

MONOCAP OPTIKA ALKALMAZÁSA RÖNTGENDIFFRAKCIÓS VIZSGÁLATOKNÁL
APPLYING MONOCAP OPTIC FOR X-RAY DIFFRACTION EXAMINATIONS

MERTINGER VALÉRIA¹, SÓLYOM JENŐ², BENKE MÁRTON³

Kulcsszavak: röntgendiffrakció, MonoCap, Euler bölcső

Keywords: X-ray diffraction MonoCap, Eulerian cradle

Abstract

The typically non-powder diffraction application fields of the X-ray diffractometer equipped with a MonoCap collimator and an Eulerian cradle operating in the LISA (Complex Laboratory of Image- and Structure Analysis) laboratory of the Institute of Physical Metallurgy, Metalforming and Nanotechnology of the University of Miskolc will be presented through 7 practical examples. The two additional components make the device suitable for selective examinations of a few mm² area. Our examples include qualitative and quantitative phase analysis, elastic residual stress measurements and crystalline-amorphous ratio determinations. One part of the presented results are connected to industrial problems while the other part is connected to basic, applied researches.

Összegzés

7 gyakorlati példán keresztül mutatjuk be a Miskolci Egyetem Fémtani, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézetének LISA (Complex Laboratory of Image- and Structure Analysis) laboratóriumában működő, MonoCap kollimátorral és Euler bölcsővel felszerelt röntgen diffraktométer, jellemzően nem pordiffrakciós alkalmazási lehetőségét. E két szerkezeti elem a berendezést alkalmassá teszi szelektív, néhány mm²-nyi felület besugárzására. Példáink minőségi, mennyiségi fáziselemzést, rugalmas maradó feszültség mérést és kristályos-amorf hányad meghatározást foglalnak magukba. A bemutatott eredmények egyik része ipari problémához, míg másik része alapkutatáshoz, alkalmazott kutatáshoz kötődik.

BEVEZETÉS

¹ Egyetemi docens, PhD, Miskolci Egyetem Fémtani, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézet, femvali@uni-miskolc.hu

² tudományos munkatárs, MTA-ME Anyagtudományi Kutatócsoport

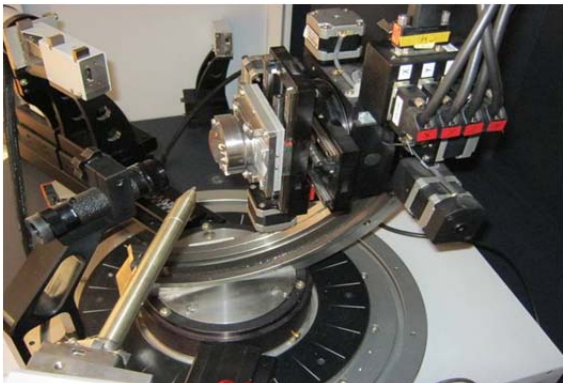
³ tudományos munkatárs, PhD, Miskolci Egyetem Fémtani, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézet

A röntgendiffrakciós vizsgálati módszer Magyarországon is az egyik legelterjedtebb finomszerkezet vizsgáló technika, köszönhetően a relatíve egyszerű üzemeltetésnek és könnyű kezelésnek. Az új diffraktométerek már sugárvédelem szempontjából is egyszerűbb esetek, a korábbi évekkel ellentétesen olyan biztonsági rendszerrel vannak ellátva, minek köszönhetően ANTSZ engedélyére vonatkozó mentességgel rendelkeznek. A vizsgálati módszer eszköz és szoftver specifikusan igen sokoldalú. Legelterjedtebbek a kvalitatív, kvantitatív fázisanálízisre alkalmazott por-diffraktométerek. Ezek az eszközök nem csak a kutató laboratóriumokban fordulnak elő, de ipari gyártásközi ellenőrzésre is igen elterjedtek. A minőségi, mennyiségi fázisanálízis rutinszerű gyakorlása mellett a pordiffraktométerekkel azonos módon működő polikristályos tömbi anyagokat vizsgáló diffraktométereknél egyedinek számít a szerkezetleírás vagy a szemcseszerkezet, diszlokáció sűrűség, textúra és a rugalmas feszültség vizsgálata. Míg a jellemzően pordiffrakciós vizsgálati módszereknel az eredmény gyakorlatilag már a minta előkészítésnél determinálódik, az utóbbi, sokkal inkább tömbi mintákon végzett méréseknél ez egyáltalán nincs így. Fordítva is igaz, pordiffrakciónál a minta előkészítés rituáléját betartani szigorúan kötelező, míg tömbi minták esetén számos kompromisszumot kell kötni. Az esetek nagy többségénél a vizsgálandó effektust persze a minta tömbi jellege hordozza. Nehezen értelmezhető harmadrendű feszültség vagy diszlokáció-sűrűség pormintán. Porvizsgálatoknál jellemző a 0,5-2 cm²-es foltméret használata, a statisztikus mérési jelleget erősítve, illetve a mérési idő csökkentése érdekében. Tömbi minták esetében a vizsgálandó problémától függően a szelektív területű diffrakciós eredmények is lehetnek érdekesek. A szelektív terület mérete a röntgensugár szóródási tulajdonságából adódóan néhány mm²-nyi felület. A sztenderd pordiffraktométerek erre a feladatra nem alkalmasak. Egyrészt a kicsi foltméretet csak résekkel tudják biztosítani, ami drasztikusan csökkenti a diffraktált sugárzás intenzitását, illetve növeli a mérési időt, másrészt a mintapozíció finom és detektálható változtatását nem tudják biztosítani.

A következő összefoglalónkban bemutatjuk a szelektív területű diffrakciós vizsgálatra alkalmas összeállítást és 7 konkrét vizsgálati eredményen keresztül példákat mutatunk gyakorlati alkalmazhatóságára.

A VIZSGÁLATI MÓDSZER BEMUTATÁSA

A szelektív területű röntgendiffrakciós vizsgálatra alkalmas berendezés az Miskolci Egyetem Anyagtudományi Intézetének Komplex Képelemző és Szerkezetvizsgáló (LISA) Laboratóriumában működik, mely az országos NEKIFUT regiszterben [1] a stratégiai kutatási infrastruktúra (SKI) besorolást kapta. A berendezés Bruker D8 Advance típusú diffraktométer Euler bölcsovel és MonoCap primér sugár kollimátorral kiegészítve lényegében a D8 Discover típusnak felel meg. A berendezésről készült felvételt mutatja az 1. ábra. A Discover kiépítés kulcs eleme az x, y, z, phi, chi irányú mozgatást biztosító mintatartó és ehhez járul még az 1 mm átmérőjű sugárkilépő nyílással rendelkező kollimátor. A beesési szögtől függően ennek megfelelően néhány mm²-nyi minta-felületre esik a röntgensugár. A kollimátor egy kapilláris, melynek faláról teljes visszaverődéssel halad a sugár, ezáltal a kilépő intenzitás jóval nagyobb értékű, mint egy ugyanilyen méretű rés esetén.



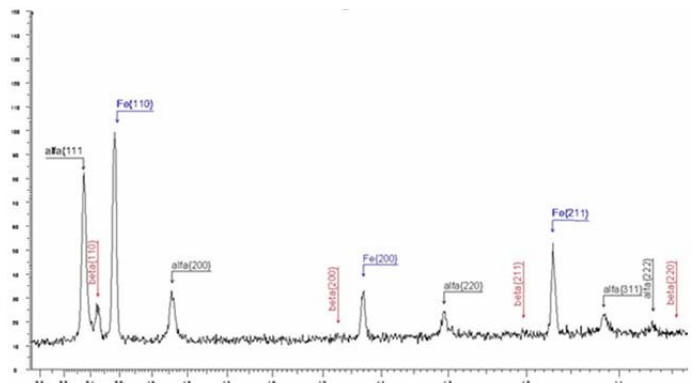
1. ábra A Bruker D8 Advance diffraktométer Euler bölcsovel és MonoCap kollimátorral
Figure 1. The Bruker D8 Advance diffractometer with the Eulerian cradle and the MonoCap collimator

