

A 17-4 PH martenzites korrózióálló acél fázisátalakulásának vizsgálata dilatométerrel

Krállics György* – Fodor Árpád**

Abstract

Investigation of phase transformation of the 17-4 PH martensitic stainless steel by dilatometer. The grain size is in very close relation with the mechanical properties. The ultimate tensile strength alters with the inverse ratio to the square root of grain size by the Hall-Petch relationship. It can reach relatively remarkable increase in strength with establishing fine grains. The main goal of this present report is to determine which cause the biggest increasing of hardness between the grain refinement and the segregations by precipitation hardening in the 17-4 PH martensitic stainless steel. In order to determine easily the start and finish of the austenitic and martensitic phase transformations we applied dilatometer to our investigation

Bevezetés

A szemcseméret nagysága szoros összefüggésben áll az anyag mechanikai tulajdonságaival. A Hall-Petch-egyenlet szerint az anyag folyáshatára a szemcseátmérő négyzetgyökével fordítottan arányos. Ennek értelmében, viszonylag nagymértékű szilárdságnövekedést lehet elérni kis szemcseméret létrehozásával. A cikk alapvető célja megvizsgálni, hogy a 17-4 PH kiválóan keményíthető martenzites korrózióálló acélban a szemcsefinomítás milyen mértékű keménységnövekedést okoz a kiválásos szilárdságnövelő hatásával szemben. Kísérleteinkhez dilatométert használtunk, amellyel jól meghatározható az ausztenites, és martenzites fázisátalakulások kezdete és vége.

A vizsgált acél

A 17-4 PH martenzites korrózióálló acél jelölésében az első szám a króm, a második a nikkelt mennyiségre utal, a PH (Precipitation-Hardening) rövidítés az anyag kiválóan keményíthetőségét jelenti. Igen jó a korrózióval szembeni ellenállása. A kis széntartalom a króm-karbid kialakulását akadályozza, és így az acél interkristallin korróziós hajlama csökken. Fő felhasználási területe eléggé széles, pl. repülőgépek sugárhajtóművei, gázturbinák, nukleáris reaktorok, vegyszeti berendezések gyártásához használják fel. Vegyi összetételét az 1. táblázat mutatja:

1. táblázat 17-4 PH martenzites korrózióálló acél vegyi összetétele, m/m%

Table 1 Chemical composition of 17-4 PH martensitic precipitation-hardening stainless steel, m/m%

C	max. 0,07
Cr	15,0-17,5
Cu	3-5
Mn	max. 1
Ni	3-5
Nb	0,15-0,45
Nb+Ta	0,15-0,45
P	max. 0,04
Si	max. 1
S	max. 0,03

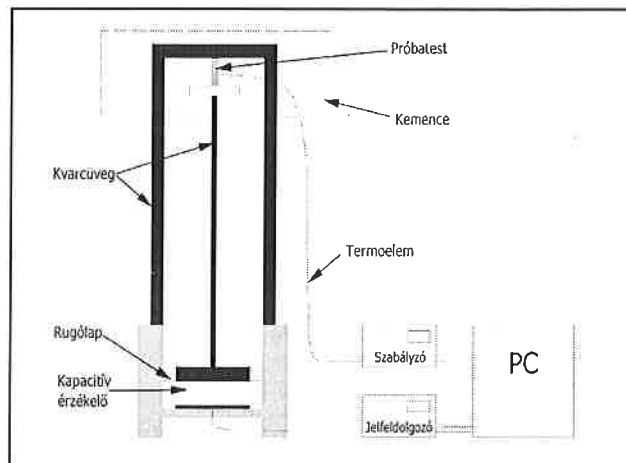
* Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Anyagtudomány és Technológia Tanszék, H-1111. Budapest, Bertalan L u.7. *egyetemi docens, tel: (1) 463 1445, e-mail: krallics@eik.bme.hu;

**Ph.D. hallgató, tel: (1) 463 2842, e-mail: fodor@eik.bme.hu

Dilatométeres vizsgálat

Dilatométerrel nagyon pontosan mérhető a próbateteknek a hőmérséklet hatására bekövetkező hosszváltozása: növekedése ill. csökkenése.

