

Miskolci Egyetem
Anyag és Vegyészmérnöki Kar
Tudományos Diákköri Tanács



Tudományos Diákköri Dolgozat

Nyírószilárdság vizsgáló módszer továbbfejlesztése és alkalmazása finom- és ultrafinomszemcsés anyagokhoz

Készítette: Sziklai Benedek
BSc-s hallgató,
Fémteni, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézet

Konzulensek: **Prof. Dr. Mertinger Valéria**, egyetemi tanár, ME-FKNI
Dr. Sepsi Máté, tudományos segédmunkatárs, ME-FKNI

Miskolc,
2024.11.14.

TARTALOM

1.Bevezetés.....	3
2. Irodalmi áttekintés:	4
2.1 Intenzív képlékenyalakítás	4
2.1 Kötési szilárdság meghatározásának módjai	7
2.3 A kutatómunka során alkalmazott anyag- és szerkezetvizsgálati módszerek	9
3. Kísérleti munka és eredményeinek bemutatása	12
3.1.Kísérleti anyag.....	12
3.2.Alakítási kísérletek FALEP eljárással.....	12
3.3.Alakítási kísérletek hengerléssel.....	13
3.4.Nyíróvizsgálatok.....	14
3.4.1. FALEP minták nyíróvizsgálati eredményei	16
3.4.2. Hengerelt minták nyíróvizsgálati eredményei	19
3.5.Keménységvizsgálati eredmények	23
3.6.Mikroszkópiás eredmények	24
3.7.Nyíróvizsgálati eljárás továbbfejlesztése	26
4. Eredmények értékelése	29
5. Összefoglalás	30
6. Köszönetnyilvánítás	31
7. További tervek	31
8. Hivatkozott irodalmak jegyzéke	32
9. Mellékletek.....	34

1.BEVEZETÉS

Jelen TDK dolgozatom az előző félévben megkezdett kutatásom folytatása melyet a Fémteni Képlékenyalakítási és Nanotechnológia Intézetben működő FALEP (Friction Assisted Lateral Extursion Process) kutatócsoporthoz kapcsolódóan végzek. 2024 februárjában az intézetünkben Sepsi Máté tervei alapján elkészült, a nemzetközi viszonylatban is unikális miniFALEP intenzív képlékenyalakításra (SPD) alkalmas eszköz. Ilyen eszköz a világon csak a Franciaországi Metzben működik. A miskolci eszköz kisebb terhelésre képes (innét a mini elnevezés), viszont modularitásából adódóan sokkal szabadabb kutatási lehetőségeket biztosít metzi testvérétől. A kutatócsoportban az egyik feladatom a kísérletekben való közreműködés, mivel annak elvégzéséhez két kutató szükséges. Konzulensemmel számos kísérletet végeztünk különböző kutatási célokra. A legnagyobb mértékű alakítást olyan réz lemezekon végeztünk melyeket Új Mexikóban, Los Alamos-ban vizsgálnak jelenleg.

Másik feladatom az alakított termékek minősítése, a FALEP berendezéssel elkészített minták mechanikai tulajdonságainak jellemzése, melyet a minták csekély méretéből kifolyólag, nyíróvizsgálattal jellemzek. Először a szakirodalmak segítségével próbáltam megfelelő módszert és eszközt keresni a mindössze 20mm x 4mm-es minták vizsgálatához, de ezzel nem jártam sikerrel így konzulenseim útmutatásával új szerszámot készítettem és új módszert dolgoztam ki, tömbi és kompozit mintákra. A szerszámot már előző dolgozatomban részletesen bemutatam és tesztelések elvégzésével kijelentettem, hogy a szerszám képes, mint tömbi minták nyírófeszültségének meghatározására, mint kompozit minták réteg kötési szilárdságának meghatározására.

Mivel eddig még nem volt ehhez hasonló kisméretű próbatestet igénylő nyíró szilárdság vizsgáló eszköz, ezért még nem volt lehetőség jobban megvizsgálni a FALEP berendezéssel készített mintákat. Egyik ilyen lehetőség a minták anizotrópiájának meghatározása. Jelen kutatásom, így a már eddigiekben is felhasznált Al1050-es alapanyag FALEP berendezéssel elkészített lemezek különböző irányokból vett mintáinak a nyíróvizsgálata lett. A kutatás során a már előállított alapanyagból 3 irányban melyek alakítási iránytól nézve 0°, 45°, 90°-ban lettek kivéve, ezekkel végeztem el a teszteket, majd kiértékeltem az általuk adott görbéket és megnéztem a töret felületüket.

Hogy lássuk a FALEP eljárások nagy előnyét a mechanikai anizotrópiát megvizsgáltam ugyanolyan minőségű hengerelt mintákon is.

Jelenlegi kutatásom célja kettős, egyrészt a nyíróvizsgáló eljárást tökéletesítése, másrészt a FALEP alakításon átesett mintákban végbemenő változások jellemzése.

2. IRODALMI ÁTTEKINTÉS:

2.1 Intenzív képlékenyalakítás

Fémek szilárdságát négyféle módon lehet növelni, szilárdoldatos ötvözással, hidegalakítással, szemcsefinomítással és kiválásokkal. A szemcsefinomítás csökkentésének számszerű hatását az ún. Hall-Petch összefüggés írja le. A hidegalakítás és szemcsefinomítás egyidejű alkalmazása és ezáltal hatékony szilárdságnövekedés érhető el az ún. intenzív képlékenyalakítási eljárásokkal (severe plastic deformation- SPD). A módszert először Percy W. Bridgman alkalmazta, aki kutatásaiért 1946-ban Nobel díjat kapott. Ilyen eljárással a fémek anyagok általános 50-100 μm -es szemcsemérete lecsökkenthető az 1 μm alatti vagy akár 100 nm alatti tartományba. Ehhez viszont nagymértékű képlékenyalakítás szükséges, ami sokszor nagy hidrosztatikai nyomás alkalmazásával valósítható meg. Az elmúlt évtizedekben nagyon sok kutatás irányult erre a területre és ma már több mint 200 SPD eljárás létezik. A leggyakoribb eljárásokat az **1. ábra** foglalja össze [1]. Nagyon sok eljárásnak a magyar elnevezése még nem honosodott meg a szaknyelvben. Igazából az ECAP (Equal Channel Angular Pressing) módszernek a könyöksajtolás és az ARB (Accumulative Roll Bonding) eljárásnak a halmozódó kötőhengerlés elnevezések terjedtek csak el. A magyar szaknyelv a többi eljárásra az angol rövidítéseket használja.

Az SPD eljárásoknak általában 3 közös jellemzője van:

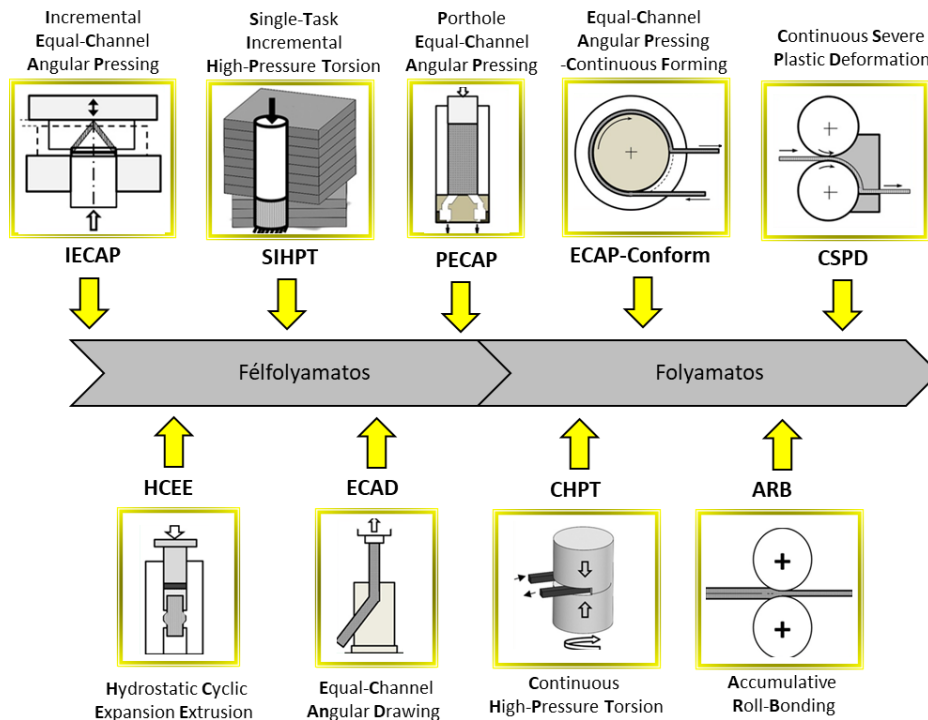
- ✓ Az alkalmazott képlékeny alakváltozásnak elég nagynek kell lennie ahhoz, hogy ultrafinomszemcsés (UFG) mikroszerkezeteket hozzon létre. Ezért az alakítási lépést sokszor megismétlik.
- ✓ A munkadarab alakjának állandónak kell maradnia az alakítás során. Ennek az a következménye, hogy ugyanaz a szerszám használható.
- ✓ A megmunkálás során nagy hidrosztatikus nyomás van jelen. Ez megakadályozza a repedések kialakulását viszont az alakításnak jelentős az energia igénye.

