

Helyszíni metallográfiai vizsgálatok

In situ metallographic evaluations

SZABÓ Annamária

Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Gépészmérnöki Kar, Anyagtudomány- és Technológia
Tanszék, 1111 Budapest Műegyetem rakpart 3. +36 1 463 1079
szabo.annamaria@edu.bme.hu

Abstract

In my research I inclusively studied the essential part of the regular condition evaluation of industrial furnaces, the in-situ (or replica) metallography. Eight different replica materials were compared based on economical, qualitative, and applicative angles. The tests were performed on a run steel material corresponding to P355 pressure vessel steel. For industrial purposes, the acetate foils with a thickness of 30 - 34µm were the optimum.

Keywords: replica, non-destructive evaluation, industrial furnace, in situ metallography, cellulose-acetate

Kivonat

Kutatásom során egy nagyvízterű kazánból kimunkált P355 szerkezeti acélnak megfelelő folytacél füstcső replikavizsgálatát végeztem el, 4-4 különböző replika és ragasztó anyaggal, és az így kapott replikákat hasonlítottam össze felhasználhatósági, minőségi és gazdasági szempontok alapján. Ipari felhasználásra a 30 - 34µm vastagságú, cellulóz-acetát fóliákat ítélem meg optimálisnak.

Kulcsszavak: replika, roncsolásmentes vizsgálat, ipari kazán, helyszíni metallográfia, cellulóz-acetát fólia

1. BEVEZETÉS

A helyszíni metallográfia napjainkban az ipari kazánok hibakereső, állapot felmérő vizsgálatának elengedhetetlen része. Ennek ellenére egy kevésbé kutatott és vizsgált területe a roncsolásmentes anyagvizsgálatoknak. Átfogó írás a replikaanyagok minőségéről és használatáról 1995-ben készült utoljára [1]. Az elmúlt 25 év technológiai fejlődése miatt viszont érdemes az ott leírtakat felülvizsgálni és kiegészíteni a ma használatos anyagokkal és módszerekkel. Kutatásomban a ma ismert és használatos replika anyagokat hasonlítom össze egymással és a korábban használt módszerekkel. Ezeket ár, minőség és praktikus felhasználhatóság szempontjából elemzem. Helyszíni vizsgálatról lévén szó, ez utóbbi a legfontosabb kritérium, hiszen szorosan összefonódik a vizsgáló személyzet biztonságával.

A replikák a transzmissziós elektronmikroszkópia fóliáiból alakultak ki. Elsősorban cellulóz-acetát fóliákkal dolgoztak már a kezdetekben is, és mind a mai napig ez az egyik legelterjedtebb replikaanyag [2]. Az utóbbi évtizedekben több, kétkomponensű szilikon gumi alapú replikaanyag is megjelent a piacon, ezek viszont jelentősen drágábbak és Magyarországon nem is terjedtek még el [3].

2. KÍSÉRLETI ANYAGOK ÉS BERENDEZÉSEK

2.1. Felhasznált alapanyag

A próbatetek alapanyaga P355 szerkezet acélnak megfelelő folytacél volt.

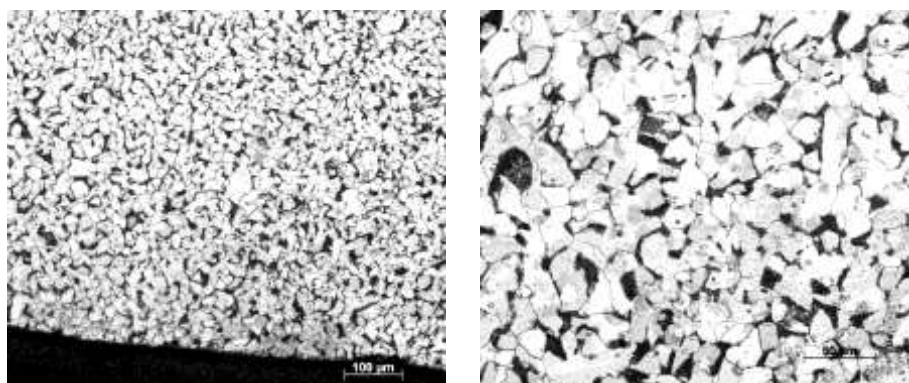
Próbatest vegyi összetétel elemzése

1. táblázat

	C (%)	Si (%)	Mn (%)	P (%)	S (%)	Cu (%)	Cr (%)	Ni (%)	Al (%)	Fe (%)
Alapanyag	0,163	0,378	0,589	0,011	0,032	0,171	0,035	0,039	0,017	98,49

