

# A hőkezelés hatása duplex acél hegesztési varratainak szövetszerkezetére

## Effect of heat treatment on the microstructure of duplex stainless steel welds

Tolnai Ferenc,<sup>1</sup> Varbai Balázs<sup>2</sup>

*Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Anyagtudomány és Technológia Tanszék, Budapest, Magyarország*

<sup>1</sup> [ferenctolnai1@gmail.com](mailto:ferenctolnai1@gmail.com)

<sup>2</sup> [varbai@eik.bme.hu](mailto:varbai@eik.bme.hu)

### Abstract

Duplex stainless steels (DSS) are gaining in popularity due to their characteristic features, excellent mechanical properties, and corrosion resistance. The microstructure of DSSs consists of ferrite up to 50 %, and the rest is built up from austenite. The ferritic microstructure can cause chromium-nitride precipitation because the nitrogen solubility in the ferrite phase is very low below 700 °C. Our research showed that electrochemical etching is an acceptable process for revealing chromium-nitrides. Additionally, our research points out that chromium-nitride acts as a secondary austenite nucleation site.

**Keywords:** *heat treatment, duplex stainless steels, austenite, electrochemical etching, nitrogen.*

### Összefoglalás

A duplex acélok szövetszerkezete általában 50% ferritből, a fennmaradó rész pedig ausztenitből épül fel. A ferrit fázisban 700 °C alatt jelentősen csökken az ötvözőként használt nitrogén oldhatósága, ami króm-nitrid-kiválásokat okoz. Kutatásaink során azt találtuk, hogy elektrokémiai maratással kimutathatók a króm-nitrid-kiválások. További eredményként azt kaptuk, hogy a nitridkiválások a szekunder ausztenit nukleációs helyeiként működnek.

**Kulcsszavak:** *hőkezelés, duplex acél, ausztenit, ferrit, elektrokémiai maratás.*

### 1. Bevezetés

A duplex korrózióálló acélok a korrózióálló acélok családján belül nagy szilárdságú alternatívát nyújtanak a tervezőmérnökök számára. A duplex acélok hegesztése azonban rendkívüli figyelmet és a technológiai változók pontos betartását igényli a számos lehetséges nemegyensúlyi átalakulás lehetősége miatt [1, 2]. A megfelelő, 1:1-es ausztenit ( $\gamma$ ) per ferrit ( $\delta$ ) fázisarány és ötvözőtartalom megtartása érdekében a duplex acélok hegesztéséhez általában nikkellel túlvöztött hozaganyag vagy nitrogéntartalmú védőgáz ajánlott [3–4].

A duplex acélokat nitrogénnel (N) is ötvözik, mivel a N ausztenitképző, és jobban oldódik az ausztenitben, mint a ferritben [5]. Ezért, amikor a delta-ferrites szövetszerkezetű acél 1100 °C-ról hűl, a delta-ferrit nitrogénben túltelítetté válik, ami króm-nitrid-kiválásokat eredményez ( $\text{Cr}_2\text{N}$ ). A kémiai összetétel, a hűlési sebesség és a ferritszemcsék mérete olyan tényezők, amelyek meghatározzák, hogy mely kiválások jelennek meg. A nitrogéntartalmú védőgáznak is nagy szerepe van az ausztenit fázis kialakulásának megkönnyítésében, így kevesebb nitrogén marad a ferrit fázisban, és kevesebb  $\text{Cr}_2\text{N}$  képződik.

A szekunder ausztenit ( $\gamma_2$ ) gyorsan kialakul különböző hőmérséklettől függő mechanizmusok révén [6]. 600 és 800 °C közötti hőmérsékleten, ahol a diffúzió gyorsabb, Widmannstätten típusú ausztenitzemcsék alakulnak ki [6]. Bár a  $\gamma_2$ -fázis N-tartalma nagyobb, mint a ferrit, a Cr- és Ni-tartalma lényegében a ferritből képződött ausztenit alatt marad [6]. A 700–900 °C hőmérsékleti tartományban jelenik meg a  $\gamma_2$  egy másik változata, a  $\delta/\gamma$  fázishatáron, amely Cr-tartalmát tekintve szegényebb [6]. Jelen kutatásunkban a króm-nitrid és a szekunder ausztenit fázisok kialakulását vizsgáltuk, hozaganyag nélkül végzett TIG-hegesztés és a hegesztést követő hőkezelés esetén.

