

Melegszilárd acélok károsodásvizsgálatának metallográfiai módszerei Metallographic methods of damaging of heat resistant steels

Bíró Tamás, Dévényi László,

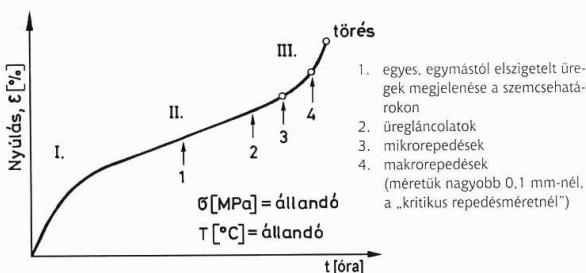
Kulcsszavak: Meleg szilárd acélok, károsodásvizsgálat, metallográfiai módszerek

Keywords: heat resistant steels, examination of damaging, metallographic methods

Bevezetés

A fémek károsodási mechanizmusai nagyon sokfélék lehetnek, amely mechanizmusok elsősorban az adott szerkezet igénybevételével hozhatók leginkább összefüggésbe. Vagyis többek között az egyes alkatrészekben ébredő mechanikai feszültségek nagysága, a feszültség eloszlása illetve időbeni változása, az üzemi hőmérséklet nagysága illetve az üzemi hőmérséklet időbeni változása, a környezeti hatások valamint az üzemidő nagysága együttesen károsítják az alkatrészeket.

A károsodási mechanizmusok közül kiemelkedő jelentőséggel bír a magas hőmérsékleten –például erőművekben- üzemelő csővezetékek károsodása. Ezeknek az alkatrészeknek a tönkremenetelét elsősorban a mechanikai fáradás, hőfáradás, kúszás és különféle korróziós folyamatok okozzák. Az egyes mechanizmusok viszonylag jól ismert módon károsítják a fémek anyagszerkezetét, azonban olyan vizsgálati módszerek, berendezések még csak nagyon korlátozottan állnak rendelkezésre, amelyek nagy biztonsággal meg tudják határozni a maradék élettartamot.



1. ábra: Kúszásgörbe

Növelt hőmérsékleten terhelt anyagokban az alakváltozás sokféle mechanizmus szerint mehet végbe. Amíg kb 0,4 homológ hőmérséklet alatt az alakváltozás gyakorlatilag tisztán diszlokációk csúszó mozgásával megy végbe, addig magasabb hőmérsékleten eltérő mechanizmusok okozhatják a képlékeny alakváltozást. [1]

Erőműi berendezésekben alkalmazott melegszilárd acéloknál már 500 °C körüli üzemi hőmérsékleten is jelentkezhet a szilárd oldat ötvözőkben való elszegényedése és ezzel együtt a szilárdság csökkenése. A magas hőmérsékleten történő karbidkiválás hatással van a szilárdsági és szívóssági értékekre is. [2] A karbidkiválásokon kívül a szemcsehatármenti üregképződés is fontos mikroszerkezeti változás, amely magas hőmérsékleten tartósan igénybevett alkatrészeknél előfordul. Az 1. ábra mutatja a klasszikus értelemben vett kúszásgörbét, ahol a szekunder szakaszban kezdődik meg a szemcsehatármenti üregek keletkezése, amelyek növekedésük során üregláncolatokat alkotnak. A kúszás előrehaladtával üregláncolatokból mikrorepedések keletkeznek, ahol már az alakváltozási sebesség megnövekszik (tercier szakasz). [3]

Az előzőekben említett karbidkiválási és üregesedési mechanizmusok alapvetően a szemcsehatárokon játszódnak le, ezért a szemcseszerkezet metallográfiai vizsgálata nagyon fontos része a károsodásanalízisnek. A következőkben, az ipari gyakorlatban leginkább használatos metallográfiai vizsgálati eljárásokról nyújtunk egy rövid összefoglalást, kiemelve az egyes eljárások gyakorlati használhatóságát és a kinyerhető információkat.

