\rho_{SO}} . \quad (33)$$

Mindezt figyelembe véve a (31) egyenlet a következő alakban írható:

$$\sigma_a = \sigma_0 + f_{HO}\alpha_{HO}M_TGb\sqrt{\rho_{HO}} + f_{SO}\alpha_{SO}M_TGb\sqrt{\rho_{SO}} , \quad (34)$$

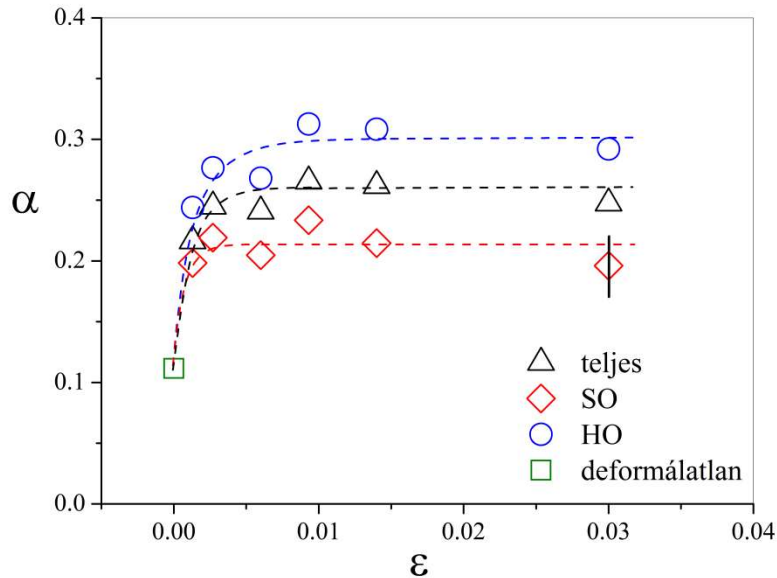
azaz a Taylor-összefüggés felírható a komponensek járulékának súlyozott átlagaként. Így (34) és (30) felhasználásával már a lokális α paraméterek is kiszámolhatók:

$$\alpha_{SO} = \frac{\sigma_a - \sigma_0 - \alpha_t M_T G b \sqrt{\rho_{HO}}}{f_{SO} M_T G b (\sqrt{\rho_{SO}} - \sqrt{\rho_{HO}})} \quad (35)$$

$$\alpha_{HO} = \frac{\alpha_t - f_{SO} \alpha_{SO}}{f_{HO}} . \quad (36)$$

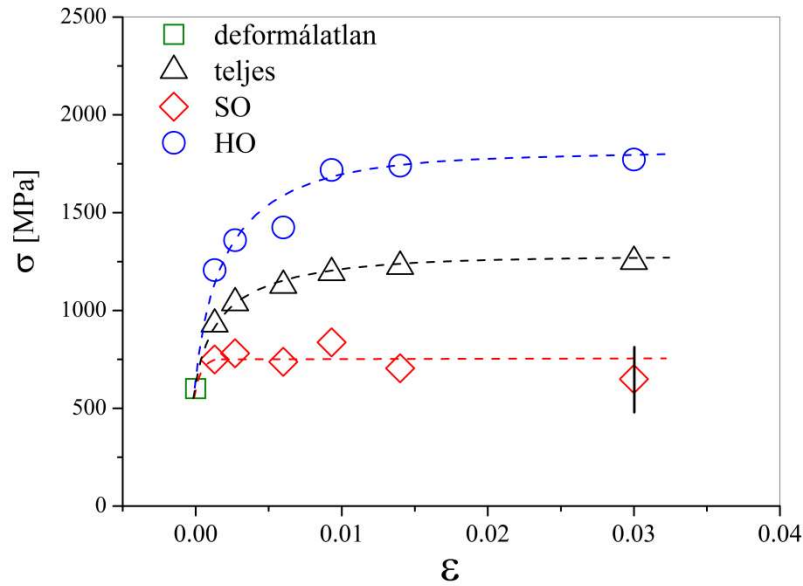
A (29), (35) és (36) egyenletek alapján számolt α_t , α_{SO} és α_{HO} értékek a deformáció függvényében a 29. ábrán láthatók. A deformálatlan állapotban az α paraméter értéke viszonylag kicsi, 0.11. A képlékeny deformáció elején az átlagos α_t gyorsan megnő, majd $\alpha_t = 0.25$ értékre beállva konstans marad. Ha ezt a növekedést nem vennénk figyelembe, a teljes diszlokációsűrűség növekedése önmagában nem magyarázná meg azt a folyáshatárnövekedést, amit a nyújtási deformációknál tapasztaltunk. A lágy orientációjú SO

pakettekben α_{SO} élesen megnő a deformáció legelején, és hamar eléri telítési értékét. A kemény orientációjú HO pakettekben α_{HO} értéke szintén nő, de nem olyan élesen, mint az SO esetén. A HO pakettekben α_{HO} telítési értéke jóval magasabb, mint az SO komponensben α_{SO} telítési értéke.