Intenzív képlékenyalakítás során a teljes alakváltozás akár 500 %-os is lehet. Mivel az alakítások jellege nagyon különböző is lehet ezért bevezetésre került az ún. egyenértékű alakváltozás (e) mérőszáma [2].

Az SPD eljárásoknak a közös jellemzője, problémája, hogy igazából az ipari méretű termék gyártás egyik módszernél sem terjedt el, aminek következtében az eljárás nyújtotta előnyöket nem lehet kihasználni. Viszont nagyon sok laboratóriumi kísérlet és kutatás történt a témában. További hátrány lehet, hogy az alakított anyag szívóssága sok esetben gyenge és tiszta fémek esetében a hőstabilitás is problémát jelenthet.

Viszont számos előnyös tulajdonság is megfogalmazható:

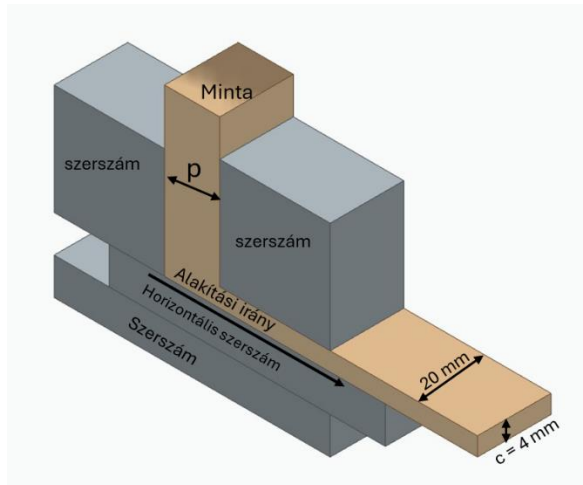
- ✓ extrém nagy szilárdság[3]
- ✓ szuperképlékenység[4]
- ✓ hidrogéntárolás lehetősége[1], [5]
- ✓ fotokatalitikus hidrogéntermelés[6]
- ✓ fotokatalitikus CO₂-konverzió [6]
- ✓ szupravezetés[7]
- ✓ termoelektromos teljesítmény[8]
- ✓ sugárzásállóság[9]
- ✓ korrózióállóság[10], [11]
- ✓ fáradási élettartam növelés [12]
- ✓ biokompatibilitás[13]



1. ábra A leggyakoribb SPD eljárások [1]

A Miskolci Egyetem, Fémtani Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézetében működő kutatócsoport azt tűzte ki célul, hogy egy olyan SPD eljárást valósít meg laboratóriumi körülmények között, amelynél egy lépésben elérhető az ultrafinom szemcseszerkezet, kicsi az energiafelhasználás igénye, és az ipari méretű eljárás is lehetőségét bizonyítani lehet. Sepsi Máté tervei alapján 2024 tavaszán beüzemelésre került az ún „miniFALEP” eszköz. Az eszköz elnevezése arra a folyamatra utal, amely az alakítás során végbemegy: Friction Assisted Lateral Extrusion Process FALEP- súrlódással segített keresztirányú kisajtolás. A FALEP módszer egy olyan intenzív képlékenyalakítási eljárás (SPD), amely során az alakváltozás extrém nagy nyírás hatására történik meg szobahőmérsékleten, egy lépésben. Az alakító szerszámban tetszőleges vastagságcsökkenés érhető el a mozgó szerszám által biztosított nyírás folyamatában, miközben a kényszer alatt deformálódó alapanyagra jellemzően kis terhelő erő hat, mind a vertikális, mind a horizontális tengely irányából. Így az eljárásnak sokkal kisebb az energiaszükséglete, mint az eddigi bármely más SPD technikának. Az alakváltozás során az anyagban ultrafinom vagy akár nanoméretű szemcsék alakulnak ki, aminek hatására extrém szilárdság növekedés, az adott ötvözetre jellemző elméleti legnagyobb szilárdság is elérhető. A miniFALEP szerszámban a terhelő erőt az intézetben található Instron 100 kN-os padló telepítésű, univerzális anyagvizsgáló berendezés biztosítja. Az eszköz sematikus ábráját és a megvalósult szerszámot az Instron berendezésen a **2. ábra** mutatja.

Japán kutatócsoport 1992-ben publikálta először a FALEP eljárást, mint egy módosított könyöksajtolási eljárást. Vékony lemezeket nagy hidrosztatikai nyomás alkalmazásával állítottak elő. A módszert 2019-ben S. Tóth László professzor kutatócsoportja a Metzi Egyetemen (Franciaország) újra feltalálta, de a módszerrel készült termék nehezen volt reprodukálható és az eljárásban rejlő igazi lehetőséget ők sem használták ki. A miskolci miniFALEP eszközzel előállítható termék méretei: max 20 mm-es szélesség, 0,2...5 mm tartományú vastagság és tetszőleges hossz. A jelenlegi hidraulika rendszer által biztosított 10 tonnás terhelés 1000 MPa folyáshatárra felkeményedett ötvözet alakítását tudja biztosítani.



(a)



(b)

2. ábra (a) FALEP eljárás elvi működése és a (b) miniFALEP alakító szerszám működés közben az Instron szakítógéppel kiegészítve az intézet laboratóriumában

A FALEP eljárás során végbemenő alakváltozás jellemzésére a γ mérőszámot alkalmazzuk (1):

$$\gamma = p/c + c/p \text{ []} \quad (1)$$

Az egyenértékű alakváltozást pedig a következő összefüggés adja meg (2):

$$e = \frac{p/c + c/p}{\sqrt{3}} \text{ []} \quad (2)$$

ahol p a bemenő, c a kijövő vastagság.

Összehasonlításként, hengerlésre az egyenértékű alakváltozás (3):

$$e = \left(\frac{2}{\sqrt{3}} \right) \ln \left(\frac{h_0}{h} \right) \quad (3)$$

ahol h_0 a bemenő míg h a kijövő vastagság.

A legnagyobb alakítási értékek, amelyet a miniFALEP eszközzel el tudtunk érni γ : 800 volt. A jellemző érték a 10-20, jelen dolgozatban γ :5,2 értéket alkalmaztunk.

Az eljárás hatékonyságának szemléltetésére hasonlítsuk össze a FALEP eljárással történő alakítást a hengerléssel. Ha FALEP eljárással 10 mm-es vastagságú kiinduló lemezt egy lépésben 1 mm-re alakítunk -ami egy bevett gyakorlat a miskolci eszköznel- és ha ugyanezen mértékű egyenértékű alakváltozást akarjuk elérni hengerléssel, akkor 181 mm kiinduló vastagságú anyagot kellene hengerléssel szobahőmérsékleten 1 mm vastagságúra alakítani. Az SPD mintákkal kapcsolatos probléma még, hogy a kicsi mintaméretből adódóan annak vizsgálata a konvencionális módszerekkel nem lehetséges. Ezért korábbi kutatómunkáink célja volt olyan nyírószilárdság vizsgáló eljárás fejlesztése, amivel ilyen kis méretű minták jól reprodukálható módon számszerűen jellemezhetők.

Alakítási eljárásoknál a további feldolgozás szempontjából mindig nagyon fontos kérdés az alakított anyag homogenitása nem csak kémiai összetétel, hanem az alakváltozás tekintetében is. Mivel a FALEP eljárás egy alapjában teljesen új eljárás, és igaz, hogy az alakváltozás

mechanikai modelljét kutatócsoportunk már publikálta [2], de még nagyon sok nyitott kérdés van. Jelen dolgozatomban, az alakított lemez homogenitását vizsgálom a mechanikai tulajdonságok tekintetében.

2.1 Kötési szilárdság meghatározásának módjai

A mechanikai anyagvizsgálati eljárások közül a nyíróvizsgálatok előnye, hogy nagy alakváltozások érhetők el a minta törése nélkül, úgy, hogy a szükséges terhelés kisebb, mint húzó vagy nyomóigénybevétel során. A von Mises folyási feltételt alkalmazva izotróp anyagra a terhelés mintegy $\sqrt{3}$ -részre adódik. A nyíróvizsgálatok viszont sokkal kevésbé sztenderdizáltak mint a szakítás vagy akár a keménység mérés. Ennek oka, hogy az anyagok nyírással szembeni ellenállását szeretik az adott anyag igénybevételéhez hasonlatos módon tesztelni, illetve a mintavételezés is számtalan esetben problémába ütközik a vizsgálandó anyag mérete, geometriája miatt. Nyíróvizsgálatok különösen jelentősök többretegű anyagok esetében a kötés erősségének a jellemzésére. Két fémlemez egymáshoz való kötése során a két fémréteg közötti határfelületi kötés alapvetően kohéziós vagy adhézios lehet. Függetlenül attól, hogy melyik a domináns; mindig igaz, hogy a tökéletes kötés a névleges érintkezési felületnek csak egy töredékén jelenik meg. A kötés erőssége tehát a határfelületi kötőfelület helyzetétől függően változhat. Ami további problémát vet fel a vizsgálat során, szemben a tömbi anyagok vizsgálatával.