Optikai mikroszkópia a metallográfiában

Az üzemi gyakorlatban a La Chetaliere rendszerű vagy más néven fordított mikroszkóp használatos. A megvilágító fénynyalábot egy plánpáralel üveglemezen át az objektív lencsén keresztül vezetjük a minta felszínére. A mintáról visszaverődő fénysugarakból ugyanez az objektív lencse állít elő képet. A leképező rendszer felbontóképességének korlátozottsága miatt az optikai mikroszkóp hasznos nagyítása maximum kb. 2000-szeres lehet. Az optikai mikroszkópos vizsgálat másik korlátja a kis mélységélesség, ami 1-10 μm között van. Ez utóbbi tulajdonság indokolja azt, hogy optikai mikroszkóppal csak simára csiszolt és polírozott síkfelületű minták vizsgálhatók. [4]

A polírozott illetve a polírozott és maratott csiszolatok optikai mikroszkópos vizsgálata a károsodásanalízis során már rutin feladat. A metallográfiai vizsgálat a fémek szövetszerkezetéről ad

Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Anyagtudomány és Technológiai Tanszék, 1111 Budapest Bertalan Lajos u. 7.

információkat a vizsgálatot végző személy számára.

A mikroszkópia információkat nyújthat a gyártástechnológiával-, és a hőkezeléssel kapcsolatban is, de az üzemelés során bekövetkező oxidáció, korrózió illetve a felület alakítási keményedése is megállapítható. A legtöbb esetben érdemes a töretfelülettől távolabbi helyen is megvizsgálni a szövetszerkezetet, és összehasonlítani a töretfelület környezetében lévő szövetszerkezettel.

Például egy törött kazáncső vizsgálatánál során célszerű a károsodástól távoli helyről is mintát kivenni abból a célból, hogy el lehessen dönteni, hogy a károsodás helyi anyaghibából, vagy esetleg üzem közben bekövetkezett túlhevítésből származhat. Az optikai mikroszkópos vizsgálat széles körben elterjedten alkalmazott eljárás a károsodásanalízis gyakorlatában, mivel kiemelkedően alkalmas azon hibák kimutatására, melyek a károsodást illetve a tönkremenetelt okozhatták. Zárványok, kiválások, karbon dúsulás/elszegényedés, nem megfelelő hőkezelés, szemcsehatármenti korrózió és még számos egyéb metallurgiai okokra visszavezethető hiba mutatható ki mikroszkópos vizsgálatokkal. Az előbb felsorolt minőségi információkon túl számos mennyiségi információ is nyerhető mikroszkópos vizsgálatból: kéreg vastagság, bevonat vastagság, szemcseméret meghatározás, hőhatási övezet méretének meghatározása stb. A metallográfiai vizsgálat abban az esetben is hasznos, amikor valamilyen más kvantitatív mikroanalízist végeznek el a vizsgált darabon. [2]

Pásztázó elektronmikroszkópia a metallográfiában

Gyakran előfordul a gyakorlatban, hogy olyan jelenséget, tulajdonságot kell vizsgálnunk, amelynek éppen a felületi egyenetlenségben van a lényege. Ilyen pl. a töretfelületek elemzése, amely a károsodásanalízis során elég gyakran előforduló feladat. Erre a célra az optikai mikroszkóp a kis mélységélessége miatt nem alkalmas, helyette ezekben az esetekben a pásztázó elektronmikroszkóp használata célszerű. A pásztázó elektronmikroszkóp (Scanning Electron Microscope - SEM) olyan berendezés, amelyben egy jól fókuszált elektronnyaláb végigpásztazza a vákuumban lévő vizsgálandó minta felületét. Ennek a sugárzásnak a hatására elektronok lépnek ki a minta felszínközeli rétegeiből. A pásztázással szinkronban egy másik elektronnyaláb egy monitor képernyőjét pásztazza, a mintából kilépő elektronok számával arányos intenzitással. Így a monitoron megjelenik a vizsgált minta felszínének képe.