29. ábra. A lokális α paraméter a HO és SO pakettekben, valamint a teljes α_t változása a deformáció függvényében. α_t a lokális α_{HO} és α_{SO} értékek térfogati hányaddal súlyozott átlaga.

A lokális α_{HO} és α_{SO} paraméterek ismeretében a HO és SO pakettek lokális folyáshatárai is meghatározhatók (32) és (33) alapján. Az így kapott σ_{HO} és σ_{SO} folyásfeszültségek, illetve a teljes folyásfeszültség a 30. ábrán látható a deformáció függvényében. A lokális folyáshatár mind az SO, mind a HO pakettekben növekszik a deformálatlan állapothoz képest, azonban az SO komponensben ez a növekedés csak nagyon kis mértékű, és rögtön a deformáció kezdetén történik meg, a deformáció növekedésével azután már nem nő tovább a folyásfeszültség. Azt látjuk tehát, hogy míg a HO komponensben az alakítási keményedés folyamatos, az SO-ban a fizikai paraméterek – a lokális folyáshatár, a diszlokációsűrűség, az α és q paraméterek is – a deformáció elején viszonylag hirtelen változnak, majd konstansok maradnak.



30. ábra. A lokális folyásfeszültség a HO és SO pakettekben, valamint a teljes folyáshatár változása a deformáció függvényében. A szaggatott vonalak csak a tendenciát jelölik, fizikai jelentésük nincs.

III.5. Az eredmények értelmezése

A mikroszerkezet viselkedése a képlékeny alakváltozás során úgy érthető meg, ha figyelembe vesszük a léces martenzit jellegzetes struktúráját és orientációs viszonyait. A léces martenzit bemutatásánál az I.2. fejezetben szerepelt, hogy a lécek hossziránya az $\langle 111 \rangle$ iránnyal egyezik meg, és az $\{110\}$ sík közel párhuzamos a lécsíkjával. A tércentrált köbös (bcc) fémekben az éldiszlokációk fő csúszási rendszere az $\langle 111 \rangle \{110\}$, vagyis az éldiszlokációk az $\{110\}$ típusú síkokon $\langle 111 \rangle$ irányokba mozognak.

Mivel a legkönnyebben azok a diszlokációk aktiválódnak a deformáció során, melyek Burgers-vektora a külső feszültséggel 45° -os szöget zár be, hiszen a Schmid-faktorok alapján ezekre a legnagyobb a csúsztatófeszültség, azok lesznek a lágy orientációjú pakettek, melyek 45° -ban állnak a külső húzófeszültséghez képest. Ekkor bennük az aktív diszlokációk Burgers-vektora éppen a lécek hosszirányába mutat, így az éldiszlokációk viszonylag könnyen végig tudnak menni hosszában a léceken. Az eredmények alapján feltételezhetően a deformáció legelején az éldiszlokációk jelentős része így végighaladva a léceken kimegy az adott pakett széléig. A pakett szélére kiérve valószínűleg ún. GND (*geometrically necessary dislocations*) diszlokációkat alkotnak, melyek mindenképpen szükségesek ahhoz, hogy a különböző pakettek között biztosítsák az anyag folytonosságát. Ekkor ezek a diszlokációk