## 2. Anyagok és kísérleti módszerek

### 2.1. Felhasznált alapanyagok

A felhasznált alapanyag a volfrámelektrodás ívhegesztéshez (TIG-hegesztés) és a hőkezeléshez egyaránt hagyományos, X2CrNiMoN22-5-3 (1.4462) duplex acél volt, 6 mm vastagságú lemez formájában. A gyártó által megadott kémiai összetétel az **1. táblázat**ban látható.

**1. táblázat.** Az 1.4462 acél kémiai összetétele a gyártó adatlapja alapján (%).

Cr	Ni	Mn	Mo	N	C
22,21	5,76	1,36	3,14	0,164	0,02
Si	Cu	S	P	Fe	
0,38	0,30	0,001	0,027	bal.	

### 2.2. TIG-hegesztési és hőkezelési kísérletek

Az egysoros tompakötéseket TIG-hegesztéssel készítettük el 200×50×6 mm-es mintákon, PA (vízszintes) helyzetben, egy egyedi hegesztőautomatával, hozaganyag nélkül. Háromféle ívenergiát alkalmaztunk: 0,25 kJ/mm, 0,84 kJ/mm és 1,57 kJ/mm. Ezek az ívenergiák a duplex acélok ívhegesztéséhez ajánlott 0,5–2,5 kJ/mm tartományba [7] esnek. Az ívenergiát a hőbevitelhez hasonlóan számítottuk, de a termikus határfok 1,0 volt. Védőgázként tisztá argont (Ar) vagy 6% nitrogéntartalmú védőgázkeveréket (Ar+6N<sub>2</sub>) használtunk. A hegesztési folyamat során használt volfrámelektroda 2% tórium-oxid adalékolású volt, 3,2 mm átmérőben, 40°-os kúpszöggel. A hegesztőautomata az ívhosszt állandó 2 mm-en tartotta minden esetben. A védőgáz áramlási sebessége minden esetben 10 L/min volt. A hőkezelést sóolvadékban (50% NaCl + 50% KCl) végeztük 800 °C hőmérsékleten

10 percig. A hőkezelést csak az argon védőgázzal hegesztett kötéseknel végeztük el. A hőkezelési hőmérséklet és időtartam kiválasztásának oka az volt, hogy megfigyeljük a  $\gamma_2$  fázis kialakulását a ferrites szövetszerkezetben.