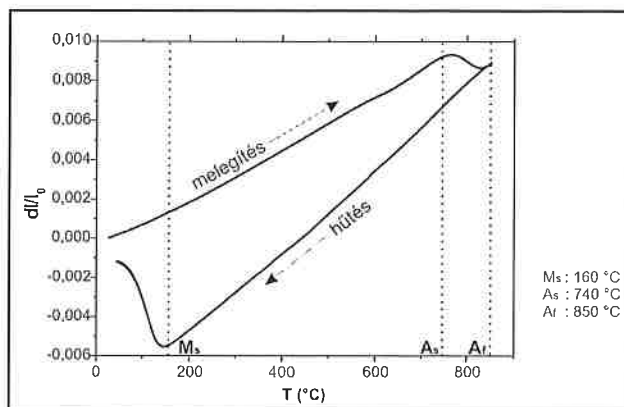
A vizsgálandó próbatetek 2x2x10 mm nagyságúak voltak. Ezek nagyobbik oldalára Cr-Al termoelem volt ponthegeesztve. A mintatartó asztalt üvegburába vette körül, amelyben a vizsgálat megkezdése előtt ún. másodlagos vákuum ($\approx 3.5 \cdot 10^{-8}$ bar) lett létrehozva, hogy hevítés-kor megakadályozzuk a próbatetek oxidációját. A hőt a kemencében elhelyezett két darab, egyenként 500 wattos izzó sugárral közvetítette. A próbatetek hőmérsékletét termoelemmel, hosszváltozásukat, pedig kapacitív érzékelővel mértük meg, amelyek egy PC-vel voltak összekötve. A mérendő mennyiségek regisztrálását az idő függvényében egy számítógépes program végezte el. A hőmérsékletnek a hőkezelési programnak megfelelő szabályzását egy külön szabályzóegység végezte (1. ábra).



1. ábra. A dilatométeres mérés elvi vázlata

Fig. 1 Schematic illustration of the dilatometrical measurement

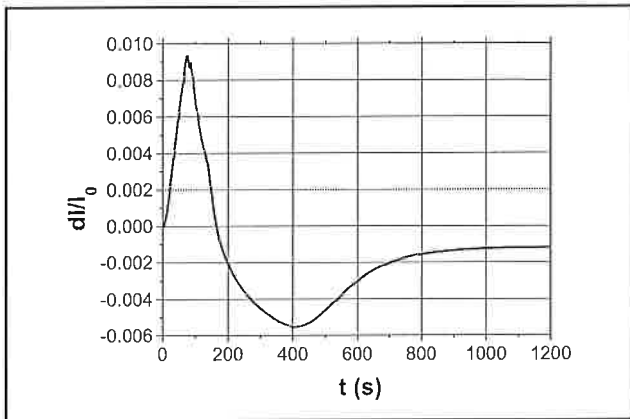
Az acél kiindulási martenzites szövetszerkezete melegítés hatására az A_s (austenite start) hőmérsékletet elérve ausztenit kezd átalakulni (allotrop átalakulás). Eddig a hőmérsékletig a próbatest hossza a lineáris hőtágulás miatt növekszik. Ez az átalakulás diffúzióval és új kristálycsírák kialakulásával jár. Az ausztenit szövetelem rácsparamétere na-



2. ábra. A próbatest hosszúsági méretének változása a hőmérséklet függvényében

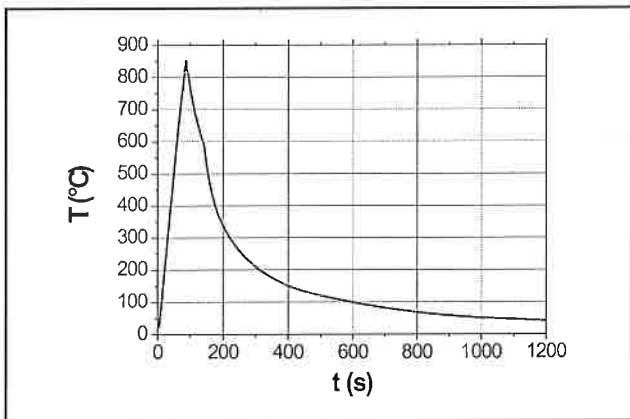
Fig. 2 Linear dimension as a function of temperature

gyobb, mint a martenzit , ennek ellen re a t rfogat nem n vekszik, hanem cs kken, amely a fel leten k z ppontos k b s r cs nagyobb t rki-t lt si t nyez j vel magyarázható. A_1 (austenite finish) h mrs klett l kezd d en az ac l sz vetszerkezete tiszt n ausztenites. Ebb l az  llapotb l h t s hatására zsugorod s  szlelhet  a pr batesten, majd az M_s (martensite start) h mrs kletet el rve megkezd dik a martenzit kialakul sa szint n allotr p  talakul ssal, amely fajt rfogat n veked ssel j r. A k vetkez  diagramokon j l nyomon k vethet k a jellegzetes  talakul si pontok (2.–4.  bra).