már nem tartoznak a lágy pakettekbe, vagyis ebből kifolyólag a diszlokációsűrűség lecsökken az SO pakettekben. A csavardiszlokációk mozgása nem síkhoz kötött, ezek bármely irányba könnyebben mozognak, így jóval könnyebben annihilálódnak, ha egymáshoz közel kerülnek, mint az éldiszlokációk. A plasztikus deformáció további szakaszában a diszlokációsűrűség nem változik, mert a csavardiszlokációk annihilációja és az éldiszlokációk kimozgása a lécekből egyensúlyba kerül az újabb diszlokációk keletkezésével. Emiatt az SO pakettekben a diszlokációsűrűség telítési értéke alacsonyabb, mint a diszlokációsűrűség a deformálatlan állapotban. Mindezt a CMWP-kiértékelések alapján kapott eredmények is megerősítik, hiszen ρ_{SO} csökkent a kiindulási állapothoz képest, és a q paraméter azt mutatta, hogy a diszlokációk a deformáció előtt inkább él típusúak, majd a deformáció legelején viszonylag gyorsan csavar típusúvá válnak. A diszlokációk elrendeződését jellemző M paraméternél pedig azt láttuk, hogy az SO-ban egyáltalán nem jellemző a dipólkarakter. Ez a viselkedés is jól illeszkedik az eddigi magyarázatba, hiszen az SO pakettekben a diszlokációk közepes szabad úthossza elég nagy, így nem kerülnek egymáshoz közel, és nem alkotnak dipólokat.

A HO pakettekben ezzel szemben a Schmid-faktorok alapján azok a diszlokációk aktiválódnak a legkönnyebben, melyek Burgers-vektora a léceken keresztbe mutat. Emiatt az éldiszlokációk nem tudnak a lécek hosszirányában mozogni és kimenni a pakett szélére, hanem ehelyett a lécek falánál feltorlódnak. Ezáltal a diszlokációsűrűség folyamatosan nő, és a falaknál felgyülemelő ellentétes előjelű diszlokációk könnyen dipólokba tudnak rendeződni. Emellett a HO pakettekben a diszlokációk közepes szabad úthossza kisebb, mint az SO pakettekben, így a csavardiszlokációk könnyebben annihilálódnak. Ez ebben az esetben is jól egyezik azzal, amit a CMWP-módszerrel meghatározott mikroszerkezeti paraméterek viselkedése mutatott a HO-ban. Láttuk, hogy ρ_{HO} folyamatosan nőtt a deformáció során; a q paraméter végig inkább él típusú diszlokációkat mutatott, hiszen a HO pakettből nem tudnak kimenni az éldiszlokációk, a csavardiszlokációk pedig könnyen annihilálódnak; az M paraméter pedig folyamatosan növekvő dipóljellegűt mutatott a HO komponensben, ami a lécek falán feltorlódnak a diszlokációk dipólokba rendeződésével magyarázható.

A Taylor-egyenlet elemzésével az előző fejezetben azt láttuk, hogy a lokális folyáshatár mind a kemény, mind a lágy orientációjú pakettekben nő, bár eltérő mértékben – az SO pakettekben csak egy kis növekedés látható a deformáció legelején, a HO-ban viszont jelentős mértékű és folyamatos a folyásfeszültség növekedése. Ez a diszlokációsűrűségek és az α paraméterek viselkedésének együttes figyelembevételével magyarázható. Láttuk, hogy az α_{HO} és α_{SO} paraméterek nőnek a deformáció hatására, míg a diszlokációsűrűség a HO-ban nő, az SO-ban csökken. Ez azt jelenti, hogy a HO pakettekben mind a diszlokációsűrűség

növekedése, mind az α_{HO} paraméter növekedése növeli a lokális folyáshatárt. Ezzel szemben az SO pakettekben a diszlokációsűrűség csökkenése a Taylor-egyenlet szerint csökkentené a folyáshatárt, az α_{SO} paraméter viszont itt is nő, ami pedig egy keményítő hatást jelent. A két effektus együttes jelenléte eredményezi a folyásfeszültség kismértékű növekedését. Az is érthető, hogy ez a növekedés rögtön a deformáció legelején történik meg, és utána a folyáshatár az SO-ban konstanssá válik, hiszen α_{SO} és ρ_{SO} (és az SO-ra jellemző többi fizikai paraméter) is csak a deformáció elején változnak.