A többretegű anyagok határfelületi nyírószilárdságának jellemzésére különböző nyíróvizsgálati módszereket dolgoztak ki, és ezek közül néhányat már szabványosítottak [14], [15], [16]. Ezek az előírások részletesen leírják a vizsgálati körülményeket, és részletesen ajánlják a megfelelő próbatest méreteit is. A vizsgálati eljárások bizonyos részén direkt nyírást alkalmaznak, míg vannak olyan esetek is, amikor nagy hidrosztatikai nyomás vagy húzó igénybevétel történik, miközben a próbatest egy része nyírást szenved. Ezek a feltételek még nehezebbé teszik az eredmények kiértékelését, összehasonlíthatóságát.

A különböző nyírási vizsgálatoknak természetesen vannak előnyei és hátrányai. A nyírószilárdság mérésére szolgáló konfiguráció néhány tipikus példáját mutatja a **3. ábra**.

A **3. ábra (a)** része szimmetrikus nyírási vizsgálat Miyauchi szerinti próbatestjét mutatja [17]. A síkbeli egyszerű nyírási vizsgálatot először Miyauchi tette közzé, bemutatva egy olyan próbatestgeometriát, amely három befogási területből és a közöttük lévő két nyírási zónából áll. A középső bilincsek külső bilincsekhez viszonyított párhuzamos elmozdításával a közöttük lévő zónák egyszerű nyírással deformálódnak. A próbatest szimmetriája miatt a két nyírási zóna ellentétes irányú terhelést kap. Az anizotrópiától, az alakítási irányhoz viszonyított szögtől és az előterheléstől függően a nyírási zónák nem feltétlenül vezetnek azonos eredményre.

3. ábra (b) része az un Iosipescu próbatestet mutatja [18]. Ez a vizsgálati módszer viszonylag egyszerűen elvégezhető, kis, könnyen elkészíthető próbatesteket használ, és mind a nyírószilárdság, mind a merevség mérésére alkalmas. Nicolae Iosipescu javasolta először ezt a vizsgálati módszert 1967-ben. A próbatest hosszának közepén tiszta nyírófeszültségi állapotot hoz létre két, egymással ellentétes erőpárok által létrehozott nyomaték alkalmazásával. A próbatest középső szakaszán keresztül állandó nyíróerő állapotot idézünk elő, és az indukált nyomatékok pontosan kioltják egymást a próbatest hosszának közepén, így ezen a helyen tiszta nyíróterheléses állapotot hozunk létre. A legkisebb keresztmetszetnek a középvonalon kellene lennie ahhoz, hogy ezen a helyen maximális nyírófeszültséget kapjunk. Iosipescu vizsgálata csak homogén, izotróp anyagokkal foglalkozott.

Síkbeli nyíróvizsgálat ASTM B831-05 szerinti elrendezés az **3. ábra (c)** részén látható [19]. Ez a szabvány egyszerűsített geometriát tartalmaz egyetlen nyírási zónával és a feszültség és az

alakváltozás egyszerű értékelésével. Az ezen szabvány szerint elkészített minta közvetlenül felhasználható a szakítógépből, és a nyírófeszültségek kiszámíthatók az alkalmazott egytengelyű feszültséggel. Az egyszerű nyírás egyetlen nyírási zónával rendelkezik, és hatékony módszer a mechanikai tulajdonságok értékelésére és a fémlemezek síkbeli anizotrópiájának meghatározására. A minták sokkal részletesebben tanulmányozhatók, mint a Miyauchi-vizsgálati elrendezéssel, az egyetlen nyírási zóna miatt. Viszont az egyetlen nyírási zónával kapcsolatos probléma az, hogy a nyírási zóna terhelés alatt elfordul. Emellett az eredeti ASTM szabványban meghatározott minta geometriája nem használható a terhelés megfordítására a ciklikus vizsgálat során. A forgás megfelelő szorítóerővel csökkenthető, de a nagy erő vagy a minta károsodását eredményezheti, vagy nem kívánt deformációt hozhat létre.

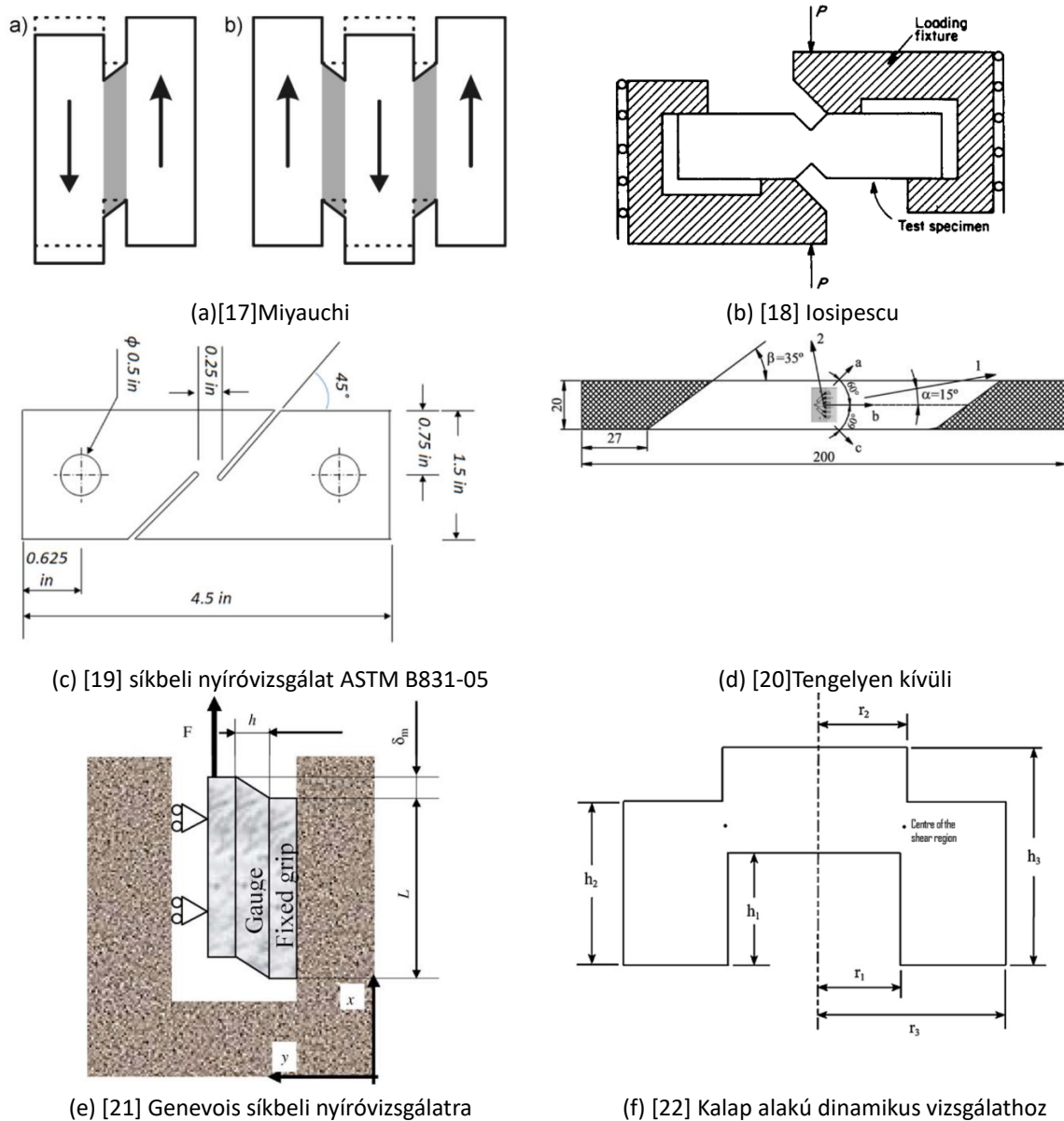
A tengelyen kívüli szakítópróbát már évek óta használják kompozit anyagok síkbeli nyírási viselkedésének meghatározására. Erre mutat példát a **3. ábra (d)** része [20]. Egy téglalap alakú próbadarabot, amelynek szálai az alkalmazott terheléshez képest egy bizonyos α szögben helyezkednek el, szakító terhelésnek vetnek alá. Ennek a vizsgálati módszernek az anizotróp anyag viselkedéséből adódó nyúlás-nyírás kapcsolat a velejárója. Valójában a végkényszerhatások miatt heterogén feszültség- és alakváltozási mezők alakulnak ki a tengelyen kívüli próbatestek mérőszelvényében, ami idő előtti tönkremenetelükhöz és pontatlan nyírási modulusmérésekhez vezethet.

