

Zárványosság meghatározása klasszikus módszerekkel (Zárványok 2. rész)

Determination of Inclusions by Classical Methods (Inclusions, Part 2)

Szabó Andrea

Kulcsszavak: zárványosság, metallográfia, képelemzés, pásztázó elektronmikroszkópia
Keywords: inclusion, metallography, image analysis, scanning electron microscope

A cikksorozat első részében megismerhettük a zárványok keletkezésének elméletét, hatásukat a késztermékre, illetve az eltávolításuk érdekében tett legfontosabb intézkedéseket. Ebben a cikkben az acélban maradó nem fémes zárványok hagyományos vizsgálati módszereiről lesz szó. A vizsgálati eredmények alapján képet kapunk a gyártás során alkalmazott üstmetallurgiai kezelések helyességéről, illetve az eredmények gyártási paraméterekkel történő összevetése alapján később módosíthatunk azokat, hogy a jövőben alacsonyabb zárványtartalmú terméket kapjunk.

Annak függvényében, hogy milyen információra van szükség az acél tisztaságát illetően, az alábbi vizsgálati lehetőségek állnak rendelkezésre a metallográfusok előtt. A legalaposabb, a zárványok összes jellemzőjének megismerését célzó összetett elemzési eredmény természetesen a vizsgálati technikák kombinációjával érhető el.

1. Az acél tisztaságának meghatározása makrovizsgálatokkal

Az acél tisztaságának meghatározását folyamatosan öntött acélban illetve hengerelt termékek esetében végezzük el. A bramma (középvonali) dúsulásának vizsgálata a makroszkópos vizsgálatok közé tartozik, míg az acélban jelen lévő zárvá-

nyok vizsgálata mikroszkópos technika, sokszor képelemző szoftver használatával történik.

Baumann-féle lenyomat

Az acélokban előforduló kéndúsulás kimutatására alkalmas ez az eljárás. A vizsgálat során hagyományos (előzőleg 5-10 %-os H_2SO_4 oldatba áztatott) brómezüst fotopapírt használunk. Az így előkészített fotopapírt a csiszolt, zsírtalanított vizsgálandó felületre kell szorítani légmentesen, majd 3-5 perc múlva eltávolítani róla. Ezt követően fixálni kell a lenyomatot (ez nátrionfürdőben való áztatást jelent), majd folyó vízzel történő mosás és végül a papír szárítása következik. A kéndúsulást a fotopapíron keletkező ezüst szulfid, barna színű csapadék jelenléte mutatja.

A vizsgálat során kapott eredmény jelzi a kéndúsulás jelenlétét, viszont a dúsulás mértékéről nem kapunk pontos információt. Az 1.a. ábra egy folyamatosan öntött brammából kivágott próbadarab Baumann-lenyomatát mutatja, az 1.b. ábrán ugyanennek a brammaszületnek az ammónium perszulfátos maratással láthatóvá tett makroszöveve látható. Mindkét ábrán a brammaszület középvonali dúsulása figyelhető meg, a Baumann lenyomat a kén dúsulás jelenlétére hívja fel a figyelmet.