3.  bra. A pr batest hossz s gi m ret nek v ltoz sa az id  függv ny ben

Fig. 3 Linear dimension as a function of time



4.  bra. A pr batest h mrs klet nek v ltoz sa az id  függv ny ben

Fig. 4 Temperature as a function of time

A szemcsem ret minimaliz l sa

Ahhoz, hogy a lehet  legkisebb szemcsem retet tudjuk el rni, sz k-s ges, hogy az A_1 h mrs kletet el rve azonnal elkezdj k h teni a pr batestet, ugyanis ebben a pillanatban legkisebbek a szemcs k, illetve a sz vetszerkezet 100%-ban ausztenites. A h ntart si id t n velve az ausztenit szemcs k eldurvulnak.

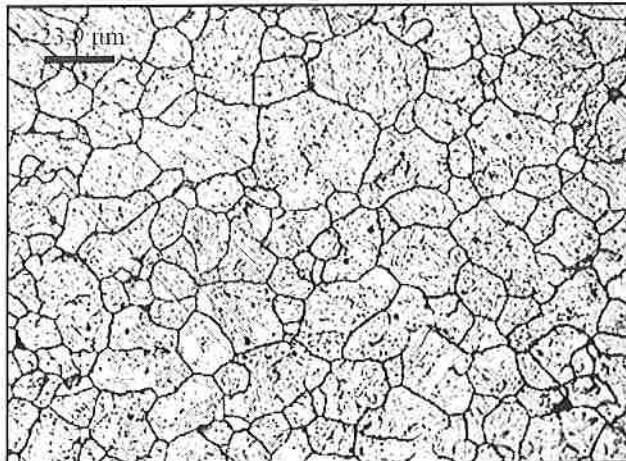
A k s rletek megkezd se el tt norm l  llapotba hoztuk a pr bates-teket a k vetkez  m don:

1. Hev t s 1050 C-ra 10 C/s sebess ggel.
2. H ntart s 1050 C-on 2  r n kereszt l.
3. Azonnali h t s szobah mrs kletre.

A hev t si sebess get kell en lass ra v lasztva el rhet , hogy a pr batestek teljes t rfogatukban k zel azonos m rt kben melegedjenek fel. A normaliz l shoz sz ks ges igen hossz  h ntart si id  biztosítja a diff z s folyamatok teljes v gbemenetel t.

A k vetkez kben megm rt k az  tlagos szemcsenagys got, amihez el kellett k sz teni a csiszolatot a f nymikroszk pos vizsg lathoz. A csiszolatk sz t s utols  l p s ben elektrok miai marat st alkalmaztunk a lehet  legsim bb fel let el r se  rdek ben. Az  gy kapott csiszolatot Leica MZ6 t pus  f nymikroszk ppal vizsg ltuk.

Az 5.  br n l that , hogy a sz vetszerkezet k zel homog n, j l l that  a martenzit t s szerkezete  s a kiv l sok is. Az  tlagos szemcsem retre $d_{\text{ tlagos}} = 17 \mu\text{m}$ ad dott.



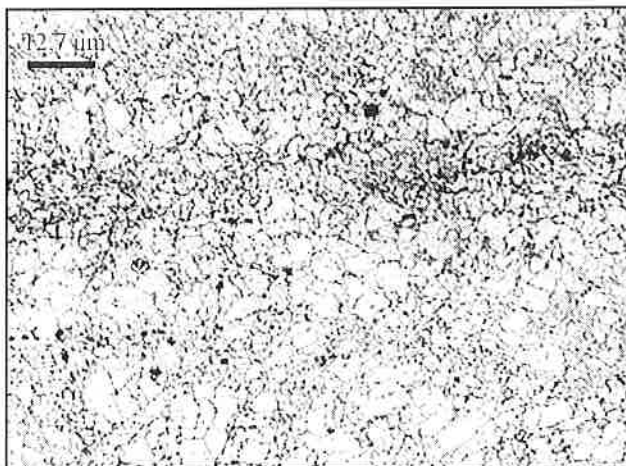
5.  bra. Norm l  llapot  sz vetszerkezet f nymikroszk pos k pe
Fig. 5 Optical micrographs of normal state material