Egyszerű síkbeli nyíróvizsgálatra fejlesztett eljárást Genevois, ahol a próbadarab forgását a nyíróerők hatására egy nagyon merev keret akadályozza meg (**3. ábra (e)** [21]). A próbatestek egyszerű téglalap alakúak és nagyon könnyen elkészíthetők. Célszerű őket szikraforgácsolással kivágni, hogy elkerülhető legyen a fúrás okozta esetleges megkeményedés. A próbadarabot a nyírószerkezet rögzített és mozgó fogantyúi szilárdan rögzítik. A nyíróvizsgálat nem érzékeny a minta kis alaki hibáira, kivéve a hengerlési eljárással kapcsolatos vastagságváltozásokat. Az 1. ábrán bemutatott eszköz mozgó markolatai oldalirányban is mozoghatnak (az y-tengely mentén), vagy blokkolva maradhatnak, hogy a h = állandó feltételt érvényesítsék. Az előbbi esetben egy kiegészítő terhelésmérő cellát és/vagy motorizálást lehet hozzáadni, hogy a nyírási deformációra egy szabályozott oldalirányú feszültséget vagy összenyomást lehessen ráhelyezni.

Kalap alakú próbatesteket az anyagok dinamikus nyírási viselkedésének tanulmányozására, beleértve az adiabatikus nyírási sávok kialakulását és a törést, fejlesztettek ki (**3. ábra (f)** [22]). A kalap alakú próbatesteket dinamikusan összenyomják egy osztott Hopkinson nyomórudas elrendezésben. A próbadarab sajátos geometriája miatt létezik egy olyan zóna, ahol az anyag elsősorban nyírási alakváltozáson megy keresztül. Még olyan anyagok is nyírási tönkremenetelig kényszeríthetők, amelyek spontán nem mutatnak alakváltozás-lokalizációt. A kutatók a kalap alakú próbatesteket számos geometriai elrendezésben használják annak ellenére, hogy a kísérletek eredményét nemcsak a vizsgált anyag, hanem a próbatest geometriája is befolyásolja. Ezért a különböző vizsgálatok eredményeit nagy körültekintéssel kell összehasonlítani.

Ebből a néhány példából is látszik, hogy a nyíró vizsgálatok próbatestjeinek alakja, geometriája, maga az igénybevétel formája rendkívüli változatosságot mutat. Számunkra a legnagyobb problémát az jelenti, hogy még, amikor a módszer leírásánál arra utaltunk, hogy kisméretű próbatest is megfelelő, az még mindig jóval nagyobb, mint ami jelen kutatómunkánkban a vizsgálat tárgyát képezi.

Ezért a kutatás korábbi szakaszában megterveztünk és legyártattunk egy nyíró vizsgálati eszközt, melynek a próbaüzemét az előző TDK dolgozatomban bemutattuk. Jelen kutatásunk egyik célja a vizsgálóeszköz továbbfejlesztése, esetleges hibáinak feltárása.

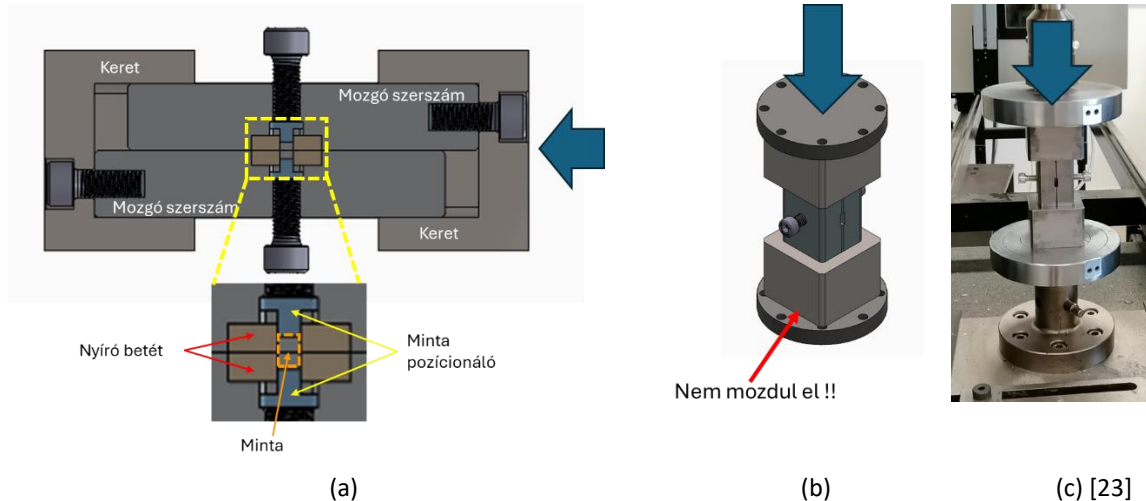


3. ábra A gyakrabban használt gyakoribb nyírási tesztek próbatestjei és a vizsgálat elve

2.3 A kutatómunka során alkalmazott anyag- és szerkezetvizsgálati módszerek

Keménysegvizsgálat: A kisméretű próbatestek mechanikai szilárdságára egy kiváló vizsgálati eljárás ezért ezt mi is alkalmazni fogjuk. A vizsgálat során a Vickers módszert választottuk, ahol a terhelő szerszám egy szabványos gyémánt gúla. A keménységi mérőszám a terhelő erő és a gúla által létrehozott nyom felületének hányadosa. A műszer Instron Tukon keménységvizsgáló berendezés volt.

Nyíróvizsgálat: Előző TDK kutatómunkámban egy nyíróvizsgáló eszköz tervezéséről és megvalósításáról számoltam be. Az eszköz lényege, hogy az Instron univerzális szakító gép nyomópofái közé helyezve, nyomó terhelés alatt a benne lévő próbatest elnyírja és közben az erőt rögzítjük. Az alakítás sebessége 5 mm/perc és elmozdulásra szabályozunk. A vizsgálat közbeni elmozdulás 0-3,8 mm értékű lehet. A kiinduló próbatest méreteit ismerve a felvett maximális erőt elosztva a kiinduló keresztmetszettel kapjuk a nyírószilárdságot [23] .



4. ábra A korábbi TDK munkámban tervezett nyírószilárdság vizsgáló szerszám (a) metszeti képe (b) összeállítási rajza és (c) működés közben. Kék nyíl jelzi a fellépő reakció erőt

Pásztázó elektronmikroszkópia (SEM): SEM vizsgálat során a minta felületét egy fókuszált elektronnyalábbal pásztázzuk. Az elektronnyaláb kölcsönhatásba lép a vizsgált anyag atomjaival, melynek eredményeként a vizsgált anyag felületéről képet alkothatunk vagy akár kémiai összetételét is meghatározhatjuk, ha a kölcsönhatásból kapott karakterisztikus röntgen jelet hullámhossz, vagy ami a gyakoribb energia szerint szétválogatjuk. A képalkotáshoz az elektronnyaláb és a vizsgált anyag kölcsönhatásából keletkezett szekunder vagy visszaszórt elektronokat használhatjuk fel. A visszaszóródás mértéke a kölcsönhatásban résztvevő anyag rendszámától függ. Minél nagyobb a rendszám, a visszaszórt intenzitás annál nagyobb lesz, így a nagyobb rendszámú részek világosabbak lesznek a monitoron, vagyis rendszámkontrasztot fogunk kapni. A szekunder elektronok kisebb energiájú elektronok, és a detektorba jutásuk ezért függ a helyzetüktől más néven a minta topográfiájától. Ezért ezek alkalmasak lesznek topográfiai kontraszt létrehozására [24]. A modern mikroszkópok még számos egyéb kölcsönhatási formát is kihasználnak, mint például a visszaszórt elektronok diffrakciója (EBSD). A diffraktált nyaláb adott kristálytani síkokról kúpfelületek mentén jelenik meg, mely a detektáló ernyőn un. Kikuchi vonalak formájában jelenik meg. A vonalakat beazonosítva a diffraktáló síksorozat elhelyezkedése/ orientációja meghatározható. Ezzel az un. kristálytani textúrát is jellemezni tudjuk, illetve a finomszemcsés szerkezetek esetében a szemnagyság kimutatásának is elterjedt módja.

Van arra is lehetőség, hogy a mikroszkópban nem csak elektron, de ion nyaláb is van, mint ahogy az általunk használt mikroszkópban is Xe plazma nyaláb is van, de ezen alkalmazást jelen kutatómunkámban nem használtam. A vizsgálatokhoz Miskolci Egyetem 3DLaborjában található Thermo Scientific Helios G4 típusú, FIBSEM mikroszkópot használtuk.

A különböző vizsgálatokra a mintaelőkészítés a következő módon történt:

Felületei SEM vizsgálatok: ebben az esetben a minták nyírt felületét vizsgáltuk, alkoholos tisztítást követően.

SEM EBSD vizsgálatok: A mintákat először műgyantás beágyazó segítségével beágyaztuk majd megcsiszoltuk. A csiszolás 220-as, 320-as, majd pedig 800-as csiszoló papírral történt. Ezt követte a polírozás, amely első lépésben 3 μm -os polírposztón történt gyémánt paszta mellett 7 percig. Ezt a műveletet elvégeztük 1 μm -es polírposztón, gyémánt pasztával szintén 7 percig és 1/4 μm -es polírposztón ugyancsak gyémánt pasztával ezt viszont már 15 percig políroztuk. Két polírozás között mindig történt desztillált vizes és alkoholos mosás és szárítás. Végül egy OP-S nondry chem posztón történt 20 perces polírozás. A mintát egy alapos desztillált vizes és alkoholos tisztítás és szárítás után már meg tudtuk vizsgálni.