A bemutatott gyakorlati példánál alkalmazott mérések Co K α sugárzással készültek 40 kV és 40 mA gerjesztés mellett. A mérések kiértékeléséhez az EVA, DQANT, APX63, EDSTRESS, és STRESS szoftvereket használtunk. A példák között vannak ipari problémához kapcsolódó és alapvető vizsgálatok is. A részletek az idézett irodalmakban megtekinthetők.

A MÓDSZER ALKALMAZÁSA A GYAKORLATBAN

Jelen esetben a kisátmérőjű sugárnyalábnak köszönhetően, görbült felületek mérésekor a sugár

által érintett, a fókuszsióból kieső rész a legtöbb esetben elhanyagolható hibát okoz. Az első mérési példa Ø2 mm-es acélhuzal vékony felületi sárgarézbevonatának fázisazonosítását mutatja (2. ábra). A hőkezelt állapottól függően α és β sárgaréz jelenik meg a felületen, melynek mennyisége a termék minősítési feltétele.

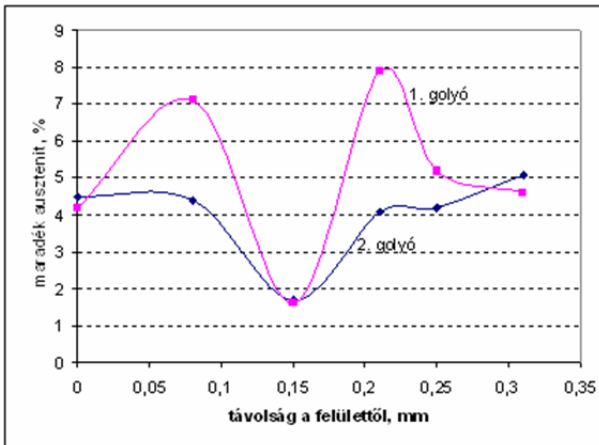


2. ábra Ø2 mm-es acélhuzal vékony felületi sárgarézbevonatának fázisazonosítása
Figure 2. The phase analysis of the thin brass surface layer of a steel wire with Ø2 mm diameter

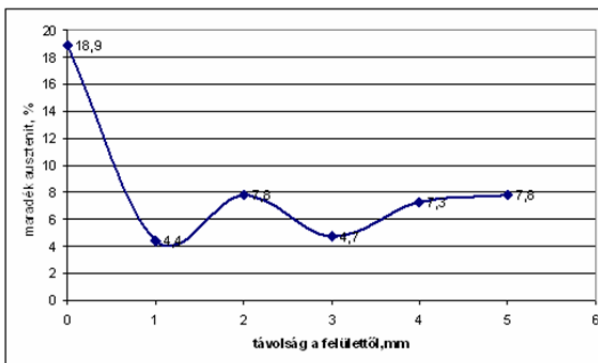
A következő példa szintén egy olyan mérési eredményt mutat be, mely egyben minősítési követelmény is. Csapágy alkatrészekben a maradék ausztenit tartalom jellegzetes szerepet játszik. Egyrészt az üzem közbeni melegedés hatására az edzett, megeresztett szövetben lévő maradék ausztenit bomlásnak indulhat. A folyamat térfogat növekedéssel jár, mely csapágyak esetén nem megengedett, másrészt bizonyos mennyiségű maradék ausztenit növeli a fárasztó igénybevétellel szembeni ellenállást. Ezért a csapágy részekről (golyó, görgő, külső, belső gyűrű) függően a megrendelők különböző mennyiségre írják elő a maradék ausztenit mennyiségét, egyes esetekben max.1-2% más esetekben esetleg 12 - 18 % közötti értékre. A bemutatott mérést Ø7mm golyó mintán végeztük el, ebben az esetben is a kis átmérőjű sugárnyaláb előnyét használhattuk ki. Ez esetben a metallográfiai minta előkészítéséről le kell mondanunk, mert az eljárás maga is módosíthatja az ausztenit mennyiségét. Az sem szokott közböbs lenni, hogy milyen az ausztenit mennyiségi eloszlása a mintadarabon belül. Ehhez kémiai maratással történő rétegtávoltítás után végeztünk ismételt méréseket, s az eltávolított rétegvastagsággal korrigálva a mintapozíciót, a mérések alapján kaptuk a 3. ábra szerinti számítási eredményeket.