Az anyag norm l  llapotba hoz sa ut n, a szemcsem ret minimaliz l shoz a k vetkez  h kezel si l p seket alkalmaztuk:

1. Hev t s 900 C-ra 10 C/s sebess ggel.
2. Azonnali h t s szobah mrs kletre.

Mivel az ac l kiv l sosan kem nyed , ez rt hev t s k zben, 400 C felett igen jelent s a r szszemcs k kiv l sa.

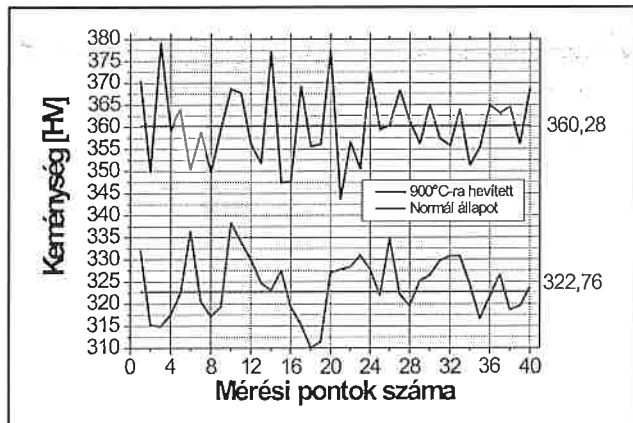
A pr batestet el sz r f nymikroszk ppal vizsg ltam a megfelel  fel let el k sz t s ut n. A felv tel n l that , hogy az alkalmazott h keze-l ssel igen kis m ret  szemcs ket tudunk l trehozni, valamint a sz vet-szerkezet er sen inhomog n,  s j l l tszanak a kiv l sok is. Ebben az  llapotban a mikroszk p felbont sa nem volt el g az  tlagos szemcsem ret meghat roz s hoz (6.  bra).



6.  bra. Szemcs finomított anyag f nymikroszk pos k pe
Fig. 6 Optical micrographs of grain refined material

A norm l, illetve a szemcs finomított  llapot  pr batesteken Vickers-kem nyseget m rt nk Mitutoyo MVK H3 (0,05 kg – 2 kg) t pus  mikro-kem nysegm r vel, az el bbi pr batesten 3 N-os, az ut bbin 20 N-os terhel ssel. A k t k l nbz   llapot  ac l kem nysegv ltoz s t a 7.  bra szeml lteti.

Norm l  llapotban az ac l  tlagos kem nysege: $HV_{0,3} = 323$. A v rt-nak megfelel en, az el bbit l elt r en, a m sik  llapotban lev  anyagra j val nagyobb $HV_2 = 360$ kem nyseget m rt nk. Fontos eld nteni, hogy a nagyobb kem nyseget vajon a szemcsem ret finomod sa, vagy a kiv l sok okozz k-e. A Hall–Petch-egyenletb l sz molható szil rd-s gn veked st nem tudtuk kisz molni a szemcsenagys g pontos meghat roz sa n lk l,  gy csak k vetkeztethet nk annak nagys g ra.



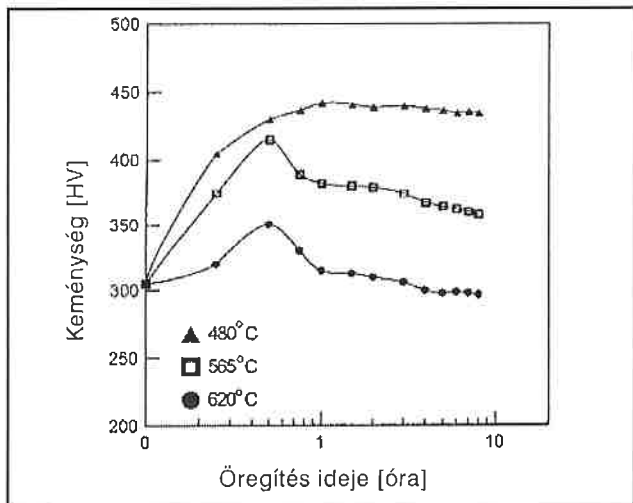
7. ábra. A normál, illetve a szemcsefinomított állapotú acél HV keménységének változása
Fig. 7 Vickers hardness changing on the normal state and grain refined steel

A réz kiválások hatása

Az acél keménysége az öregítés időtartama és hőmérséklete függvényében a 8. ábrán látható diagram szerint változik. 620°C-on a keménység gyorsan növekszik majd 0,5 óra után csökkenni kezd. Ha az öregítés időtartama két óra, akkor az acél keménysége már a kiindulási értéknek megfelelő.