P355	$\leq 0,22$	$\leq 0,6$	$\leq 1,7$	$\leq 0,025$	$\leq 0,035$	$\leq 0,3$	$\leq 0,3$	$\leq 0,3$	$\leq 0,02$
------	-------------	------------	------------	--------------	--------------	------------	------------	------------	-------------

A próbatest szövetszerkezete ferrites és lemezes perlites. A szemcseméret az EN10028 szabványnak megfelelően finomszemcsés, MSZ EN ISO 643 szerint 9-10. fokozatú, a felületen dekarbonizáció nem figyelhető meg. Elszórtan lyukkorróziós nyomok láthatók. Az anyag normalizált állapotban előírt folyáshatára (legalább) 355 MPa. Szakítószilárdsága 490-630 MPa között lehet, nyúlása (legalább) 21%.



1. ábra. Próbatest szövetszerkezetének mikroszkópi képe (bal 200x nagyítás, jobb 500x nagyítás)

2.2. Replika vizsgálatok menete és kiértékelése

A vizsgálatot minden esetben a felület aprólékos előkészítése előzi meg. Először sarokcsiszolóval, köszörűkoronggal el kell távolítani a dekarbonizált réteget, majd kézi csiszolóval P1200 - P4000 finomságig felcsiszolni a felületet. Ezután az alapanyagnak megfelelő savval enyhén meg kell marni a felületet. Ezután 6 és 3 μm finomságú gyémántpasztával és a kézi csiszolót ennek megfelelő polírkendőt alkalmazva, az anyagminőségtől függően 1-10 percig tükörfényesre polírozzuk a felületet, közben még legalább 1, de szükség esetén több köztes maratási lépcsőt beiktatva. Az egyes lépések közt a felületet alkohollal és 100% pamut vattával meg kell tisztítani. A végső maratás után a marószert (10%-os Nital) [4-6] alkohollal eltávolítjuk a vizsgálati helyről, majd a (amennyiben acetát alapú) replikafóliát acetonba mártva kilágyítjuk, és óvatosan a felületre helyezük. Miután az aceton elpárolgott, a fólia könnyen lehúzható a vizsgálati helyről majd üveglapok között fénymikroszkóppal vizsgálható [2, 6]. Ragasztók esetén az anyagot a felületen egyenletesen eloszlatjuk majd száradás után kézzel lehúzzuk a felületről.

A kész replikát matt oldalával – azaz a vizsgálandó felülettel érintkező oldalával - felfelé üveglapra ragasztjuk, majd optikai mikroszkóppal tükör előtt vizsgálható. A szakirodalom több helyen javasolja arany, ezüst, palládium, illetve szén felvitelét a fóliára, ezáltal vezető képessé téve, hogy pásztázó elektronmikroszkóppal is tanulmányozható legyen. Fontos megemlíteni azonban, hogy ez a technika elsősorban repedések, üregek vizsgálatára javasolt [7–13].

2.3. Felhasznált replika anyagok

Replika anyagok

2. táblázat

Replikafóliák	Ragasztók
34 μm vastagságú cellulóz-acetát fólia	Polivinil acetát alapú ragasztóanyag
30 μm vastagságú cellulóz-acetát fólia	Szilikon alapú ragasztóanyag
100 μm vastagságú cellulóz-acetát fólia	Fa ragasztóanyag
Transcopy cellulóz-acetát fólia	Vinil alapú ragasztó

3. EREDMÉNYEK ÉS KIÉRTÉKELÉSÜK

Az acetát fóliák felhasználhatóságát elsősorban vastagságuk korlátozza, a $\sim 30 \mu\text{m}$ vastagságú fóliák ugyanis gyorsan kilágyulnak és könnyen felsimulnak a vizsgálandó felületre, ám a hullámosodásra is hajlamosabbak, $\sim 100 \mu\text{m}$ vastagságnál ez utóbbi probléma már kevésbé lép fel, viszont a lágyulási idő jelentősen megnövekedik (1-2 másodpercről 20-30 másodpercre), illetve a nagyobb merevség miatt kevésbé fekszik fel a felületre, és buborékok is nagy számban jelennek meg a fólia alatt. A hullámosodás ellen a Transcopy replika is jól teljesített. E fajta sajátossága, hogy a cellulóz-acetát egyik oldalán öntapadós másik oldalán tükrö-

zódó hajlékony műanyag lemez fényes oldalára van felvíve, így a száradás során nyomást gyakorolhatunk a replika túloldalára.