Barker maratási eljárás: Az EBSD előkészítéshez hasonlóan itt is egy csiszolással kezdtünk mely 220-as, 320-as, 500-as és 800-as papíron történt szappan jelenlétében. A csiszolást itt is polírozás követte. A polírozás 3 μm -os polírposztón történt gyémánt pasztával 7 percig ezt alapos tisztítás követte először csapvízzel majd desztillált vízzel és végül alkohollal. Szárítás után elvégeztük a Barker maratást, ami 120 másodpercig tartott 25V feszültségen és 20-as flow rate mellett. A marató oldat összetétele: 5 g tetrafluor-borsav és 200 ml desztillált víz.

3. KÍSÉRLETI MUNKA ÉS EREDMÉNYEINEK BEMUTATÁSA

3.1. Kísérleti anyag

Kísérleteinket Al1050 minőségű alumínium ötvözetten végeztük el, ami egy ötvözetlen ipari tisztaságú, más elnevezésben Al99.5 jelű ötvözet. Szabványos összetételét az **1. táblázat** mutatja. Az ötvözetet az Arconic-Köfém Kft biztosította számunkra 30 mm vastagságú melegen hengerelt állapotban. Mivel a FALEP eljárásához 20 mm a bemenő vastagság ezért a melegen hengerelt lemezt 20 mm vastagságúra hengereltük szobahőmérsékleten az intézet Von Roll hengerállványán. A hengerelt lemezből 20x20x45 mm méretű próbatestek lettek kimunkálva a FALEP alakítás számára és 150x100x20 mm méretűek további hideghengerlés számára.

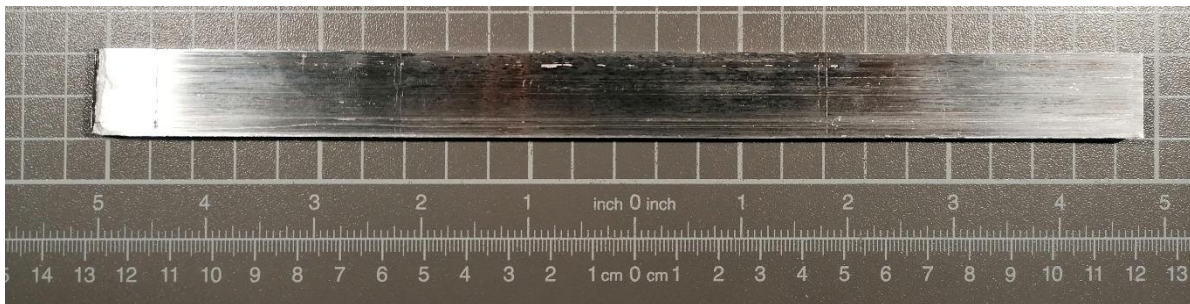
1. táblázat Al1050 jelű ötvözet összetétele, a jellemző ötvözők mennyisége t%-ban maximálva

Cu	Fe	Mg	Mn	Si	Ti	Va	Zn	Al
0,05	0,4	0,05	0,05	0,25	0,03	0,05	0,05	bal.

3.2. Alakítási kísérletek FALEP eljárással

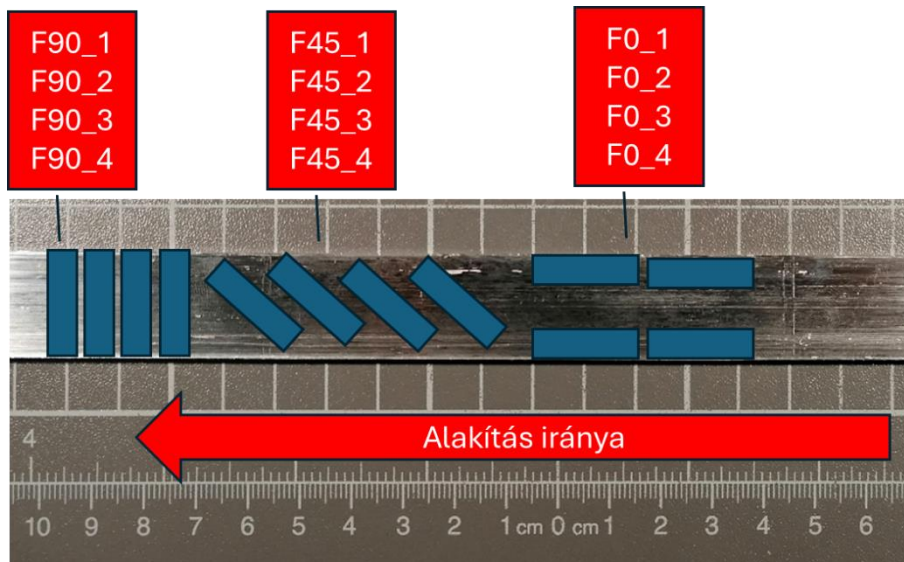
A FALEP eljárás során a 20 mm bemenő vastagságú tömböt egy lépésben alakítottuk 4 mm végvastagságúra. Ez $\gamma=5,2$ nyírásnak és $e=3$ egyenértékű alakváltozásnak felel meg. Az alakítás sebessége 2 mm/s volt minden egyes kísérlet esetében. Alakítás közben a próbatest felületén grafit kenést alkalmaztunk.

Az alakítás utáni állapotot mutatja a **5. ábra**.



5. ábra Al1050-es próbatest a FALEP alakítás után

Hogy megvizsgálhassuk az alakított lemez mechanikai tulajdonságok szerinti homogenitását különböző irányokban vettünk ki 4-4 db próbatestet nyíróvizsgálatra a **6. ábra** szerinti módon. Az alakítás irányával megegyező irányú próbatestek az F0, a merőlegesek F90 és a 45°-os szöget bezárók az F45 jelölést kapták. Az utolsó szám pedig a sorozaton belüli sorszámmra (1..4) utal. A mintakivétel abrazív vágótárcsával, majd marással történt. A kivágott minták méretét foglalja össze a **2. táblázat**.



6. ábra Próbatetek mintavételezése és jelölése a FALEP eljárással alakított lemezből

2. táblázat FALEP alakítással készült lemezből kimunkált nyírópróbatetek mérete

Minta jelölés	a [mm]	b[mm]	h [mm]
F0_1	4,04	4,04	20,05
F0_2	4,05	4,06	20,05
F0_3	4,05	4,05	20,05
F0_4	4,14	3,99	20,05
F45_1	4,09	4,07	20,00
F45_2	4,06	4,01	20,00
F45_3	4,06	4,04	20,00
F45_4	4,06	4,07	20,00
F90_1	3,99	4,01	20,11
F90_2	3,99	4,00	20,30
F90_3	3,97	4,01	20,15
F90_4	3,97	4,01	20,37

3.3. Alakítási kísérletek hengerléssel

A hengerlési kísérletek során a 20 mm vastag kiinduló lemez 4 mm-es végvastagságát 10 db szűrés után sikerült elérni, szűrásonként 0,5-0,7 mm közötti résméret alkalmazásával. Hengerlés során alkalmazott kenőanyag petróleum alapú kenőanyag, az alakítás sebessége 50 mm/s volt. Az egyenértékű alakváltozás $e=2,3$ amennyiben a teljes alakváltozást egy lépésnek tekintjük. A hengerelt próbatetet mutatja a **7. ábra**.

A próbakivételek ugyanazon elvek szerint történtek, mint a FALEP módon alakított mintánál. A mintajelölés ebben az esetben viszont H901..4; H451..4; H01..4 (**8. ábra**). A kivágott minták méretét foglalja össze a **3. táblázat**.



7. ábra Hengerelt próbatest



8. ábra Mintavételezése és jelölés a hengerelt próbatestből

3. táblázat Hengerelt lemezből kivágott nyírópróbatetek mérete

Minta jelölés	a [mm]	b[mm]	h [mm]
H0_1	4,05	4,04	20,09
H0_2	4,02	4,07	20,01
H0_3	4,05	4,05	19,96
H0_4	4,06	4,04	2,09
H45_1	4,04	4,02	20,00
H45_2	4,06	4,01	20,01
H45_3	4,03	4,03	20,06
H45_4	4,03	3,96	19,96
H90_1	4,03	4,01	20,23
H90_2	4,06	3,98	20,20
H90_3	4,04	3,98	20,22
H90_4	4,04	3,93	20,13