A Taylor-egyenlet alapján számolt folyásfeszültségek viselkedését erősítik meg a keménységmérések eredményei is. A nanokeménység adatok is pontosan azt mutatták, hogy a kiindulási állapotban viszonylag homogén, csak statisztikus fluktuációkat mutató eloszlása van a keménységnek, míg a 3%-ban plasztikusan deformált állapotban bizonyos tartományok keményednek, ugyanakkor maradnak ugyanolyan lágy részek is, mint deformálatlan állapotban. Mivel a mért keménység értékek a folyáshatárral állnak kapcsolatban, ez tulajdonképpen megmutatja, hogy a deformáció hatására egy kisebb és egy nagyobb folyásfeszültséggel jellemezhető tartomány alakul ki az anyagban. Az, hogy egyes részek ugyanolyan lágyak maradnak, mint a kiindulási állapotban, megerősíti, hogy az SO komponensben a folyáshatár növekedése nagyon kicsi, épp ahogy a Taylor-egyenletből is adódott. Azok a tartományok, melyek keménysége jelentősen megnőtt, a HO komponenshez tartoznak, és a keménységmérés is igazolja, hogy valóban jóval jelentősebb bennük a folyásfeszültség növekedése, mint az SO-ban. Kvalitatívan a mikrokeménység eredmények is megmutatták ezt, hogy a mérés statisztikus szórásánál egyértelműen nagyobb eltérések mutathatók ki a legkeményebb és leglágyabb tartományok között, illetve hogy a különbség a két komponens között a deformáció növekedésével nő.

A szakítóvizsgálatok alapján láttuk, hogy a martenzites átalakulásból adódó ridegség ellenére a vizsgált léces martenzit mutatott valamekkora alakíthatóságot, hiszen 3.4%-os plasztikus deformáció után tört el. Ez ugyan nem egy nagy deformáció, ha a legjobb alakíthatósággal bíró acélokhoz hasonlítjuk, azonban a léces martenzit ezt annak ellenére mutatta, hogy nem tartalmaz lágyító hatású ausztenitet. Martenzites acéloknál gyakori, hogy az átalakulás során olyan jelentős mennyiségű kristályhiba halmozódik fel bennük, hogy utána már gyakorlatilag nem tudnak képlékenyen deformálódni. Az, hogy a léces martenzit mégis kibírt 3.4%-os alakítást, a mikroszerkezet kompozitszerű viselkedésével magyarázható.

III.6. Konklúziók

A korábbi kísérleti eredményeket kiterjesztve megerősíthető, hogy a léces martenzit deformációja során kompozit típusú mikroszerkezet alakul ki, az egyes pakettek az orientációjuk alapján lágy (SO) vagy kemény (HO) pakettekké válnak, melyekben a képlékeny deformáció eltérő módon zajlik. Ez a kvázikompozit modell valószínűleg általánosan igaz a léces szerkezetű martenzites acélokra, hiszen különböző összetételek mellett is tapasztalható a kompozitszerű viselkedés.

Ismert tény, hogy a martenzites anyagokban rögtön az edzés után, deformáció nélkül is nagy diszlokációsűrűség van jelen a martenzites átalakulás miatt. Az általam vizsgált léces martenzit esetén ez a kiindulási diszlokációsűrűség $4 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$ volt. A kemény orientációjú pakettekben a diszlokációsűrűség még ehhez a kezdeti értékhez képest is jelentősen megnőtt az alakítás hatására, míg a lágy orientációjú pakettekben a diszlokációsűrűség a deformáció legelején lecsökkent, majd konstans maradt.

A diszlokációk él ill. csavar típusát, valamint az elrendeződését jellemző q és M paraméterek és a Taylor-egyenlet elemzésével megállapítható, hogy a képlékeny alakváltozás során a HO pakettekben az éldiszlokációk a lécek falánál felhalmozódva dipólokba állnak, míg az SO pakettekben a léceken hosszirányban végighaladva kimennek a pakettek szélére, ahol valószínűleg GND diszlokációkat alkotnak. A HO pakettekben e folyamatok eredményeképp a folyásfeszültség folyamatosan és jelentős mértékben megnő a deformálatlan állapot folyáshatárához képest. Az SO-ban ezzel szemben csak enyhe folyásfeszültség-növekedés tapasztalható, mely rögtön a deformáció elején jelentkezik. Az SO pakettekben minden fizikai paraméter (diszlokációsűrűség, α_{SO} , q és M paraméterek, lokális folyásfeszültség) a deformáció legelején változik, és gyorsan konstans értékre áll be.

A külső feszültség megszüntetése után a kemény és lágy pakettekben hosszú hatótávolságú belső feszültségek maradnak, melyek rögtön a képlékeny deformáció kezdetén kialakulnak. A belső feszültségek nagysága a deformáció növekedésével először gyorsan növekszik, hamar elér egy egészen magas értéket ($\approx 450 \text{ MPa}$), majd a deformáció további növekedésével folyamatosan csökken.