A pásztázó elektronmikroszkóp hatékonysága elsősorban az elérhető nagyításnak és mélységélességnek köszönhető. Az optikai mikroszkóppal szemben, mellyel maximum 2000-szeres nagyítás és 1-10 μm mélységélesség érhető el, a SEM nagyítása elérheti a 200 000-szerest is, illetve a mélységélessége kis nagyításoknál akár 3-4mm is lehet. Ez a mélységélesség plasztikus térhatású képek megjelenítését teszi lehetővé. [2]

A pásztázó elektronmikroszkópia egyik előnyös tulajdonsága, hogy a legtöbb mintát különösebb előkészítés nélkül lehet vizsgálni. A minta-előkészítés sokkal szigorúbb követelmények szerint zajlik, ha kvantitatív mérést akarunk végezni, azonban ezekkel a mérésekkel jelen tanulmányban nem foglalkozunk.

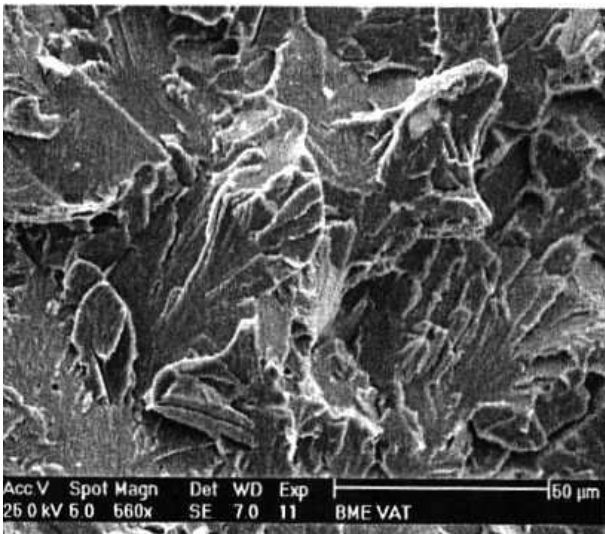
A mintával szemben támasztott követelmény, hogy elektromosan vezető legyen, és elektromosan ne töltődjön fel. Ha ez a feltétel nem teljesül, akkor a minta felületét elektromosan vezető réteggel kell bevonni, továbbá a minta földelését is meg kell oldani. A minta felületének vezető réteggel való bevonására két eljárás terjedt el: az aranyozás és a karbon gőzölögtetés.

Az aranyozás során egy katódporlasztó berendezés segítségével néhány nanométer vékony aranyréteget visznek fel a minta felületére. Ez a vékony réteg nem torzítja a minta felületi viszonyait, viszont elektromosan vezetővé teszi a felszínt. A másik módszer a szénréteggel való bevonás, amely során nagy tisztaságú kARBONT gőzölögtetnek a minta felszínére. Ennek a bevonatnak kevésbé jók a fizikai tulajdonságai, mint az aranyé, viszont lehetőséget nyújt a bevonat kémiai elemzésére, mivel a karbon kevésbé okoz energiavesztést a belépő elektronnyalábnak, és kevésbé abszorbeálja a mintából kilépő röntgensugárzást.

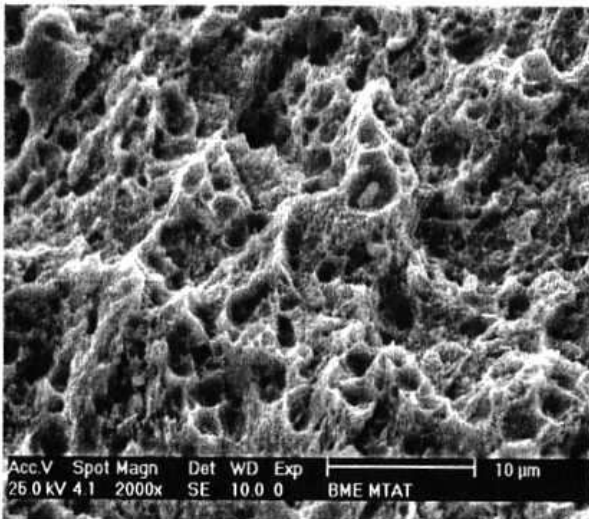
Amennyiben csak pásztázó elektronmikroszkópos felvételt készítünk, akkor kedvezőbb az arany vezetőréteg, mert a nagy rendszámú elemek szekunderelektron-hozama jobb, mint a széné. [5]

A nagy mélységélesség elsősorban a töretfelületek vizsgálatánál használható ki. A következő ábrák szívós illetve rideg töretfelületekről készült felvételeket mutat.