## 2.3. Kiértékelési módszerek

### 2.3.1. Metallográfiai vizsgálat

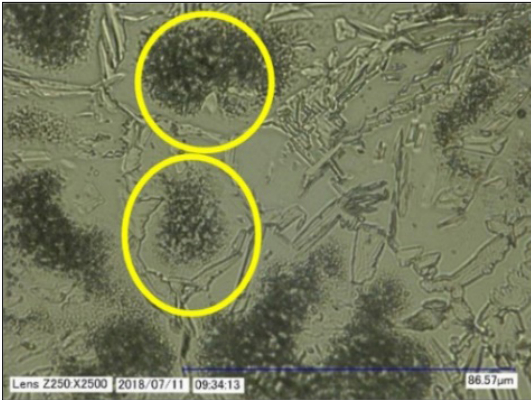
A metallográfiai vizsgálatra szánt mintákat gyémántkoronggal vágtuk, állandó hűtés mellett, a hegesztett varratból. Vágás után a mintákat 4000-es finomságú csiszolópapíron csiszoltuk, majd 3 µm-es gyémántszuszpenzióval políroztuk. Az ausztenit és ferrit fázisok kimutatására metallográfiai [8] vagy mágneses [9] vizsgálatok alkalmazhatók. Az ausztenit és ferrit fázisok kimutatására Beraha-2 marószert (85 mL H<sub>2</sub>O + 15 mL HCl + 1 g K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) használtunk, amely színes maratásra alkalmas. A maratott csiszolatokról készített felvételeken a ferrit sötéten jelenik meg, az ausztenit pedig világos marad. A lehetséges Cr<sub>2</sub>N-kiválás kimutatása érdekében elektrokémiai maratást végeztünk az MSZ EN ISO 17781:2017 szabvány szerint. A hegesztett mintákat 15%-os oxálsavban marattuk, 10 V feszültség mellett, 10 másodpercig, amely maratási eljárás az említett szabvány szerint alkalmas a nitridkiválás kimutatására. Az oxálsavas maratást külföldi kutatók sikeresen alkalmazták korábban a ferritben lévő karbid- és nitridkiválás kimutatására [10, 11], ezért mi is ezt az elektrokémiai maratási eljárást alkalmaztuk. A szövetszerkezet vizsgálatát Olympus PMG-3 optikai mikroszkóppal végeztük. A ferrittartalom mérését a maratott mintákról mikroszkóppal készített szövetszerkezeti képeken végeztük el, képelemző szoftverrel, területválasztáson alapuló módszerrel.

## 3. Eredmények és értékelésük

### 3.1. A szövetszerkezet az elektrokémiai maratás után

Az **1. ábrán** az oxálsavas elektrokémiai maratást követő szövetszerkezeti felvétel látható a 0,25 kJ/mm ívenergiával és argon védőgázzal hegesztett minta hőhatásövezetéről. Az ábrát elemezve látható, hogy az oxálsavas elektrokémiai maratás valóban alkalmas a ferritzemcsén belül elhelyezkedő kiválás kimutatására, melyek valószínűsíthetően króm-nitridek.

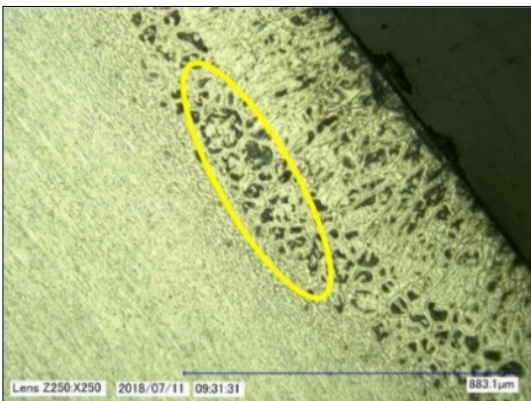
Az oxálsavas elektrokémiai maratást követő felvételeken látható szövetszerkezet a külföldi szakirodalomban található eredményekkel



**1. ábra.** Lehetséges króm-nitrid-kiválások a ferrit-szemcsék belsejében, a hőhatásövezetben. Az ívenergia 0,25 kJ/mm, a védőgáz argon volt

[12–14] hasonló képet mutat. A hivatkozott szakirodalmak ezeket a fázisokat króm-nitridként azonosították, ezért valószínűsíthetően a mi esetünkben is a nitridkiválásokat tette láthatóvá az alkalmazott elektrokémiai maratás. A maratást követő szövetszerkezet-vizsgálat alapján a króm-nitrid-kiválások legnagyobb mennyiségben a legkisebb ívenergiával hegesztett minták esetében keletkeztek, beleértve mindkét alkalmazott védőgázt. Ezek a nitridkiválások a ferrit fázisban, a szemcsék belsejében, valamint nagymértékben a hőhatásövezetben voltak jelen (2. ábra).

Az oxálsavas elektrokémiai maratás viszont oldja a króm-nitrid-kiválásokat, így az összetételük pontos mérésére jelen kutatásunk során nem volt lehetőségünk.