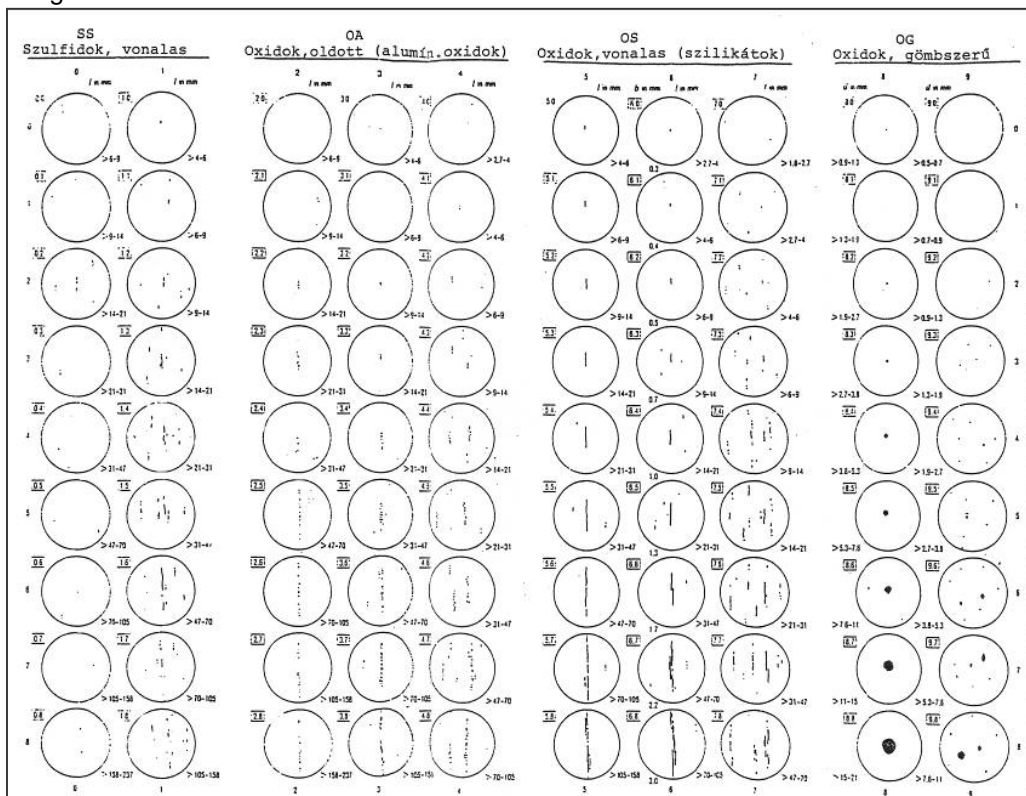
1. ábra Brammaszelet Baumann-lenyomata, illetve makroszöveve

főmunkatárs, ISD Dunaferri Duna Vasmű Zrt., Innovációs Igazgatóság

2. Fémmikroszkópos metallográfiai vizsgálatok

Ez a vizsgálati technika tekinthető a legáltalánosabbnak az acélok zárványvizsgálati módszerei közül. A vizsgálat az acélban lévő nemfémes zárványok típusának és méretének meghatározására irányul. A vizsgálatot csiszolt, polírozott acél felületen végezzük fémmikroszkóp segítségével. A fémmikroszkóp a lencserendszerével maximum kb. 1000x-es nagyítást tesz lehetővé. A mikroszkóp jellemzője, hogy a mélységelessége elhanyagolható, ami azt jelenti, hogy csak egy síkban lévő objektumok vizsgálhatók vele.

A zárványvizsgálatot adott (általában 100x-os) nagyítás mellett meghatározott szabványhoz tartozó képsorozattal, összehasonlító módszerrel végzik. A vizsgálat alapjául többféle szabvány előírásait lehet figyelembe venni, a vizsgálat megrendelőjének igénye szerint, ilyenek például az ASTM E 45-81, az MSZ 2668:1986, DIN 50602:1985 szabványok. Az alábbi ábra a DIN50602:1985 szabványhoz tartozó képsorozatot mutatja.



2. ábra Összehasonlító képsorozat zárványvizsgálathoz

A DIN 50602:1985 szabvány többféle zárványtípusra (szulfidra, szilikátokra és oxidra, azon belül alumínium oxidokra és egyéb gömbszerű oxidokra), 0-8-as fokozattal jellemezhető nagyságú zárványra alkalmazható. A 0 fokozat a legkisebb, a 8-as fokozat a legnagyobb zárvány méretet jelenti mindegyik zárványtípus esetében. Az említett szabvány kétféle módszert foglal magában. Az „M” módszer alapján az acél zárványosságát a zárványtípusok maximális fokozatával kell jellemezni. A „K” módszer esetében a nemfémes zárványok felületének mérőszámát kell megadni 1000mm² vizsgált acélfelületre vonatkoztatva.