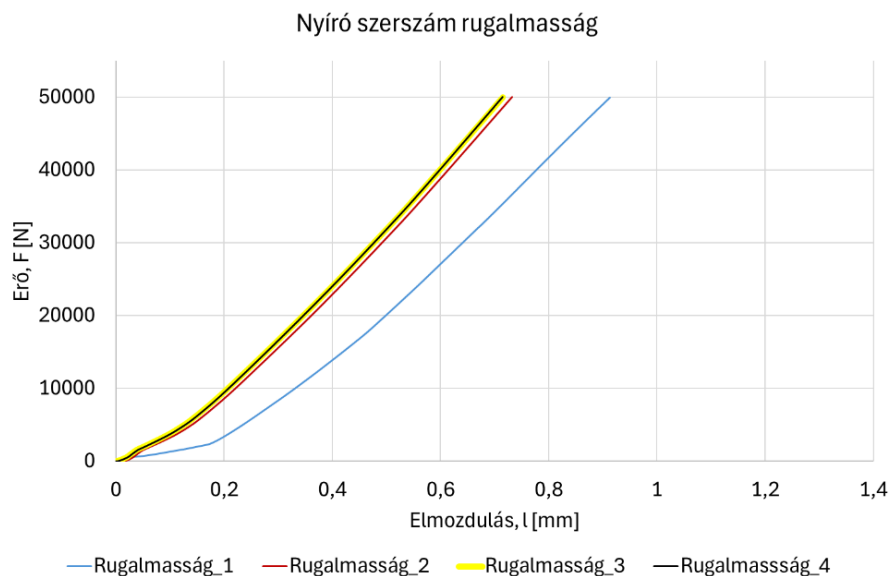
3.4. Nyíróvizsgálatok

Mechanikai anyagvizsgálat során figyelembe kell venni, hogy a mérőeszköznek is van rugalmas alakváltozása a terhelés közben. Kereskedelmi forgalomban kapható berendezések ezt korrigálják és a felhasználónak ezzel nem kell foglalkozni. A mi esetünkben a nyírószerszámmal gyakorlatilag kibővítettük a szakítógépet, ezért ennek az új rendszernek a merevségét ki kellett mérnünk a saját mintáink vizsgálata előtt. Ráadásul a FALEP minták nyíróvizsgálatát úgy

végeztük, hogy a miniFALEP eszköz is a szakítógépen volt. Így ennek az egész hármas rendszernek a viselkedését is meg kellett vizsgálnunk.

A rugalmasság kimérését, úgy végeztünk el, hogy a szerszámban a nyíróbetétek anyagából készült próbatest helyeztünk. A szakítógép befogóját ráengedtük a nyírószerszámmra, majd ezt a pozíciót kinulláztuk. Ezt követően 50 kN-os terhelést adtunk a rendszerre, közben mértük a keresztfej elmozdulást, majd leterheltük a rendszert. Ezt a folyamatot összesen 4-szer végeztük el. Ezeket az erő/elmozdulás görbéket (Rugalmasság 1..4) mutatja a **9. ábra**. A görbék közül jól látszik, hogy a második terheléstől következően mozog együtt a szerszáme gyüttes és 2000 N érték fölött viselkedik lineárisan. Az így kapott eredményekkel a mért eredményeket korrigálni kell, melyet a következő módon végeztünk el. A harmadik terhelés során nyert (Rugalmasság_3) adatsort ötöd fokú polinommal illesztettük. A próbatest mérése során rögzített erő értékekből kiszámoltuk a polinom szerinti elmozdulás értéket majd ezeket kivontuk a gép által mért elmozdulásokból, így megkaptuk a korrigált, a mintára vonatkozó elmozdulás értékeket.

A vizsgálat másik eredménye, hogy a pontos mérések érdekében a szerszámot már mintával együtt célszerű előterhelni, melynek értéke kb. 2 kN, amely a görbén látható lineáris szakasz kezdeti értékének felel meg.



9. ábra Instron, miniFALEP, szerszám rendszer rugalmasság görbéi

A nyírási vizsgálatokat mind a hengerelt mind a FALEP eljárással alakított minták esetében 5 mm/perc alakítási sebességgel végeztük el. A próbatesteken kialakuló nyírási sík minden esetben párhuzamos volt a hengerlési vagy a FALEP alakítási iránnyal.

A 0° és 45°-os minták mindegyikét a rendelkezésre álló teljes nyírási hossz, vagyis 3,8 mm elmozdulásig terheltük, ekkor még épp nem válik szét az elnyírt minta. Ezzel szemben a 90°-os pozícióból kivett minták közül az 1. jelű mintát csak 0,5 mm elmozdulásig, a 2 sorszámú mintát 1 mm elmozdulásig, míg a maradék két mintát 3,8 mm-ig terheltük. A két megszakításos minta elkészítésének az volt a célja, hogy a nyírási zóna térbeli kiterjedéséről nyerjünk információt. Ezért ezen 90°_1 és 90°_2 megszakításos mintáknak a nyírási felületre merőleges keresztmetszetét elektronmikroszkópban is megvizsgáltuk.

3.4.1. FALEP minták nyíróvizsgálati eredményei

A mérés folyamán rögzített erő és az eredeti keresztmetszet ismeretében kiszámoltuk a nyírófeszültséget. Ezt követően elkészítettük a nyírófeszültség görbéket, ahol a feszültség értékeket ábrázoltuk a korrigált elmozdulások függvényében. Ezeken a görbéken szintén észrevehető volt a már az előző TDK dolgozatban bemutatott 3 jellegzetes szakasz (10. ábra):

1.szakasz: lineáris rugalmas szakasz,

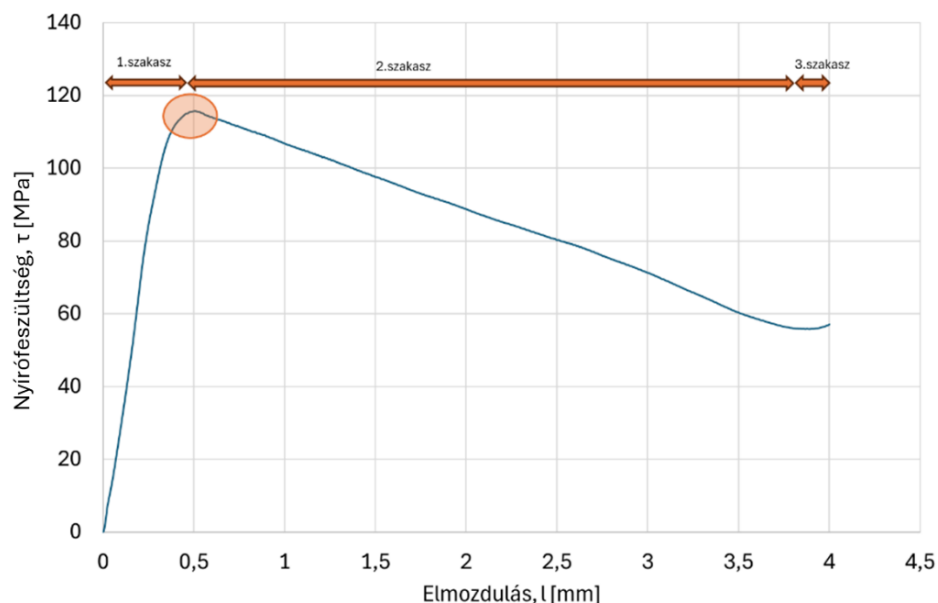
2.szakasz: a nyírási szakasz mely során a görbék jellegéből a nyírás folyamán bekövetkező fémtani folyamatokra, mint pl. a felkeményedésre is következtetni lehet,

3.szakasz: nyíróélek egymásra gyakorolt hatásából származó feszültség növekedés.

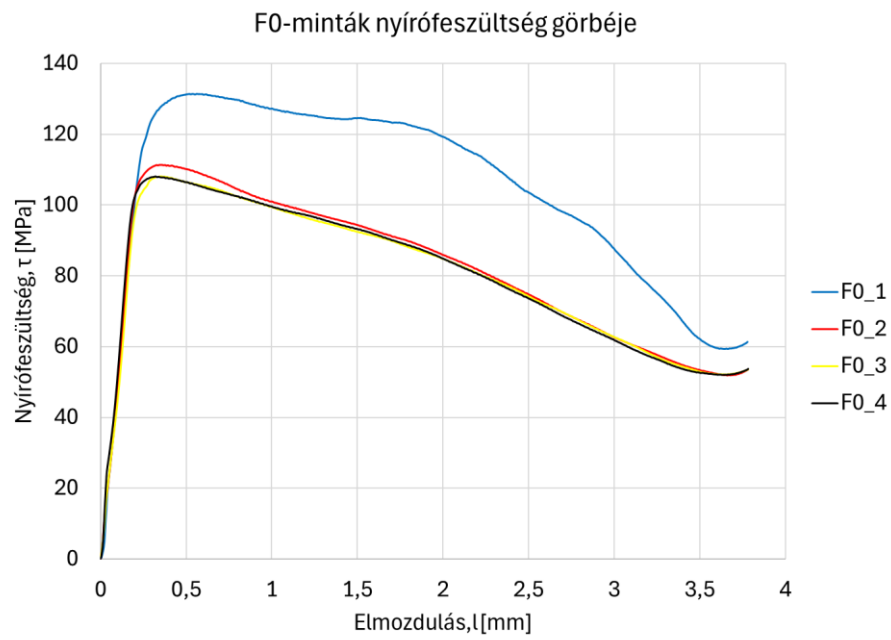
A 11. ábra, 12. ábra, 13. ábra mutatja a FALEP minták nyírófeszültség görbéit a különböző pozíciókból származó mintákra. A 11. ábra első (F0_1) mintája esetén az egyik nyíró betét nem volt teljesen a helyén (ezt valószínűleg egy kis méretű forgács okozta) és a tesztelés megkezdésével elmozdult, ami hibás eredményhez vezetett. Ez abból látszott, hogy a mozgó szerszám részen látható volt egy felületi benyomódás, ami alakra megegyezik a nyíró betéttel. A többi estre megállapíthatjuk, hogy a párhuzamos minták görbéi nagyon jó egyezést mutatnak, ami a vizsgálat kiváló reprodukálhatóságát bizonyítja. A görbék felfutása megegyezik és közelítőleg lineáris, a maximális nyírófeszültségükben (4. táblázat) mindössze pár %-os eltérés tapasztalható. Ez mechanikai anyagvizsgálati eredmények estében nagyon jó értéknek számít.