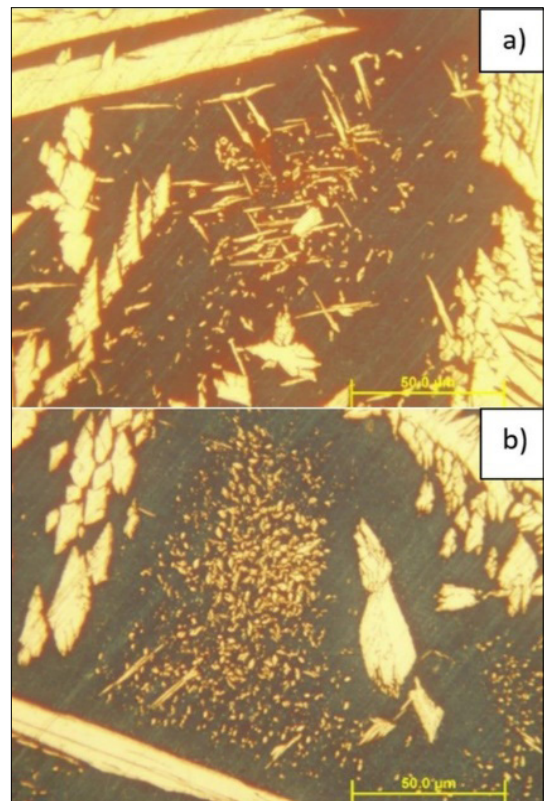
**2. ábra.** Lehetséges króm-nitrid-kiválások a ferrit-szemcsék belsejében, a hőhatásövezetben. Az ívenergia 0,25 kJ/mm, a védőgáz argon volt

### 3.2. A szövetszerkezet megváltozása a hőkezelés hatására

A hőkezelési kísérletet azért végeztük el, hogy a szekunder ausztenit kialakulását elérjük. A 3. ábrából látható, hogy az alkalmazott hőkezelés az ausztenittartalom növekedését eredményezte mind a varratfémbe, mind a hőhatásövezetben. Ennek oka a szekunder ausztenit-kiválások megjelenése a ferritszemcsékben az előzőleg megfigyelt nitridkiválások helyén. Látható az is, hogy a szekunder ausztenit kialakulása a ferritszemcsék belsejében indult meg.

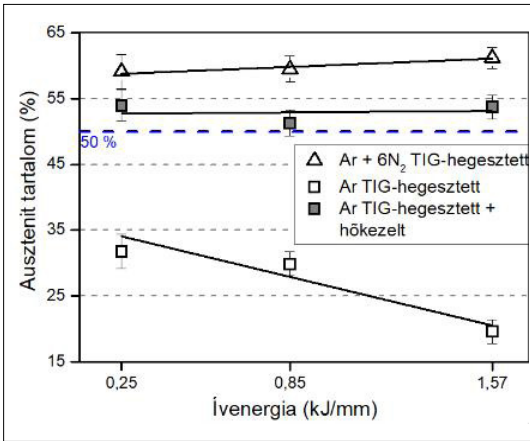
Ami az ausztenit arányának változását illeti (4. ábra), megfigyelhető, hogy az ausztenit mennyisége a növekvő ívenergiával csökken a TIG-hegesztett minták esetében, amennyiben védőgázként tiszta argont alkalmaztunk.

A védőgázhoz 6% nitrogén hozzáadása növelte a varratfém ausztenittartalmát, mivel a nitrogén erős ausztenitképző. Ebben az esetben a varratfém ausztenittartalma ~10%-kal haladja meg az alapanyag ~50%-os ausztenittartalmát.