3. Számítógépes képelemzés

A zárványok méretének pontos megadására a képsorozattal történő összehasonlító eljárás nem alkalmas, hiszen az eredmény nagyban függ a vizsgálatot végző személytől, a módszer nem

objektív. A zárványok alakjának, méretének és eloszlásának meghatározására alkalmazható a fémmikroszkóphoz illesztett képelemző szoftver.

Ennél a vizsgálatnál lehetőség van a csiszolat előkészítési hibáinak kiküszöbölésére, azok figyelmen kívül hagyására. A fémmikroszkóppal történő felvételkedzés során kapott képet, a szürkeképet alkotó képpontok mindegyikéhez egy adott, 0 és 255 közötti szürkeségi szint tartozik, a 0 jelenti a fekete szintet, a 255 pedig a fehéret. Az elkészített fémmikroszkópos kép gyakran lényegtelen információkat, karcokat, próba-előkészítésből adódó hibákat tartalmaz. A képelemzős mérések megkezdése előtt szükség van képátalakító műveletek alkalmazására, hogy ezeket a hibákat eltávolítsuk a képből, mivel ezek a mérési eredményt befolyásolják. Ezeket szürkekép átalakító műveleteknek nevezzük, lényegük, hogy vagy a képpon-

tok szűrkeségi szintjén hajtunk végre transzformációt, vagy a szűrkeképet a szomszédos képpont szűrkeségi szintjének függvényében egy módosító kernel segítségével alakítjuk át. A számítógépes képelemzés következő lépésében a mérendő, számunkra lényeges információt el kell különíteni a háttértől, a kép lényegtelen információt tartalmazó részeitől. Ezt a műveletet detektálásnak nevezzük. Azokhoz a képpontokhoz, amelyek a mérendő fázishoz tartoznak, az 1-es értéket, többi képpont-

hoz pedig a 0 értéket rendeljük. A detektálás leggyakrabban a szűrkeségi szint szerint történik, egy bizonyos küszöbérték felett-, alatt, vagy két szint közötti szűrkeségi szint értékeket vesszünk figyelembe a mérés során. A detektálás után a képet bináris képnek nevezzük. Az alábbi képsorozaton kísérhetjük figyelemmel egy szűrkekép átalakító művelet hatását az eredeti képre, illetve a detektálás műveletét, jelen esetben zárványok esetében.



3. ábra Nem fémes zárványokról készített fémmikroszkópos felvételek

(balról jobbra haladva: 1.: eredeti kép, 2.: a FillBlack szűrkekép átalakító művelettel a polírozásból adódó apró, zárvány színével egyező színű pontok eltávolítása, 3.: a zárványok detektált képe)

A detektálás után a kijelölt (jelen esetben kék színnel jelölt) objektumok jellemző paramétereit adjuk meg, ez a mérés folyamata. A mérés során információt kapunk az objektumok (pl. zárványok) hosszúságát, szélességét, területét, kerületét, egy kitüntetett pontjának koordinátáit, stb. a látómezőben, egy bizonyos irányhoz tartozó méretét, a körszerűségét, a kitöltöttségét, stb.

A napjainkban alkalmazott képelemző szoftverek lehetőséget adnak nem csak egy, általunk kiválasztott kép esetében mérést végezni, hanem képsorozaton egy meghatározott szabvány előírásainak megfelelően. A képelemző szoftverek lehetőséget adnak a már említett DIN 50602:1985 szabvány K módszerének elvégzésére objektív módon. A képelemző a megfelelő beállításokat követően automatikusan, látómezőnként elvégzi az egyes zárványok jellemző adatainak mérését, kapott adatokból számítja ki a különböző zárványtípusok mennyiségének mérőszámát.