A különböző pozícióból (0° , 90° , 45°) kivett minták feszültség adatait, ha összehasonlítjuk (14. ábra) az látható, hogy az F90-es minták nyírófeszültség értékei nagyobbak, mint a másik két pozícióból kivett mintáké, de az eltérés kevesebb mint 6%.

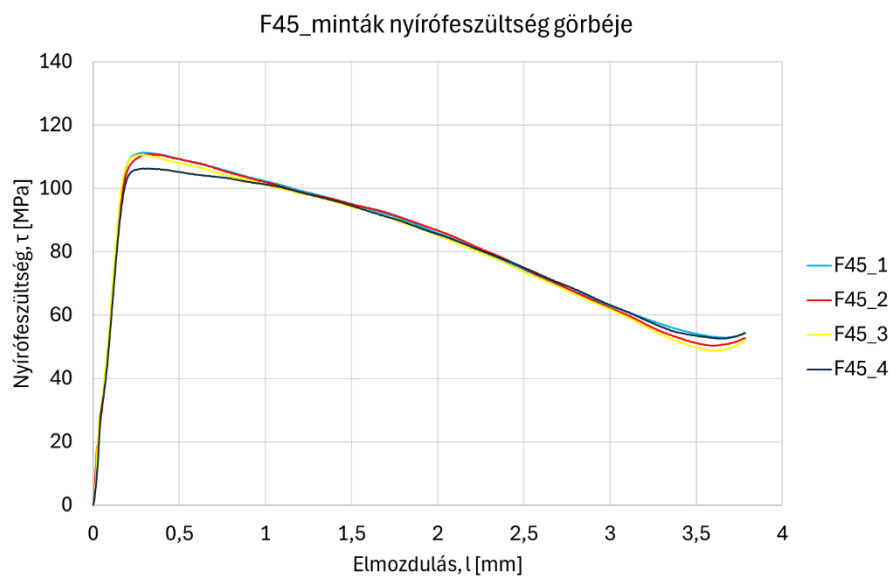
Megvizsgáltuk a nyírógörbék második szakaszának a lefutását. A 2.szakaszok kiértékelése során a másodfokú illesztés bizonyult célravezetőnek (5. táblázat), mely arra utal, hogy kis mértékben, de volt felkeményedés a nyírási folyamat közben.



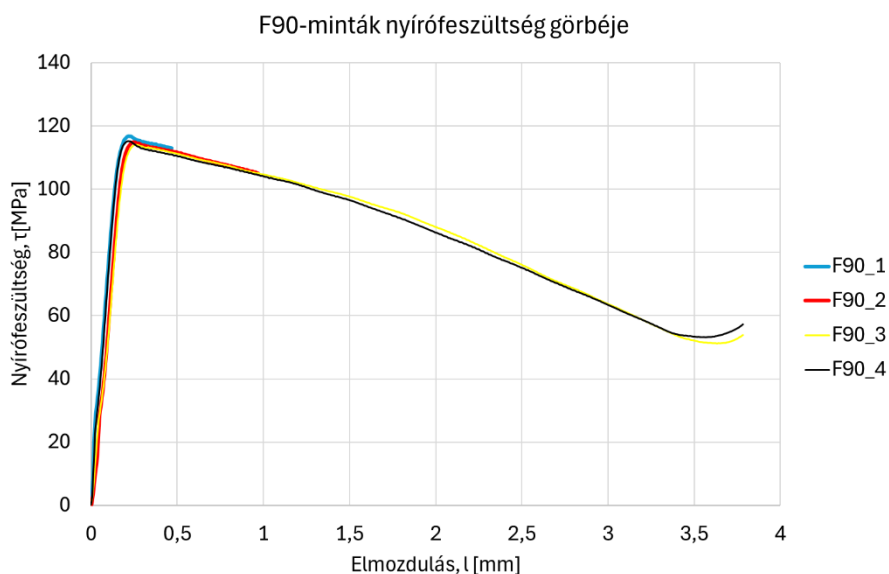
10. ábra Nyírógörbék jellegzetes szakaszai [23]



11. ábra F0 minták nyírófeszültség görbéje



12. ábra F45 minták nyírófeszültség görbéje



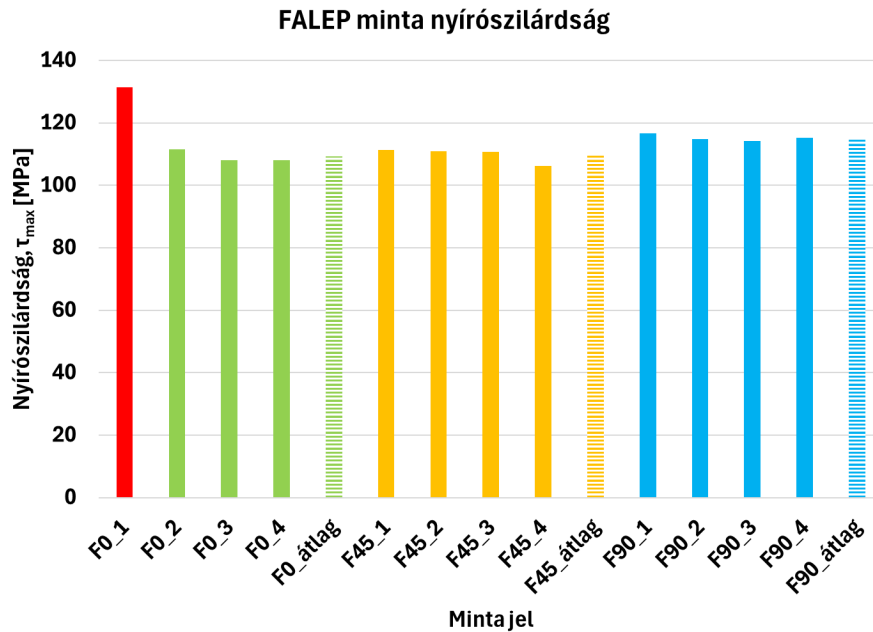
13. ábra F90 minták nyírófeszültség görbéje

4. táblázat FALEP minták nyíróvizsgálat során meghatározott értékek, a vörössel jelölt eredmény mérési hibát mutatnak

Minta jelölés	$F_{\max}$ [N]	$\tau_{\max}$ [MPa]	$\tau_{\max}$ -hoz tartozó elmozdulás [mm]
F0_1	10637	131	0,57
F0_2	9049	111	0,36
F0_3	8773	108	0,34
F0_4	8970	108	0,32
F45_1	9109	111	0,29
F45_2	9005	111	0,32
F45_3	8995	111	0,28
F45_4	8631	106	0,29
F90_1	9368	117	0,21
F90_2	9306	115	0,24
F90_3	9129	114	0,25
F90_4	9315	115	0,21

5. táblázat FALEP minták nyírófeszültség görbék 2.szakaszának illesztési eredménye

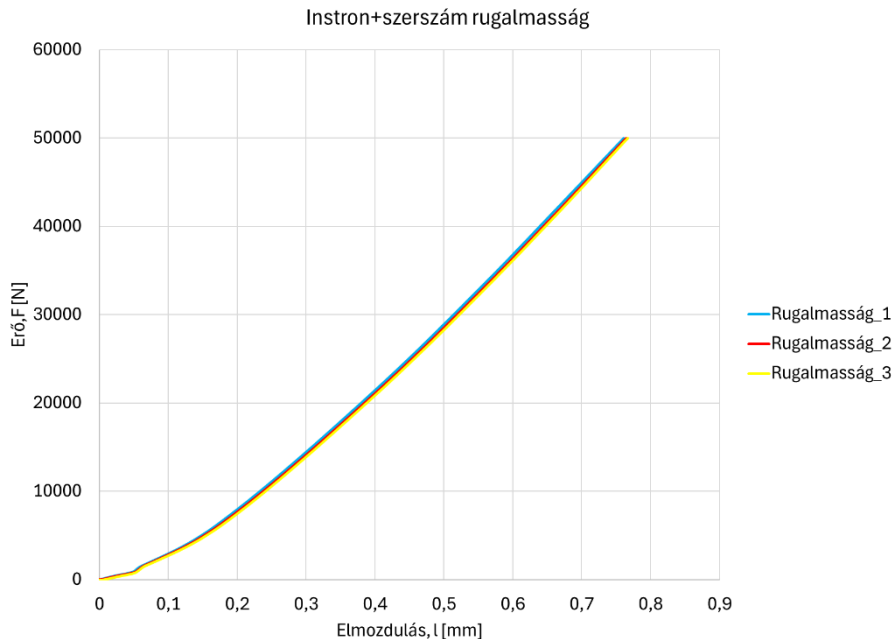
Minta jel	R^2	Függvény
F0_2	0,998	$y = -2,2319x^2 - 10,467x + 115,03$
F0_3	0,9991	$y = -2,5109x^2 - 8,3948x + 110,88$
F0_4	0,9989	$y = -2,8965x^2 - 7,3534x + 110,48$
F45_1	0,9987	$y = -2,4027x^2 - 9,9044x + 114,88$
F45_2	0,9989	$y = -3,1902x^2 - 7,2729x + 113,26$
F45_3	0,9996	$y = -3,0374x^2 - 7,8207x + 112,67$
F45_4	0,9991	$y = -3,5319x^2 - 4,4715x + 108,75$
F90_3	0,9994	$y = -3,2488x^2 - 7,543x + 115,86$
F90_4	0,9994	$y = -2,6574x^2 - 9,5991x + 116,4$