A ragasztók fő felhasználási korlátját a hosszú száradási idejük, illetve a polivinil acetát és szilikon alapú ragasztók esetében a felülethez való olyan mértékű adhézió, hogy eltávolításuk csak oldószer segítségével megoldható, így viszont elvesz a replika.

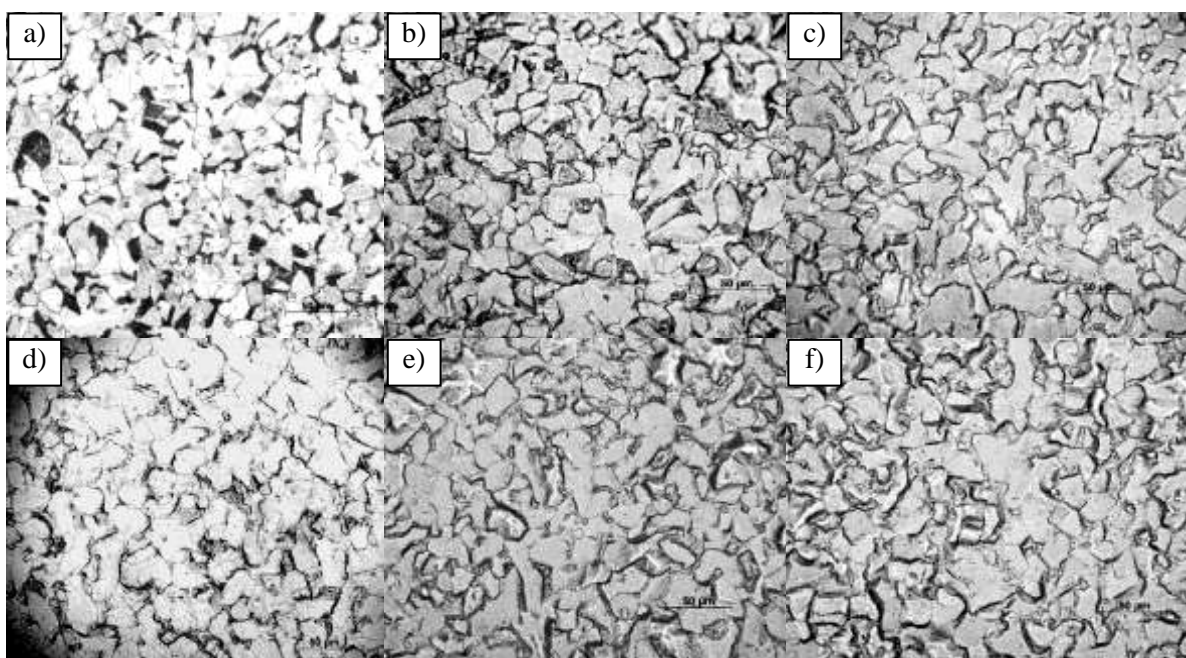
Ugyancsak a vastagság játszik szerepet a replika részletgazdagságában. A vékonyabb fóliák esetén a perlit lemezes vagy épp szemcsés szerkezete is kivethető, a replika akár 500x-os nagyításon is jól kiértékelhető. A perlit szerkezet meghatározása különösen fontos a szénacélok kúszási károsodásának TRD 508 szabvány szerinti besorolásához.

A ragasztó anyagokkal és a vastagabb acetát fóliákkal hasonló minőségű replikák készíthetők. A ferrit-perlit szerkezet és a szemcseméret ezek alapján is megállapítható, de a kúszási károsodást csak már előrehaladott állapotban lehet detektálni.

Gazdasági és minőségi adatok

3. táblázat

Replikafólia fajtái	Ár/mennyiség	Egységár (egy replikához 20x30 mm fólia szükséges)	Vizsgálható szemcseszerkezet
34 µm	~120€/20 db (100×120 mm+szett)	~0,3€/db	ferrit+perlit szerkezet
30 µm	~80 €/20 db (100×150 mm)	~0,15€/db	ferrit+perlit szerkezet
100 µm	~80 €/20 db (100×150 mm)	~0,15€/db	ferrit+perlit (perlit szerkezet nem)
Transcopy	~100€/50 db (20×30 mm+szett)	~2,5€/db	szemcsehatárok, szövetelemek és a perlit szerkezete igen halvány
Polivinil acetát	~2€/60 g	~0,01€/3g	-
Szilikon	~2€/60 g	~0,01€/3g	-
Fa	~1€/60g	~0,005€/3g	szemcsehatárok
Vinil	~1€/80g	~0,005€/3g	ferrit+perlit (perlit szerkezet nem)