Annak érdekében, hogy vizsgálhassuk a szemcsefinomítás keménységnövelő hatását a rézkiválás hatását ki kellett küszöbölnünk, mégpedig az öregítő hőkezelés pontos elvégzésével:

1. Hevítés 620°C-ra 10°C/s sebességgel
2. Hőntartás 2 órán keresztül

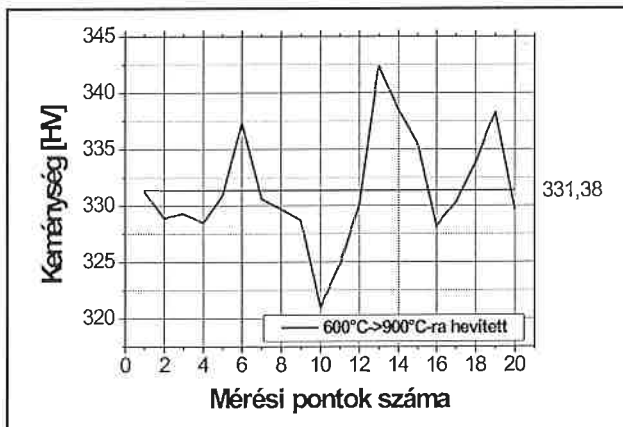


8. ábra. Keménységváltozás az öregítési idő függvényében különböző hőmérsékleten
Fig. 8 Hardness via the aging time on different temperatures

3. Hevítés 900°C-ra 10°C/s sebességgel

4. Azonnali hűtés szobahőmérsékletre

620°C-on a 2 órás hőntartás – a 8. ábra szerint – bőven elég ahhoz, hogy a rézkiválások durvulása révén az acél keménysége a normál állapottal azonos legyen. Az ezt követő 900°C-ra melegítés és gyors hűtés szintén nagyon kis szemcseméretet eredményez: $d_{\text{átlagos}} = 17 \mu\text{m}$. Az így módon hőkezelt acél átlagos Vickers-keménysége: $HV_1 = 331$ (9. ábra).



9. ábra. Az öregített acélon mért HVI Vickers-keménység változása
Fig. 9 Vickers hardness of HVI changing on the aged material

Következtetés

Az acél 9. ábráról leolvasható átlagos Vickers-keménységét összevetve a 7. ábra szerint a normál állapotban mérttel elmondható, hogy a szemcsefinomítás által okozott keménységnövekedés: $331-323 = 8 \text{ HV}$. A Cu kiválások okozta keménységnövekedés: $360-331 = 29 \text{ HV}$, azaz mintegy 3,6-szorosa az előbbinek. Ez azt jelenti, hogy – a fizikai megfontolásokkal alátámasztott általános tapasztalattal összhangban – kiválásos keményítéssel jelentősebb szilárdságnövekedést tudunk elérni, mint szemcsefinomítással.

Köszönetnyilvánítás

A cikk egy franciaországi szakmai gyakorlat alapján készült, amelyet a nantes-i Rotary klub szervezett. Köszönetet mondunk Guy Saindrenan professzornak és Frédéric Christien adjunktusnak, hogy lehetőséget biztosítottak kísérleteink elvégzéséhez a jól felszerelt laboratóriumukban (Laboratoire Génie des Matériaux d'École Polytechnique de l'Université de Nantes).

Irodalom

- Frédéric Christien: Fragilite intergranulare de l'acier 17-4 PH en cours de vieillissement, Thèse de doctorat, 2001
- Guy David: Les aciers inoxydables, Lavoisier, 1990
- C. N. Hsiao, C. S. Chioub, J. R. Yang: Aging reactions in a 17-4 PH stainless steel, Materials Chemistry and Physics 74 (2002) 134–142