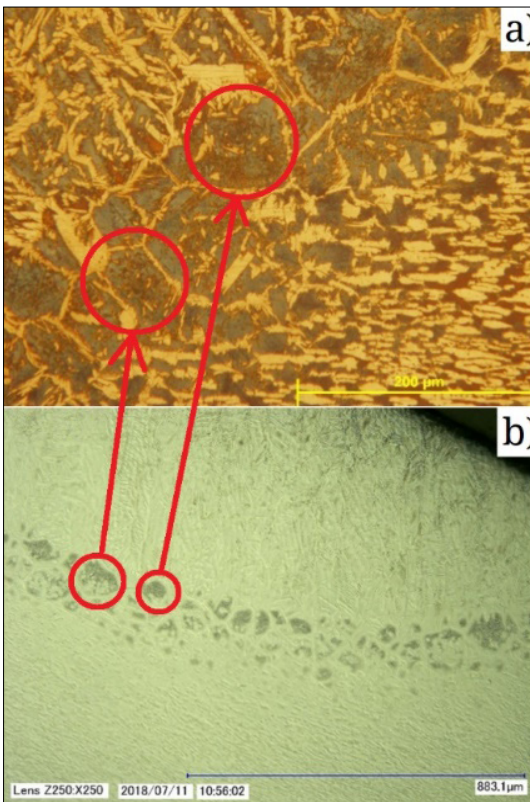


**3. ábra.** Az argonnal és a legkisebb ívenergiával hegesztett minta szövetszerkezeti felvétele a hőkezelés után; (a) varratfém és (b) hőhatásövezet





4. ábra. A varratfém ausztenittartalmának változása az ívenergia függvényében, mindkét védőgázzal hegesztett minta és az utólagos hőkezelés esetén



5. ábra. Az argonnal és a legkisebb ívenergiával hegesztett minta hőhatásövezetének szövetszerkezeti felvételei. A szekunder ausztenit és a króm-nitrid-kiválások közötti kapcsolat látható a hőkezelés előtti felvételen (b) és a színes maratással készült felvételen, a hőkezelés után (a)

Az argon védőgázzal hegesztett minta hőkezelése után az ausztenittartalom szintén ~ 50%-ra növekedett. Az ausztenittartalom növekedése a ferritszemcsékben lezajló  $\gamma_2$  kialakulásának eredménye, amely fázisban a hőkezelés előtt jelen lévő  $\text{Cr}_2\text{N}$ -kiválások a másodlagos ausztenit kialakulásának nukleációs helyeként működnek. Mivel a szekunder ausztenit aránya a hőkezelés miatt nagy, arra következtethetünk, hogy a  $\gamma_2$  nagyon fontos szerepet játszik a valós, többsoros varratkialakítások esetében is, ahol az előzőleg hegesztett varratsorok újrahevülése során jelentősen növelheti a varratfém ausztenittartalmát [9].

Összevetve a színes maratással (5. ábra a) és az elektrokémiai maratással kapott eredményeket (5. ábra b), megállapítható, hogy a króm-nitrid-kiválások a szekunder ausztenitképződéséhez vezetnek a ferritessé vált hőhatásövezetben, amely megfigyelés egyezik más kutatók eredményeivel [14].

A szekunder ausztenit kialakulása a hőhatásövezetben és a varratfémekben duplex acélok többsoros hegesztése során is létrejöhethet, mely eredményeképpen az ausztenittartalom jelentősen növekedhet [15].

#### 4. Összefoglalás

Kutatásaink során hagyományos duplex acél TIG-hegesztését végeztük el tiszta argon és nitrogéntartalmú gázkeverék használatával. A tiszta argonnal hegesztett mintákat sófúrdós hőkezeléssel utóhőkezeltük. Vizsgáltuk az oxálsavas elektrokémiai maratás alkalmazhatóságát a króm-nitrid-kiválások kimutatására. Ezen felül megvizsgáltuk, hogy ezek a kiválások hogyan alakulnak át másodlagos ausztenitté a hőkezelés során. Eredményeink alapján kijelenthetjük, hogy az oxálsavas elektrokémiai maratás megfelelő módszer a króm-nitrid-kiválások kimutatására. A króm-nitrid-kiválások a hőhatásövezetben voltak láthatók, hőkezelés után pedig másodlagos ausztenitszemcsék képződtek a nitridkiválások helyén, amelyek növelték a varratfém ausztenittartalmát.

#### Köszönetnyilvánítás

Jelen cikk az Emberi Erőforrások Minisztériuma NTP-SZKOLL-19-066 kódszámú Nemzeti Tehetség Program pályázatának támogatásával valósult meg.

#### Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Uzonyi S., Asztalos L., Dobránszky J.: Duplex korrozóálló acél durvalemezek hegesztése. Műszaki Tudományos Közlemények, 3. (2015) 315–318. <https://doi.org/10.33895/mtk-2015.03.71>

- [2] Pálfi N., Berecz T., Fazakas É., Fábíán E. R.: *Mikroszerkezeti változások 900 °C-on hõn tartott, majd alakított SAF 2507 típusú duplex korrózióálló acélban*. In OGÉT 2017: XXV. Nemzetközi Gépészeti Konferencia. 25<sup>th</sup> International Conference on Mechanical Engineering. Kolozsvár, Románia. 2017. 303–306.
- [3] Fábíán E. R., Dobránszky J., Csizmazia J.: *Duplex acéllemezek lézersugaras hegesztésekor bekövetkező változások*. Műszaki tudományos közlemények, 5. (2016) 141–144.  
<https://doi.org/10.33895/mtk-2016.05>
- [4] Sándor T.: *Korszerű duplex korrózióálló acélok hegeszthetőségi kérdései*. In: 25. Jubileumi Hegesztési Konferencia. Budapest, Magyarország. 2010. 19–21.
- [5] Westin E. M., Johansson M. M., Pettersson R. F. A.: *Effect of nitrogen-containing shielding and backing gas on the pitting corrosion resistance of welded lean duplex stainless steel LDX 2101® (EN 1.4162, UNS S32101)*. *Welding in the World*, 57/4. (2013) 467–476.
- [6] Gunn R. N.: *Duplex stainless steels: microstructure, properties and applications*. 1. kiadás. Abington Publishing, Abington, 1997. 30–41.
- [7] Karlsson L.: *Welding Duplex Stainless Steels – a Review of Current Recommendations*. *Welding in the World*, 56/05/06. (2012) 1–17.
- [8] Lőrinc Zs.: *NAS329J3L duplex acél lézersugaras felületkezelése*. In: Fiatal Műszakiak Tudományos Ülésszaka XIX. Nemzetközi Tudományos Konferencia. Kolozsvár, Románia. 2014. 277–280.  
<https://doi.org/10.36243/fmtu-2014.062>
- [9] Bögre B., Mészáros I.: *Problems of Ferrite Content Determination*. *Periodica Polytechnica Mechanical Engineering*, 64/2. (2020) 150–158.  
<https://doi.org/10.3311/PPme.15022>
- [10] Nelson D. E., Baeslack W. A., Lippold J. C.: *Characterization of the weld structure in a duplex stainless steel using color metallography*. *Metallography*, 18/3. (1985) 215–225.  
[https://doi.org/10.1016/0026-0800\(85\)90043-6](https://doi.org/10.1016/0026-0800(85)90043-6)
- [11] Putz A., Hosseini V. A., Westin E. M., Enzinger N.: *Microstructure investigation of duplex stainless steel welds using arc heat treatment technique*. *Welding in the World*, 64. (2020) 1135–1147.  
<https://doi.org/10.1007/s40194-020-00906-2>
- [12] Pettersson N., Pettersson R. F. A., Wessman S.: *Precipitation of Chromium Nitrides in the Super Duplex Stainless Steel 2507*. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 46/3. (2015) 1062–1072.  
<https://doi.org/10.1007/s11661-014-2718-y>
- [13] Liao J.: *Nitride precipitation in weld HAZs of a duplex stainless steel*. *ISIJ International*, 41/5. (2001) 460–467.  
<https://doi.org/10.2355/isijinternational.41.460>
- [14] Ramirez A. J., Lippold J. C., Brandi S. D.: *The relationship between chromium nitride and secondary austenite precipitation in duplex stainless steels*. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 34/8. (2003) 1575–1597.  
<https://doi.org/10.1007/s11661-003-0304-9>
- [15] Pickle T., Henry N., Morriss P., Tennis L., Wagner D., Baumer R. E.: *Root Pass Microstructure in Super Duplex Stainless Steel Multipass Welds*. *Welding Journal*, 98/5. (2019) 123–134.  
<https://doi.org/10.29391/2019.98.010>