A gyakorlatban a különböző típusú (illetve színű) zárványok (leggyakrabban szulfidok vagy oxidok) adatait a képelemző az eredmények kiértékelésénél külön-külön kezeli, mivel a zárványvizsgálat megkezdése előtt minden esetben meg kell adni az egyes zárványtípusokhoz tartozó szűrkeségi szinteket (detektálás művelete). A szulfid zárványok színe világosszürke az oxidoké pedig sötétszürke, ezt használjuk ki a detektálás során úgy, hogy megadjuk azt a szűrkeségi szint intervallumot, amibe a szulfid zárványok színe tartozik, illetve ezzel párhuzamosan egy másik

intervallumot, amin az oxid zárványok színe értelmezett. Így a szoftver a két féle zárványt külön tudja kezelni. A zárványokat az alakjuk szerint is el lehetne különíteni, ugyanis az oxid zárványok gömb alakúak, a szulfidok a képlékenységük miatt a hengerlés irányába elnyúltak, de a vizsgálataink során az egyszerűbb, szín szerinti elkülönítést használjuk.

A képelemzés leglényegesebb feltétele, hogy az egyes műveleteket úgy végezzük, hogy a mérendő fázis mérete, alakja ne torzuljon a képátalakítás során, hogy a mérési eredmény a valósághoz minél közelebb kerüljön.

A vizsgálat sokkal inkább objektív, mint a hagyományos összehasonlító eljárással végzett zárványvizsgálat, hátránya viszont –a fémmikroszkópos, képsorozattal történő összehasonlító eljárásához hasonlóan–, hogy időigényes. A pontosság azonban sok esetben ellensúlyozza az eljárás hátrányát.

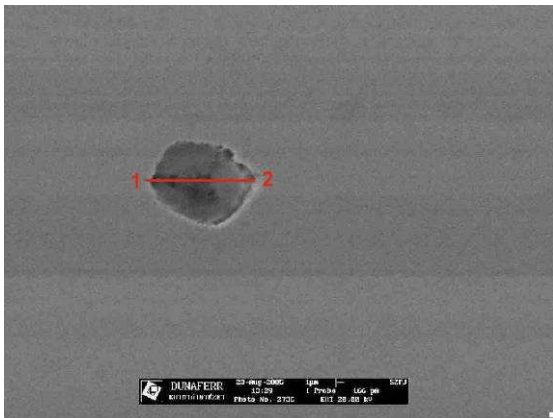
4. Pásztázó elektronmikroszkópia és energiadiszperzív röntgenspektrometria

A pásztázó elektronmikroszkóp, illetve hozzá illesztett röntgen spektrométer alkalmazásával egyes zárványok alaposabb megismerésére nyílik lehetőség. Abban az esetben, ha a fémmikroszkópos vizsgálattal nem határozható meg egyértelműen egy nem fémes zárvány típusa, a mikroszondás mérés használata a legcélravezetőbb. Az elektronmikroszkópok felbontóképessége nanométeres

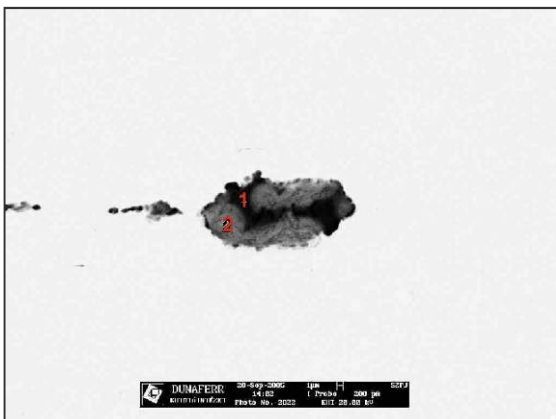
nagyságrendű, nagyításuk többszázszoros lehet.

Természetesen ennél a vizsgálatnál is szem előtt kell tartani a zárványvizsgálat célját, a SEM és EDS vizsgálatokkal nem jellemezhető egy csiszolat átlagos tisztasági foka. A módszerek alkalmazásának szükségességét a fémmikroszkópos vizsgálatok eredményei kell, hogy indokolják, azok alapján lehet kiválasztani egy-egy vizsgálandó zárványt, amelynek összetétele –egy adott pontban, vagy pontsorozat által egy vonal mentén– mikroszondával meghatározható.