III.7. További vizsgálati tervek

Az eddigi eredmények azt mutatják, hogy a léces martenzit deformációja általánosan jellemezhető egy kompozit modellel. A kompozit típusú mikroszerkezet viselkedését azonban a jövőben érdemes lenne még több, eltérő összetétel mellett is megvizsgálni, hogy egy átfogó, szisztematikus kutatás által teljes képet alkothassunk a modell működéséről. Dolgozatomban olyan léces martenzitet vizsgáltam, mely nem tartalmazott maradó ausztenitet, így tisztán a martenzit deformációs mechanizmusait elemeztem. Ezen eredmények ismeretében a jövőben tovább lehet lépni az ausztenit hatásának kutatására is, hogy megállapítsuk, hogyan befolyásolja egy másik fázis jelenléte a most felállított modellt. Az összetétel szerepe mellett továbbá fontos a hőkezelési és hűtési körülmények hatását is tanulmányozni.

A további vizsgálatokhoz tehát újabb mintasorozatok előállítására van szükség, melyek egyrészt le kell, hogy fedjék az összetételnek (elsősorban széntartalomnak) azon tartományait, melyekben léces martenzit előállítható. Másfelől adott összetétel mellett különbözően hőkezelt és edzett próbatesteket kell készíteni. Mindezekben a mintasorozatokon diffrakciós kísérletek mellett egyéb vizsgálatokat is célszerű végezni, hiszen ahogy dolgozatomban is bemutattam, hasznos információt nyújthatnak a keménységmérések, illetve különböző mikroszkópos vizsgálatok is. A pásztázó elektronmikroszkóp mellett transzmissziós elektronmikroszkópos (TEM) elemzést is érdemes végezni, mely során lokálisan látható a mikroszerkezet, a pakettek orientációja és térfogati hányada.

IV. Összefoglalás

- Szakdolgozatomban egy 0.16 m/m% C, 1.48 m/m% Mn, és 0.29 m/m% Si ötvözőtartalmú, léces martenzites acél deformációs mechanizmusait vizsgáltam a mikroszerkezet deformációtól függő változásainak tanulmányozásán keresztül.
- Ismertettem a belső feszültségeket, valamint az általuk okozott diffrakciós profilok tulajdonságait. Bemutattam a martenzites acélok, különös tekintettel a léces martenzites struktúra fontosabb jellemzőit, kutatásuk célját, és a bennük lejátszódó deformációs mechanizmusok felderítésére irányuló eddigi, dolgozatom témájával összefüggő fontosabb kísérleteket.
- Bemutattam a vizsgálataim során alkalmazott kísérleti technikákat, melyek közt kiemelten tárgyaltam a vonalprofil analízis módszerét. Részletesen ismertettem a vonalprofil analízis elméleti alapjait és azt, hogy hogyan lehet a mért röntgendiffrakciós spektrumokat a CMWP-módszerrel kiértékelni és meghatározni a mikroszerkezetet jellemző paramétereket, valamint vázoltam a röntgendiffrakciós mérések menetét.
- A kísérleti eredmények leírásával bemutattam, hogy a léces martenzit deformációs viselkedése leírható egy kompozit modellel, melyben a martenzitben található pakettek az orientációjuktól függően eltérő módon viselkednek.
- Megadtam a különböző kísérleti módszerekkel kapott eredmények összefüggő értelmezését, és a mikroszerkezeti paraméterek, valamint a léces martenzit szerkezete és a mechanikai tulajdonságok közti kapcsolatokat.
- A folyásfeszültség deformáció hatására történő változását a Taylor-egyenlettel jellemeztem, mely által megmutattam, hogy az α paraméterek változnak a deformáció során a kemény, ill. a lágy orientációjú pakettekben is.

Köszönetnyilvánítás

Elsősorban szeretném megköszönni témavezetőmnek, *Dr. Ungár Tamásnak*, hogy szakdolgozati munkámat a vezetése alatt készíthettem el, melynek során végig támogatott, tevékenységemet irányította, utat mutatott és a legkitűnőbb szakmai tudását átadva értékes tanácsokkal látott el.