A harmadik példa szintén maradék ausztenit eloszlásának vizsgálatáról szól. Közepesen ötvözött (ötvözőtartalom 5-6%) edzett, megeresztett állapotú nagy átmérőjű hengeres darab felületéből

kb. 7-8 mm mélységig terjedően darabok törtek ki. Az első vizsgálat során a henger felületén végzett méréssel megállapították, hogy a henger maradék ausztenit tartalma 18%. A MonoCap segítségével mi a felülettől befelé haladva 1mm-enként tudunk maradék ausztenit mennyiséget meghatározni. Az eredményt mutatja az 4. ábra. A maradék ausztenit tartalom a felületen azért lehet nagy, mert a felületi intenzív megmunkálás (köszörülés) hatására a felület vékony rétegben oly mértékben hevült fel, hogy ausztenitesedett, s a nagy tömegű, fémes hőelvonó közeg hatására ez a réteg beedződött. Az 5. ábrán látható a kb 5-10 mikrométer vastag martenzites réteg. Az adott ötvöztartalom esetén a megeresztés nélküli martenzit mellett a nagy maradék ausztenit mennyiség természetes. A felülettől 1mm-rel beljebb a maradék ausztenit tartalom kb. egyenletes eloszlást mutat. A tönkremenetel valószínű oka a felületközeli nagy maradék hőfeszültség lehetett.



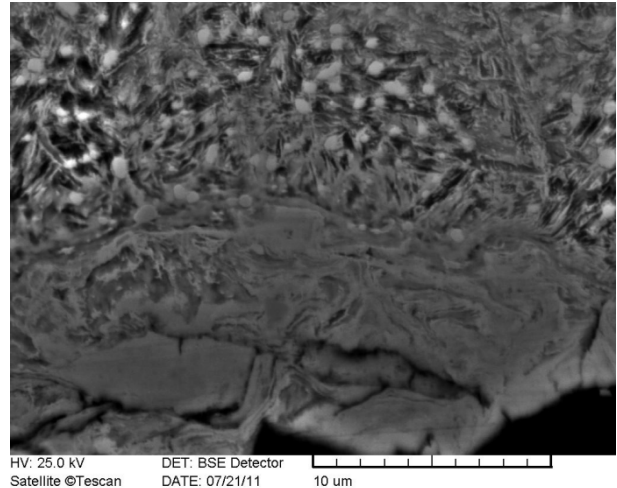
3. ábra Golyóscsapágy golyók felületi és felület alatti maradék ausztenit tartalma
Figure 3. The residual austenite content on the Surface and in the subsurface of a bearing ball



4. ábra Nagyátmérőjű hengeres darab maradék ausztenit tartalma
Figure 4. The residual austenite content of a large diameter cylindrical component

A következő példa tömbi amorf ötvözetek (Cu-Zr) előállításánál alkalmazott módszert mutat

be. Centrifugál öntéssel készített ék alakú mintadarabok hossza 30 mm szélessége 20 mm legnagyobb vastagsága 3 mm. Ezek szerkezete a hülési viszonyoknak megfelelően változik az ékróba vastagságának függvényében. Az ék keresztmetszetén, a 6. ábra szerinti, a hely függvényében felvett diffrakciós profil értékelése alapján az amorfizálható mintavastagság meghatározható [2,3].