A SEM-EDS vizsgálatok alkalmazása napjainkban egyre fontosabb. Az 1985-ben kiadott DIN 50602 szabvány képsorozatainak szerkesztése óta az acélgyártási, űstmetallurgiai technológiák fejlődése miatt a jellemző zárványtípusok tekintetében is változások figyelhetők meg. A különböző porbeles huzalok űstmetallurgiai alkalmazása miatt napjainkban egyre inkább jellemzők a komplex alumínát zárványok, ilyen típusú zárványokkal



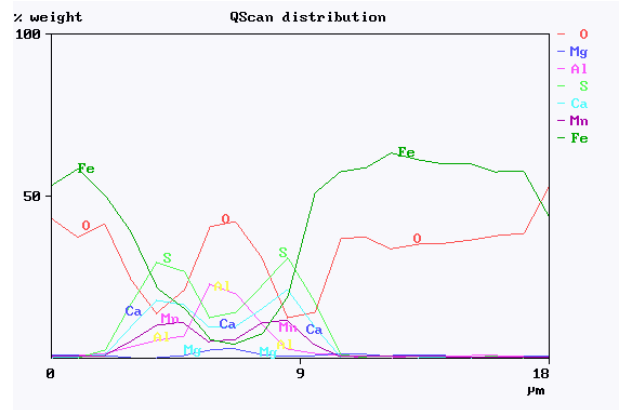
4. ábra Komplex zárvány melegen hengerelt acélban (eredeti nagyítás: 2720x)



6. ábra Komplex zárvány melegen hengerelt acélban (eredeti nagyítás: 2800x)

azonban nem foglalkozik a fent említett zárványvizsgálati szabványok egyike sem. Tartalmaznak ugyan egy „egyéb, gömbszerű oxid” elnevezésű kategóriát, de a gyakorlatban azt tapasztaljuk, hogy a komplex alumínát zárványok alakja eltér a képsorozatban látható alaktól, így az összehasonlítást nem tudjuk elvégezni. Mikroszondás mérésekkel megállapítható a komplex zárványok kémiai összetételének változása azok szélétől a közepe felé haladva. Az ilyen típusú zárványok átmérője mentén végzett vonal menti EDS elemzés eredményeiből következtetni lehet annak kialakulási mechanizmusára.

A 4. ábrán komplex zárvány látható, az összetételének változását az 5. ábrán látható vonal menti mérési eredmény mutatja. A 6. ábrán ugyancsak egy komplex zárványról készült elektronmikroszkópos felvétel látható, a pontbeli kémiai összetétel mérési eredményeket az 1. táblázat mutatja.



5. ábra A 2. ábrán látható komplex zárvány vonal menti kémiai összetétele (az ábrán látható 1 és 2 jelű pontok között végzett összetétel elemzés)

1. táblázat: a 6. ábrán látható zárvány 1 és 2 jelű pontjainak kémiai összetétele

Mérési pont	Ca	O	S	Al	Si	Mg	Fe
	tömeg-%						
1.	30,81	23,98	23,24	14,87	3,17	2,0	1,93
2.	45,65	8,33	40,38	-	3,50	-	2,25

5. Összefoglalás

A cikk a tájékoztató jellegű makro vizsgálatoktól kezdve áttekintést nyújt az acél zárványosságának meghatározásában rutinszerűen alkalmazott klasszikus metallográfiai módszerekről. A makro vizsgálatokkal általában csak a dúsulások tényéről szerzünk információt. A dúsult elemek minőségéről, vagy mennyiségéről mikroszondás mérések eredménye alapján tudunk választ adni.

A klasszikus metallográfiai vizsgálatok alkalmazásával képet kaphatunk az acélt terhelő nem

fémes zárványok méretéről, eloszlásáról, az elhelyezkedéséről (lemez vagy hajlítási él közelében, vagy a lemez középvonalában található-e), illetve típusukról. Ha a mikroszkópos vizsgálatokat kémiai összetétel meghatározással (mikroszondás mérésekkel) egészítjük ki, akkor egy-egy jellemző zárvány kémiai összetételén keresztül megállapíthatjuk, hogy melyek azok a technológiai lépések, amelyeken a jövőben változtatni kell annak érdekében, hogy a hasonló jellegű zárványok keletkezését megakadályozzuk.