2. ábra. Replika szövetszerkezetének mikroszkópi képe 500x nagyítás: a) 34 μm ; b) 30 μm ; c) 100 μm ; d) Transcopy; e) Fa; f) Vinil

4. KONKLÚZIÓK

A fenti szempontok alapján az első kategóriából (acetát fóliák) a 34 μm vastagságú és a 30 μm vastagságú fóliák szerepeltek a legjobban. A 30 μm -es fólia mindhárom szempontból kiemelkedő volt, viszont a 34 μm -es fólia némileg könnyebben kezelhető, illetve jobb minőségű mikroszkópi felvételek készíthetők róla, így nehezen hozzáférhető nagyobb szerkezetek vizsgálatához közel kétszeres ára ellenére is ezt ajánlom.

A második kategóriából (ragasztók) egyértelműen a Primo vinil alapú ragasztó teljesített legjobban, 200x nagyításig a 100 μm vastagságú cellulóz-acetát fóliájához hasonló, helyenként még jobb képet ad. Ezek az anyagok alacsony áruk és jó hozzáférhetőségük miatt elsődlegesen az oktatásban kaphatnának szerepet.

KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS

Szeretném megköszönni az ÁEF Anyagvizsgáló Laboratórium Kft. támogatását.

A szerző részvételét az OGÉT 2021 konferencián az Emberi Erőforrás Támogatáskezelő NTP-HHTDK 20 pályázata támogatta.

IRODALMI HIVATKOZÁSOK

- [1] Jana S., Non-destructive in-situ replication metallography, Journal of Materials Processing Technology, Elsevier, 1995, 49(1-2), 85–114.
- [2] Marder A.R., Replication Microscopy Techniques for NDE, ASM Handbook volume 17, Ohio, 1989
- [3] Zuljan D., Grum J., Non-destructive metallographic analysis of surfaces and microstructures by means of replicas, The 8th International Conference of the Slovenian Society for Non-Destructive Testing, 2005, 359–368.
- [4] Kovács D., Dobránszky J., Fodor T., Takáts V., Bonyár A., Investigation of the ASPN process of low alloy steel by using Ni or Cr coated active screens, Surface and Coatings Technology, Elsevier, 2020, 394, 1-10.
- [5] Kovács D., Dobránszky J., Bonyár A., Effect of different active screen hole sizes on the surface characteristic of plasma nitrided steel, Results in Physics, Elsevier, 2019, 12, 1311–1318.
- [6] Renkó J. B., Bonyár A., Szabó P. J., Development of Microfluidic Cell for Liquid Phase Layer Deposition Tracking, Acta Materiala, Transylvanica, EME, 2020, 3(2), 94-97
- [7] Neubauer B., Wedel U., Restlife Estimation of Creeping Components By Means of Replicas, Wearalischer Technischer Überwachungsverein, Germany, 1983, 307–313.
- [8] Uguz A., Martin J.W., Plastic Zone Size Measurement Techniques for Metallic Materials, Materials Characterization, Elsevier, 1996, 37(2-3), 421–516.
- [9] Bakhtiari R., Zangeneh S., Bakhtiari Fotouh M., Jamshidi S.M., Shafeie A., Fitness for service assessment of a pressure vessel subjected to fire damage in a refinery unit, Engineering Failure Analysis, Elsevier, 2017 80, 444–452.
- [10] Forlerer E., Castillo Guerra R., Ermini E., Use of topographic polymeric replica to characterize electric corrosion failure, Wear, Elsevier, 2007, 263(7-12) 1508–1512
- [11] Kovács D., Kemény D., Investigation of VVER-1200 reactor pressure vessel's material, Iop Conference Series: Materials Science and Engineering, 2020, 903, 012051, 1-5.
- [12] Károly D., Asztalos L., Micsík T., Szabó P. J., Non-destructive analysis of explanted coronary artery stents, Acta Polytechnica Hungarica, Óbudai University, 2017, 14(2), 171-181.
- [13] Bálint B., Mészáros I., Problems of Ferrite Content Determination, Periodica Polytechnica Mechanical Engineering, Budapest University of Technology and Economics, 2020, 64(2), 150-158