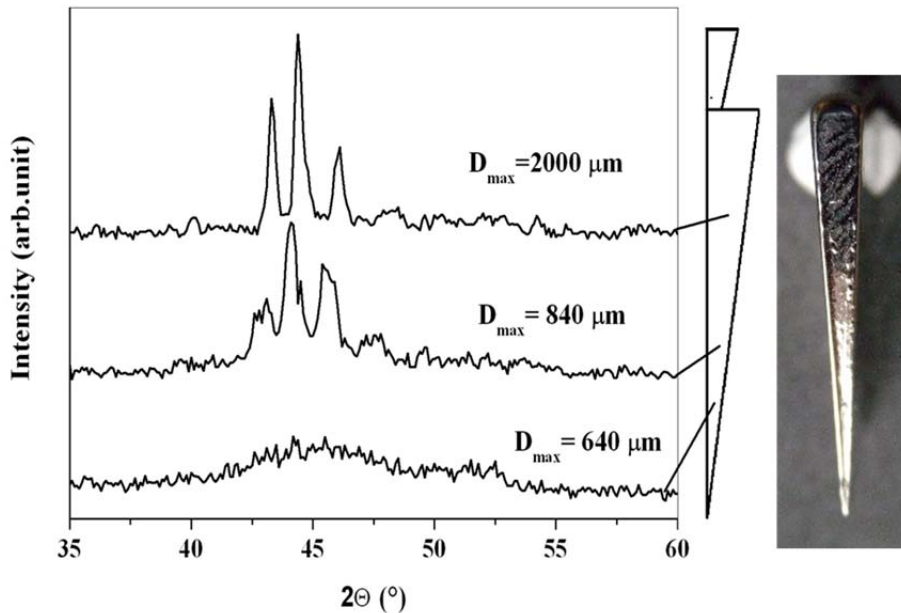
5. ábra Hengeres darab szövetszerkezete
Figure 5. Microstructure of a cylindrical component

A következő példa is kis térfogaton belüli fázisazonosításról szól, a mintához rögzített helykoordináta rendszerben. Saválló, ausztenites acéلبól centrifugál öntéssel készült krakkoló kemence konvekciós zónájában működő acélső falában a működés közben fellépő eróziós, oxidáló hatás következtében az ausztenit fázis koncentrációja megváltozik, minek következtében fázisátalakulás történik, ferrit és martenzit fázisok jelennek meg, a csőfal ferromágneses lesz. A fázisátalakulás következtében megváltozik a cső keménysége, kopásállósága, mikrofeszültségek, lokális deformációk alakulnak ki. A csőfal vastagsága helyileg lecsökken, ahol pedig a degradáció nagyobb mértékű, a cső kilyukad [4]. A 7. ábrán látható az elvékonyodott cső metszeti csiszolata, az arról készült két röntgendiffrakciós felvétel, valamint 20 mérési pontból számított ausztenit mennyiségi értékek.