Az 50 eV-nál kisebb energiájú elektronokat egyezményesen *szekunder elektronoknak* nevezik. A szekunder elektronok a minta felszínének geometriai egyenetlenségeiről hordoznak információt, és velük készíthetjük a legjobb felbontású képet, tekintettel arra, hogy a kis energiájuk miatt kisebb mintapontokból származnak, mint a többi jel.



2. ábra: Rideg töretfelület SEM felvétele



3. ábra: Szívós töretfelület SEM felvétele

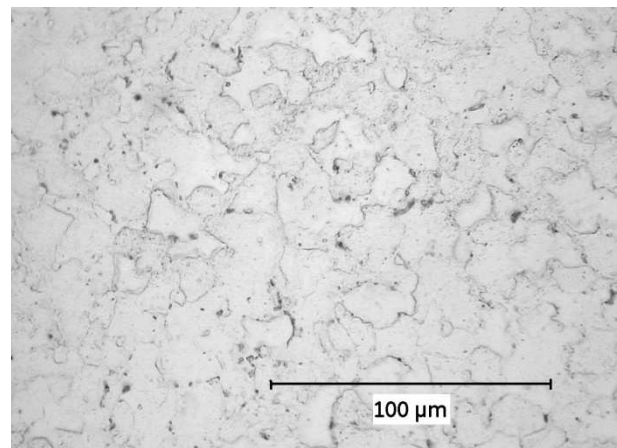
A minta felszínét elhagyó 50 eV-nál nagyobb energiájú elektronok tartoznak a *visszaszórt elektronok* csoportjába. Szemben a szekunder elektronokkal, a felszíni információkon kívül kémiai összetéti információt is hordoznak magukban. Ez teszi a visszaszórt elektronokat az elektronsugaras mikroanalízis fontos segédeszközévé. A visszaszórt elektronok a szekunder elektronokkal ellentétben erős rendszámkontrasztot mutatnak, vagyis a mikroszkópi felvételen a magasabb rendszámú elemekben dús terület világosabban jelenik meg, az alacsonyabb rendszámú elemekben dús területekhez képest. További előnyös tulajdonsága a visszaszórt elektronoknak, hogy a minta elektromos feltöltődése miatti műtermékek lényegesen ritkábban következnek be, mint a szekunderelektronok esetén. [5]

Replika vizsgálatok

A hagyományos metallográfiai mintakészítés velejárója, hogy az anyagból ki kell vágni a mintát. Ez a módszer nem mindig alkalmazható, mert roncsolja a vizsgálandó berendezést.

Sok alkalmazás megkívánja, hogy materialográfiai vizsgálatot végezzünk anélkül, hogy az alapanyagot roncsolásnak tennénk ki. Ezekben az esetekben a roncsolásmentes módszert kell alkalmazni.

Helyszíni minta-előkészítést a gyakorlatban elsősorban az erőművek, olajkutató tornyok, hidak, repülőgépek stb. minőségellenőrzési vizsgálatainál alkalmaznak. A helyszíni minta-előkészítést egyrészt a vizsgálandó darab nagy mérete indokolhatja, másrészt pl. üzemképességi állapot illetve maradék élettartambecslés meghatározása esetén a roncsolásos mintavételre biztonsági és gazdasági okokból sincs lehetőség. A roncsolásmentes mintakészítési módszer lehetővé teszi, hogy a szükséges ellenőrzéseket a helyszínen elvégezhessék. A helyszíni minta-előkészítés legismertebb módja a replikavizsgálat, amellyel csak a vizsgálandó alkatrész felületének a metallográfiai vizsgálatát lehet elvégezni. Az eljárás lényege, hogy a vizsgálni kívánt alkatrész felületét a helyszínen készítik elő – csiszolják, polírozzák, maratják. Majd az előkészített felületről egy speciális negatív lenyomatot készítenek – ezt nevezzük replikának – amelyet laboratóriumban mikroszkópi csiszolathoz hasonlóan vizsgálnak. Az 4. ábra. ábra egy erőműi melegszilárd acélcső replikafelvételét mutatja.