Szeretném megköszönni társtémavezetőmnek, *Jóni Bertalannak*, hogy munkámat mindvégig figyelemmel kísérte és bármikor fordulhattam hozzá a munkám során felmerülő problémákkal. Emellett hálás vagyok érte, hogy mindig türelemmel fordult felém, és nemcsak szakmailag támogatott, hanem folyamatosan inspirált munkám kritikus pillanataiban is.

Köszönöm *Dr. Nguyen Quang Chinh*-nek a nanoindentációs kísérletek elvégzése és azok eredményeinek értelmezése során mutatott kedvességét és segítőkészségét; *Dr. Groma Istvánnak* és *Dr. Kovács Zsoltnak* a minták deformációjában nyújtott segítségét; *Dr. Dankházi Zoltánnak*, hogy lehetőséget biztosított az elektronmikroszkóphoz való hozzáférésre és *Német Anikónak* a SEM vizsgálatokban nyújtott segítségét; *Dr. Szabó Péternek* a próbatestek alapanyagának készítését.

Köszönetet szeretnék mondani továbbá szüleimnek és barátaimnak az egyetemi tanulmányaim során nyújtott támogatásukért és türelmükért, hiszen nélkülük e munka nem készülhetett volna el.

Irodalomjegyzék

- [1] S. Kartha, Disorder-driven Pretransitional Tweed Microstructures in Martensitic Transformations, Dissertation, Cornell University, 1994.
- [2] G. Roberts, G. Krauss, R. Kennedy, Tool Steels, 5th edition, ASM International, 1998.
- [3] G. B. Olson, G. B. Olson (Ed.) & W. S. Owen (Ed.) (1992). Martensite. Materials Park, OH: ASM International.
- [4] E. Macherauch, H. Wohlfahrt, U. Wolfstieg. Zur zweckmäßigen Definition von Eigenspannungen. Härtereitechn. Mitt. 28 (1973), pp. 201-211.
- [5] H. Mughrabi. Dislocation wall and cell structures and long-range internal stresses in deformed metal crystals. Acta Metall. 31 (1983), pp. 1367–1379.
- [6] T. Ungar, H. Mughrabi, D. Rönnpögel, M. Wilkens. X-ray line-broadening study of the dislocation cell structure in deformed [001]-orientated copper single crystals. Acta Metall. 32 (1984), pp. 333.
- [7] T. Ungar, H. Mughrabi, M. Wilkens, A. Hilscher. Long-range internal stresses and asymmetric X-ray line-broadening in tensile-deformed [001]-oriented copper single crystals: the correction of an erratum. Philos. Mag. A 64 (1991), pp. 495–496.
- [8] H. Mughrabi, T. Ungar, W. Kienle, M. Wilkens. Long-range internal stresses and asymmetric X-ray line-broadening in tensile-deformed [001]-orientated copper single crystals. Philos. Mag. A 53 (1986), pp. 793–813.
- [9] I. Groma. X-ray line broadening due to an inhomogeneous dislocation distribution, Phys. Rev. B 57 (1998), pp. 7535-7542.
- [10] I. Groma, T. Ungár, M. Wilkens. Asymmetric X-ray Line Broadening of Plastically Deformed Crystals. J. Appl. Cryst. 21 (1988), pp. 47-53.
- [11] I. Groma, G. Monnet. Analysis of asymmetric broadening of X-ray diffraction peak profiles caused by randomly distributed polarized dislocation dipoles and dislocation walls, J. Appl. Cryst. (2002). 35, pp. 589-593.
- [12] G. Krauss, Principles of Heat Treatment of Steel, ASM, Metals Park, OH, 1980, pp. 52.
- [13] G. R. Speich, W. C. Leslie. Tempering of steel. Metall. Trans. 3 (1972), pp. 1043-1054.
- [14] G. Krauss, A. R. Marder. The Morphology of Martensite in Iron Alloys. Metall. Trans. 2 (1971), pp. 2357.