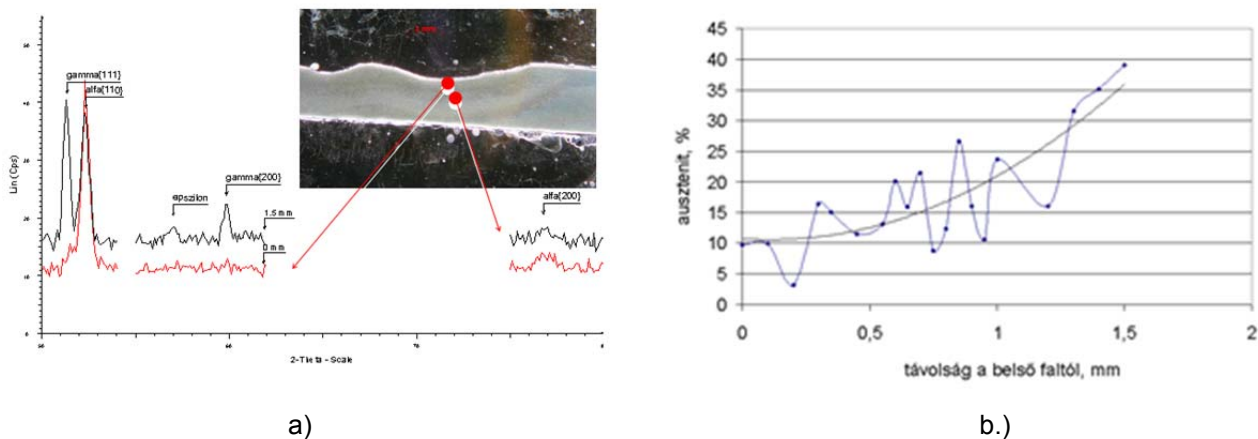
A két utolsó gyakorlati példa maradó rugalmas feszültség meghatározásához kapcsolódik. Az ipari gyakorlatban, különösen a fázisátalakulás kitért acél gépjárműalkatrészek minőségi követelményeihez hozzátartozik a felület közeli maradó rugalmas feszültség értéke, eloszlása. A fáradási repedés kialakulását, terjedését gátló nyomó feszültség direkt létrehozásának számos módja van, mint pl. cementálás, szemcseszórás, mángorlás, és görögzés. Példánkban két, különböző geometriájú

tengelycsukló (8. ábra 1, 2 mintajelölés) lekerekített váll részének (fényképen piros jellel) görgözés és nemesítés utáni, érintő irányú, közvetlenül a felületen mérhető feszültségállapotát hasonlítottuk

össze (az a-b mintajelölések párhuzamos mérések). A mérések alapján a görgözéssel a nyomófeszültség értéke megduplázható.



6. ábra (Cu-Zr)ötvözet amorfizációjának vizsgálata
Figure 6 The examination of the amorphisation of a (Cu-Zr) alloy

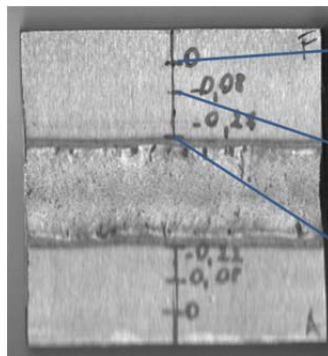


7. ábra Ausztenites csőfalban az igénybevétel hatására kialakuló fázisátalakulás a) a csőfal keresztmetszete és a lokális diffrakciós spektrum, b) az ausztenit fázis mennyiségének változása a keresztmetszet mentén
Figure 7. The developing phase transformation in austenitic steel tube due to application a) the cross section of the tube and the local diffractogram, b) the variation of the austenite content along the cross section

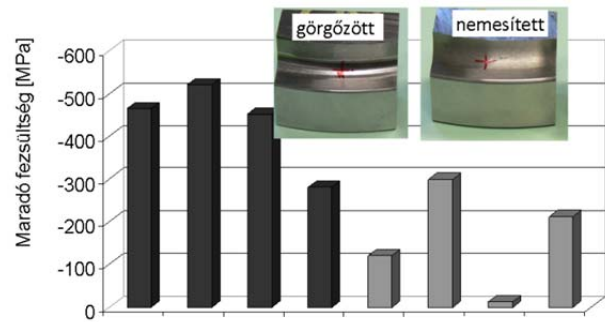
Az utolsó példában bemutatott jelenség szintén nagy gyakorlati jelentőséggel bír. Az előző példától eltérően, ahol a rugalmas feszültség a minta felszín közeli rétegeiben alakult ki, a technológiák nagy része, különösen a hőeffektussal és mechanikai igénybevétellel járóak, a minta teljes térfogatában uralkodó és egyensúlyban lévő feszültségállapotot eredményeznek.