4. ábra: Replika mikroszkópi felvétele

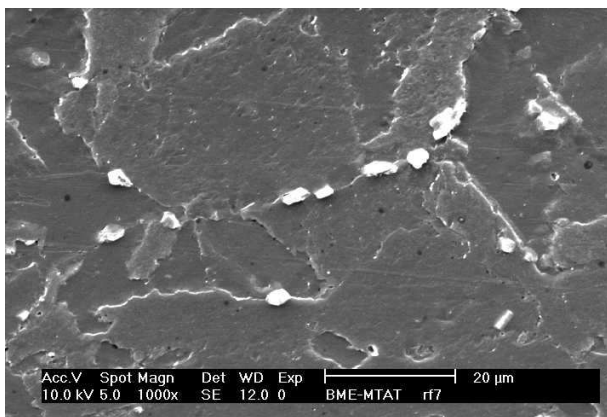
A replikavizsgálat nagy előnye, hogy a vizsgálandó alkatrész roncsolása nélkül lehet a szövet-szerkezetéről felvételt készíteni. Nagy hátránya viszont az, hogy a vizsgálat eredményessége nagyban függ a minta előkészítéstől, továbbá az optikai mikroszkóp felbontóképessége határt szab az eljárás felbontóképességének. A hátrányok között említendő, hogy a szemcsehatárokon lévő

apró kiválások és üregek nehezen különböztethetők meg egymástól.

Az előzőekben felsorolt hátrányok nagy részét ki lehet küszöbölni, amennyiben a replika felületére elektromosan vezető anyagot – például aranyat – gőzöltetünk. Ez a módszer egyrészt az optikai mikroszkópi vizsgálat esetén is javítja a felvétel kontrasztosságát, másrészt a vezető felületi réteg lehetővé teszi a replika pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálatát is [6]. Az 5. ábra az előzőekben bemutatott replika aranyozását követően készített SEM felvételét mutatja.

A felvételen jól látható, hogy a vezető réteggel begőzöltötött replika SEM vizsgálata sokkal több részletet tesz láthatóvá a mikroszerkezetből, mint az optikai mikroszkópos vizsgálat. Vagyis kihasználható a SEM eljárás jobb felbontóképessége.

A következőkben az eddig tárgyalt vizsgálati eljárások összehasonlítása következik egy üzemi körülmények között károsodott erőművi csővezeték metallográfiai vizsgálatán keresztül.



5. ábra Aranyozott replika SEM felvétele

Kísérleti munka

A vizsgált minta, egy erőműben üzemi körülmények között károsodott főgőzvezetékbeli került kimunkálásra, amely csővezetéknek a tönkremenetelét nagy valószínűséggel kúszás okozta. A vizsgált alapanyag egy gyengén ötvözött alacsony Cr-Mo-V tartalmú melegszilárd ötvözet, amelynek a fő összetevőit az alábbi 1. táblázat mutatja. [7]

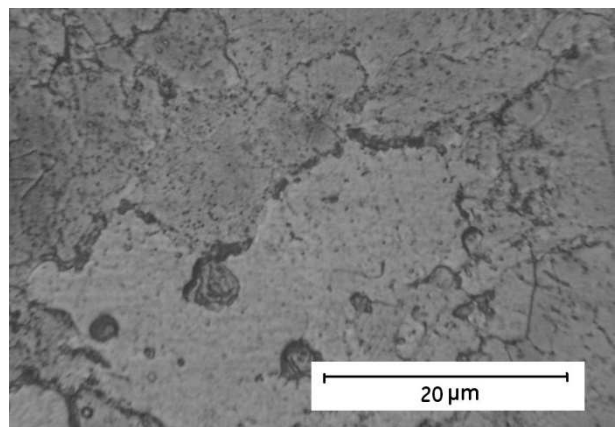
A vizsgálat sajátossága az, hogy a következőkben bemutatott felvételek a vizsgált minta ugyanazon szemcséiről készültek, így jól összehasonlíthatók az egyes eljárások egymással gyakorlati használhatóság szempontjából.