- [15] G. Krauss. Martensite in steel: strength and structure. *Mater. Sci. Eng. A* 273–275 (1999), pp. 40–57.
- [16] S. Morito, H. Tanaka, R. Konishi, T. Furuhashi, T. Maki. The morphology and crystallography of lath martensite in Fe-C alloys. *Acta Mater.* 51 (2003), pp. 1789–1799.
- [17] L. Morsdorf, O. Jeannin, D. Barbier, M. Mitsuhashi, D. Raabe, C. C. Tasan. Multiple mechanisms of lath martensite plasticity. *Acta Mater.* 121 (2016), pp. 202–214.
- [18] S. Morito, X. Huang, T. Furuhashi, T. Maki, N. Hansen. The morphology and crystallography of lath martensite in alloy steels. *Acta Mater.* 54 (2006), pp. 5323–5331.
- [19] H. Ghassemi-Armaki, P. Chen, S. Bhat, S. Sadagopan, S. Kumar, A. Bower. Microscale-calibrated modeling of the deformation response of low-carbon martensite. *Acta Mater.* 61 (2013), pp. 3640–3652.
- [20] Y. Mine, K. Hirashita, H. Takashima, M. Matsuda, and K. Takashima. Micro-tension behaviour of lath martensite structures of carbon steel. *Mater. Sci. Eng. A* 560 (2013), pp. 535–44.
- [21] T. Ungár, S. Harjo, T. Kawasaki, Y. Tomota, G. Ribárik, Z. Shi. Composite Behavior of Lath Martensite Steels Induced by Plastic Strain, a New Paradigm for the Elastic-Plastic Response of Martensitic Steels. *Metall. and Mat. Trans. A* 48 (2017), pp. 159–167.
- [22] "Modulus of Elasticity or Young's Modulus - and Tensile Modulus for common Materials". The Engineering ToolBox. <http://www.engineeringtoolbox.com/>
- [23] B. E. Warren, X-ray Diffraction, Dover Publications, New York, 1969
- [24] G. Ribárik, T. Ungár. Characterization of the microstructure in random and textured polycrystals and single crystals by diffraction line profile analysis. *Mater. Sci. Eng. A* 528 (2010), pp. 112–121.
- [25] M. Wilkens. Fundamental Aspects of Dislocation Theory, Nat. Bur. Stand. Spec. Publ. Vol. II. No. 317. Washington DC. USA, 1970, pp. 1195–1221.
- [26] T. Ungár, A. Borbély. The effect of dislocation contrast on x-ray line broadening: A new approach to line profile analysis. *Appl. Phys. Lett.* 69 (1996), pp. 3173–3175.
- [27] T. Ungár, G. Tichy. The effect of dislocation contrast on X-ray line profiles in untextured polycrystals. *Physica Status Solidi (A)* 171 (1999), pp. 425–434.

- [28] T. Ungár, I. Dragomir, Á. Révész, A. Borbély. The contrast factors of dislocations in cubic crystals: the dislocation model of strain anisotropy in practice. *J. Appl. Cryst.* 32 (1999), pp. 992-1002.
- [29] G. K. Williamson, W. H. Hall. X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram. *Acta Metall.* vol. 1 (1953), pp. 22-31.
- [30] G. Ribárik, B. Jóni, T. Ungár – előkészületben.
- [31] J. B. Nelson, D. P. Riley. An experimental investigation of extrapolation methods in the derivation of accurate unit-cell dimensions of crystals. *Proc. Phys. Soc.* 57 (1945), pp. 160.
- [32] I. C. Dragomir, Dislocation contrast factors in cubic and hexagonal crystal systems, PhD Thesis, Eötvös Loránd University Budapest, Hungary, 2002.
- [33] G. I. Taylor. The Mechanism of Plastic Deformation of Crystals. *Proc. Roy. Soc.*, vol. A145 (1934), pp. 362-387.
- [34] S. A. Kim, W. L. Johnson, Elastic constants and internal friction of martensitic steel, ferritic-pearlitic steel, and α -iron, *Mater. Sci. Eng. A* 452–453 (2007), pp. 633–639.
- [35] E. Schafler, K. Simon, S. Bernstorff, P. Hanák, G. Tichy, T. Ungár, M. J. Zehetbauer. A second-order phase-transformation of the dislocation structure during plastic deformation determined by in situ synchrotron X-ray diffraction. *Acta Mater.* 53 (2005), pp. 315–322.
- [36] T. Ungár, A. D. Stoica, G. Tichy, X.-L. Wang. Orientation-dependent evolution of the dislocation density in grain populations with different crystallographic orientations relative to the tensile axis in a polycrystalline aggregate of stainless steel *Acta Mater.* 66 (2014), pp. 251–261.
- [37] H. Mughrabi. The α -factor in the Taylor flow-stress law in monotonic, cyclic and quasi-stationary deformations: Dependence on slip mode, dislocation arrangement and density. *Curr. Opin. Solid State Mater.* 20 (2016), 6, pp. 411-420.