Az ezt követő beavatkozások a feszültségegyensúlyt megbonthatják és azok leépülése a darab méreteivel összevethető deformációkat okozhatnak. Tipikus technológiai megoldás ennek elkerülésére a feszültség csökkentő hőkezelés. Hegesztett szerkezetekben különösen gyakran előfordul ez a probléma. IINCONEL 617 jelű ötvözet, kísérleti 50 x 50 x 10

mm méretű mintadarabjain fedett ívű hegesztési varrat környezetében kialakuló feszültségállapotokat vizsgáltuk. A 9. ábra mutatja a kísérleti mintadarabot és a mérési pontokban meghatározott feszültség értékeket. A felületen két - a varrattal párhuzamos és arra merőleges - irányában végeztünk vizsgálatokat. Az adott irányt a feszültség érték előtti nyíl mutatja [6]. A hegesztési energiabevitel értéke, és az alkalmazott hőkezelések hatása jól korrelált a varrat közelében kialakult és meghatározott feszültségállapottal.



9. ábra Hegesztett INCONEL 617 szuperötvözet felületi feszültség eloszlása
Figure 9 Surface stress distribution of a welded INCONEL 617 superalloy



8. ábra Tengelycsuklók felületi maradó feszültsége
Figure 8. Surface residual stress in axle knuckles

ÖSSZEFOGLALÁS

A bemutatott 7 gyakorlati példa jól demonstrálja, hogy a MonoCAp kollimátorral és Euler bölcsővel felszerelt röntgen diffraktométer alkalmazási területe mennyire kibővült a pordiffrakciós vizsgálatokhoz képest. A Miskolci Egyetem Anyagtudományi Intézetének LISA laboratóriumában működő berendezés mérési eredményeiből szelektív területű diffrakciós problémákat mutattunk be fázisanálízisre, kristályossági fok mérésére és rugalmas maradó feszültség vizsgálatra, K+F projektek, alap- és alkalmazott kutatási projektek keretében felmerült problémákból válogatva. A lehetőségek ettől természetesen sokkal széleskörűbbek, mind az eszköz, mind a laboratórium munkatársai nyitottak újabb feladatok megoldására.

KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS

A kézirat elkészítését a TÁMOP-4.2.1.B/10/2/KONV-2010-0001 számú projekt támogatta.

IRODALOMJEGYZÉK

[1] <https://regisztrar.nekifut.hu/ki/szerkezetvizsgalolaboratorium>

- [2] Janovszky D., Tomolya K., Sveda M., Solyom J., Roosz A.: Analysis of Cu-Zr-Ag amorphisable alloys produced by centrifugal casting, Materials Science Forum 649: pp. 75-80. (2010)
- [3] Tomolya K., Janovszky D., Sveda M., Hegman N., Roosz A.: Analysis of Cu-Zr-Al amorphisable alloys produced by centrifugal casting, Materials Science Forum 649: pp. 93-99. (2010)
- [4] V. Mertinger, M. Benke, Sz. Szabó, O. Bánhidi, B. Bollo, Á. Kovács, Examination of a failure detected in convection zone of a crating furnace. Engineering Failure Analysis 18 (2011) 1675-1682
- [5] Dávid Cseh, Valéria Mertinger, X-Ray Diffraction Measurements of Residual Stress Induced by Surface Compressing Methods, Materials Science Forum, közlésre elfogadva
- [6] Csöke Róbert, INCONEL szuperötvözet hegesztésével és hőkezelésével kapcsolatos fémtani problémák vizsgálata, konzulens: Dr. Mertinger Valéria, diplomamunka, Miskolci Egyetem Anyagtudományi Intézet, 2010