1. táblázat: A vizsgált minta fő ötvözői

| | Si | Mo | V | Cr | Mn | Fe |
|---------|-----|------|------|------|------|---------|
| Tömeg % | 0.6 | 0.47 | 0.38 | 0.69 | 1 | maradék |
| Atom % | 1.2 | 0.27 | 0.42 | 0.73 | 1.01 | maradék |

Optikai mikroszkópos vizsgálat

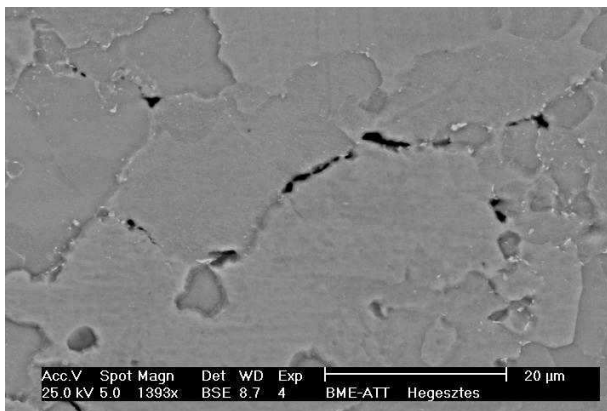
A minta optikai mikroszkópos vizsgálata tipikusan kúszással károsodott szövetszerkezetet mutat. A szemcsehatárokon különféle kiválások és mikroüregek láthatóak, amelyeket azonban nem lehet egyértelműen megkülönböztetni egymástól. Az alábbi ábra az optikai mikroszkópi felvételt mutatja, amely 1000x nagyítással készült. Alacsonyabb nagyítási értékek esetén, a kiválások és üregek még kevésbé különböztethetők meg egymástól. Ahogy az a mérnöki gyakorlatból ismert, az optikai mikroszkópia alapvetően a szemcseszerkezet vizsgálatára használatos. Kevébé alkalmas a szemcsehatárok vizsgálatára, illetve a szemcsehatárokon kivált karbidok és mikroüregek tanulmányozására.



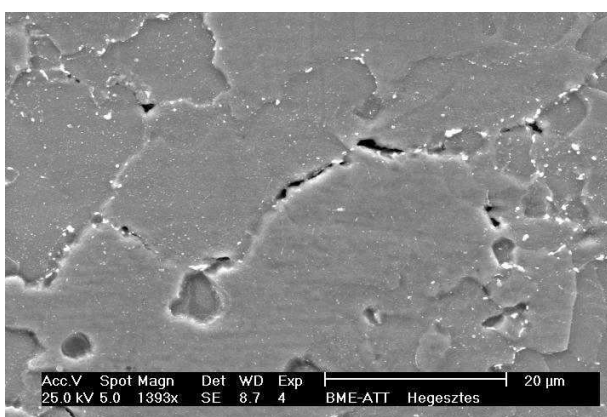
6. ábra: Erőműben károsodott csővezeték optikai mikroszkópos felvétele

Pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálat

Ahogy az már a korábbiakban elhangzott, a pásztázó elektronmikroszkópia (SEM) egyre nagyobb térrel hódít a metallográfiai vizsgálatok terén. Jelen esetben az optikai mikroszkópnál lényegesen jobb felbontóképességét, a jobb képminőséget illetve a különböző (visszaszórt elektron-BSE, szekunder elektron-SE) üzemmódokat tudjuk kihasználni. A SEM működéséből adódik, hogy a visszaszórt elektron (BSE) üzemmódban a szemcsehatármenti mikroüregek sötét foltokként jelennek meg a felvételen, viszont ebben az üzemmódban a különféle kiválások nem láthatóak. A szekunder elektron (SE) üzemmódban is sötét foltoknak látszanak az üregek, azonban a különféle karbid kiválások világos színben jelennek meg a felvételen. Vagyis összefoglalva a fentieket, a két üzemmód kiegészíti egymás hiányosságait az üregek és a kiválások vizsgálata során. Az alábbi ábrákon a vizsgált minta SEM felvételei láthatók.



7. ábra: SEM felvétel visszaszórt elektron üzemmódban



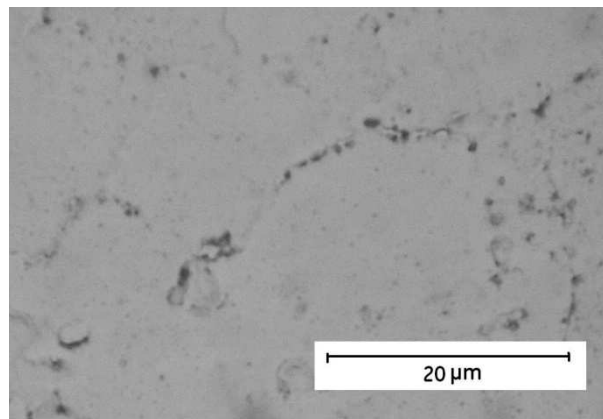
8. ábra: SEM felvétel szekunder elektron üzemmódban

Replika vizsgálata

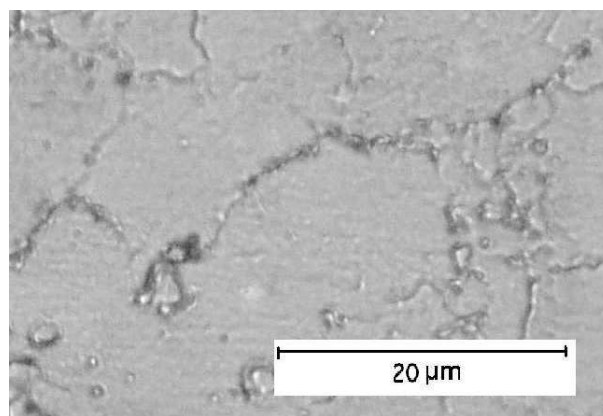
A replika vizsgálat nagy előnye az erőművi berendezések állapotának ellenőrzése során, hogy egy helyszínen elvégezhető roncsolásmentes vizsgálat. A replika sajátossága, hogy, éppen fordított állású képet ad, mint a csiszolatról készült felvételek, hiszen a replika a valós felület lenyomata. Mivel a replikák alapvetően nem elektromosan vezető anyagból készülnek, ezért csak optikai mikroszkóppal vizsgálhatók. Az 9. ábra mutatja a vizsgált mintáról készült replika optikai mikroszkópi felvételét 1000x nagyításban. A fémréteggel való begőzölgtetés a optikai mikroszkópos replika vizsgálat során is előnyös, hiszen sokkal élesebbek a kontrasztok ez utóbbi esetben. Lásd 10. ábra.

A felületi vezető rétegnek köszönhetően, a replikák is vizsgálhatók pásztázó elektronmikroszkóppal. Az alábbi 11. ábra. mutatja, hogy ebben a nagyítási tartományban jól előkészített replika esetén az eredeti csiszolathoz hasonló minőségű felvételek készíthetők SE üzemmódban.

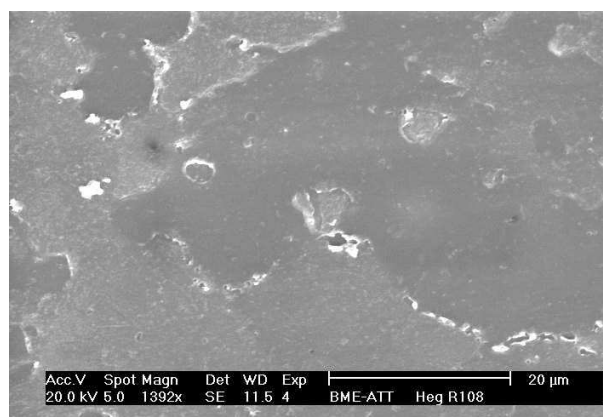
A vizsgálat során ügyelni kell arra is, hogy a vizsgálat során a replika mintát érő hőterhelés miatt a replika károsodhat. Ez a kezdeti jelenség látható a 12. ábrán. A nagyítási érték csökkentését követően látható a mintán a téglalap alakú károsodott rész. Hosszú idejű vizsgálat a minta teljes tönkrementeléhez vezethet.



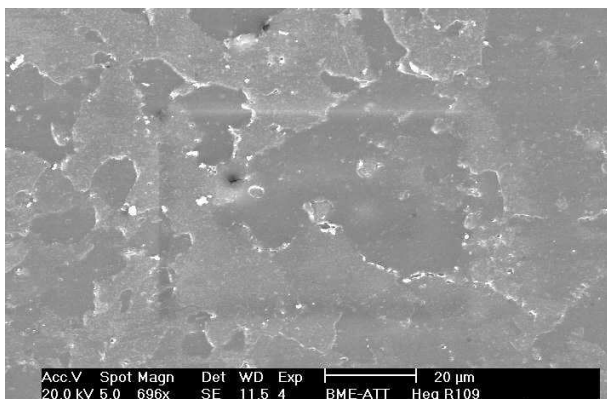
9. ábra: Replika optikai felvétele



10. ábra: Aranyozott replika optikai felvétele



11. ábra: Replika SEM felvétele



12. ábra: Replika SEM felvétele

Összefoglalás

Jelen tanulmány célja áttekinteni a károsodás-analízisben használatos - de elsősorban a magas hőmérsékleten bekövetkező anyagkárosodási mechanizmusok metallográfiai módszereit. Egy erőműben üzemi körülmények között károsodott minta vizsgálatán keresztül hasonlítjuk össze a különböző eljárásokat, elsősorban a gyakorlati hasznosíthatóság illetve a felvételekből kinyerhető információk szempontjából.

A kimunkált mikroszkópi csiszolaton végzett optikai mikroszkópos és SEM vizsgálatok alapvetően azokban az esetekben használhatók leginkább, amikor már tönkrement berendezés károsodás-analízisét végzik, ezért a vizsgálandó minta kimunkálása nem okoz problémát. A SEM eljárás nagy mélységélesség és a két különböző üzemmódnak köszönhetően alkalmas a melegszilárd acélok szemcsehatárainak vizsgálatára.

A helyszíni vizsgálatok közül a replika eljárás a legelterjedtebb, amelynek gyakorlati használhatósága jelentősen fokozható a felületére gőzölögtetett aranyréteggel. Ez utóbbi módszer lehetővé teszi a replika SEM vizsgálatát.

Irodalomjegyzék

- [1] Prohászka János: A fémek és ötvözetek mechanikai tulajdonságai, Műegyetemi Kiadó, 2001.
- [2] ASM Handbook - 11. vol., Failure analysis and prevention / Gordon W. Powell [et al. 1
- [3] Ginsztler, Hidasi, Dévényi: Alkalmazott anyagtudomány, Műegyetemi Kiadó, 2000.
- [4] Gillemot László: Anyagszerkezettan és Anyagvizsgálat, Nemzeti Tankönyvkiadó, Budapest.
- [5] Pozsgai Imre: A pásztázó elektronmikroszkópia és az elektronsugaras mikroanalízis alapjai, Budapest : ELTE Eötvös K., 1995
- [6] Biro T, Dévényi L. : Kriechenkavitätpfung mit Raster Elektronmikroskop, Wissenschaftliche Mitteilungen der 14. Frühlingsakademie, p 14-19. ISBN 963 86234 5 4
- [7] Bíró T: Investigation of Microcavities in Heat resistant Steels Gépészet 2002 Proceedings of Third Conference on Mechanical Engineering, Budapest University of Technology and Economics, National Technical Information Centre and Library, Budapest, 2002. Vol. 2. p 119-122,