14. ábra FALEP-el hidegen alakított Al1050 minták nyírószilárdság értékei, a vörössel jelölt eredmény mérési hiba miatt kiugróan nagy

3.4.2. Hengerelt minták nyíróvizsgálati eredményei

A hengerelt minták nyíróvizsgálatakor a miniFALEP szerszám már nem volt a szakítógépre szerelve, ezért a vizsgálat előtt a rendszer merevségét újra meg kellett határozni. A korábban ismertetett módon jártunk el. A mérési eredményt a **15. ábra** mutatja. Jól látható, hogy ebben az esetben a három felterhelés során azonosan viselkedik a rendszer. Az a megállapítás, hogy 2kN-os előterhelést célszerű alkalmazni mérések során, az itt is megerősítést nyert.



15. ábra Instron, szerszám rendszer rugalmasság görbéi

A nyíróvizsgálatok során itt is két próba (H90_1 és H90_2) esetében megszakítottuk a nyírási folyamatot 0,5 mm és 1 mm után.

A különböző pozícióból kivett minták nyírógörbéit mutatja a **16. ábra** a **17. ábra** és a **18. ábra**.

A görbékéből meghatározott számszerű eredményeket a **6. táblázat** tartalmazza.

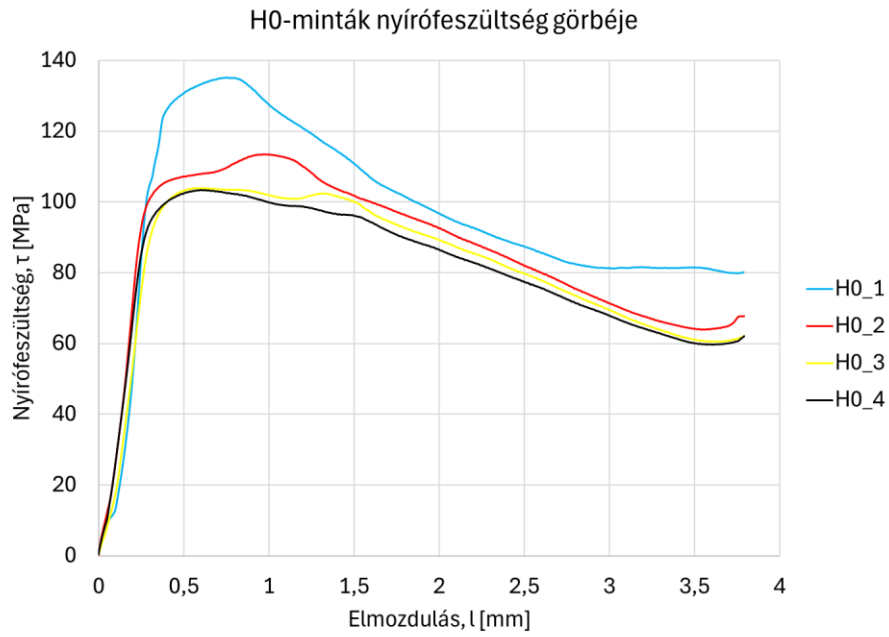
A H0_1 és H0_2 görbéknél sajnos a korábbi problémába ütköztünk, hogy a minta kivágásakor keletkezett sorja megakadályozta a tiszta nyírási igénybevétel kialakulását. Ezt a problémát a későbbiekben orvosolni kell. A H45 és H90 minták párhuzamos mérései nagyon meggyőző egyezést mutatnak.

A nyírószilárdság értékeit, illetve az adott állapotú minták átlag értékeit a **19. ábra** mutatja. A H0_1 és H0_2 értékeket nem vettük figyelembe a számítás során. A különböző irányból kivett minták közti különbség nagyon kicsi, gyakorlatilag a mérés szórásán belül változik. A FALEP mintákkal irányonként összehasonlítva azt lehet megállapítani, hogy a FALEP minták értékei nagyobbak, 0° irányban 6 MPa (6%), 45°-ban 4 MPa (4%), 90°-ban 12 MPa (11%) értékkel.

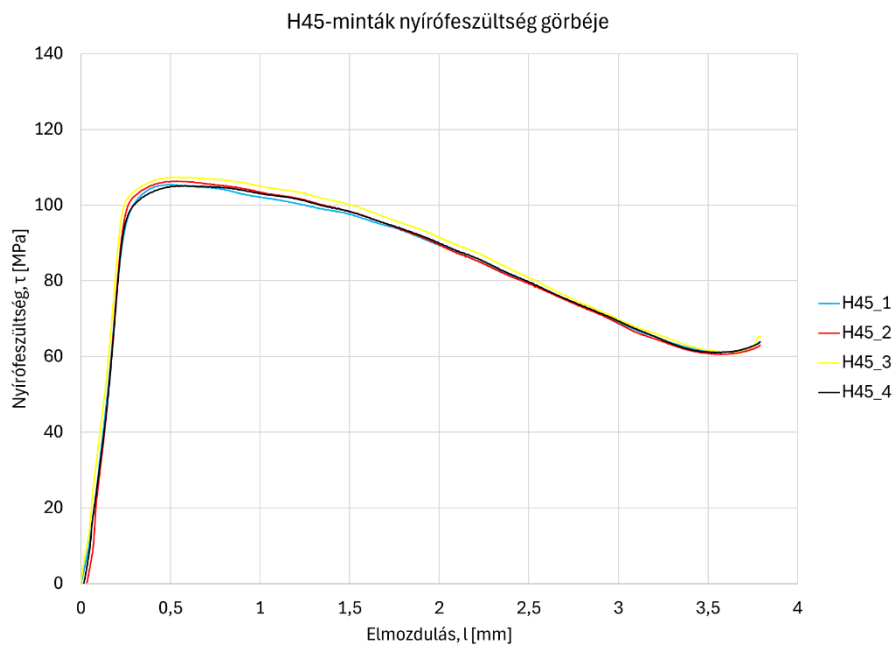
Ezeknél a mintáknál (H0_1 és H0_2) kivételével itt is megvizsgáltuk a görbék 2. szakaszának lefutását. Az illesztési polinomokat a korrelációs együtthatóval a **7. táblázat** tartalmazza. A másodfokú polinom itt rosszabb illesztést ad, mint a FALEP mintáknál, egyértelműen a harmadfokú polinom írja le jobban a mért görbét. Az, hogy a görbék lefutása különböző, egyértelműen arra utal, hogy eltérő az anyag reakciója az igénybevételre.

6. táblázat Hengerelt minták nyíróvizsgálat során meghatározott értékek, a vörössel jelölt eredmény mérési hibát mutatnak

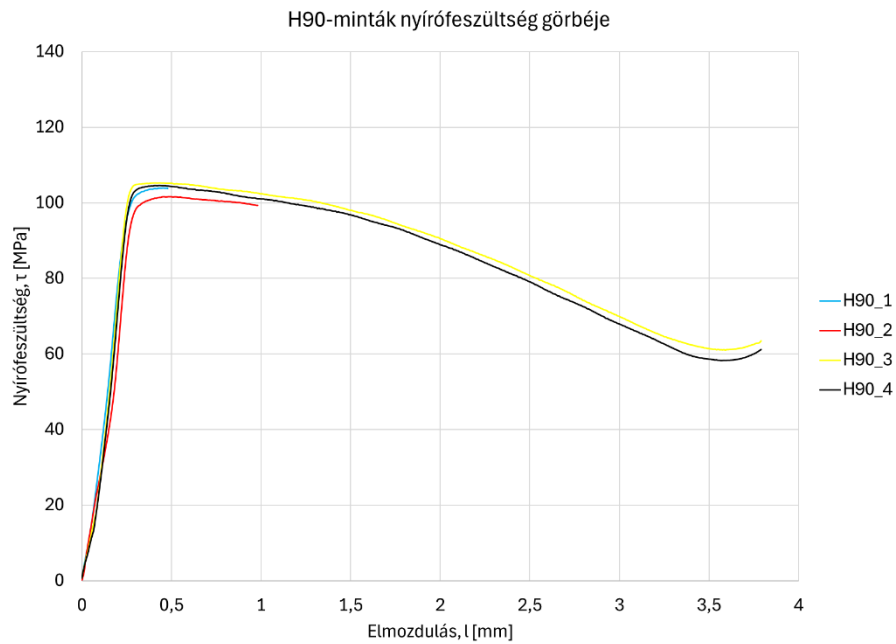
Minta jelölés	F_{max} [N]	τ_{max} [MPa]	τ_{max} -hoz tartozó elmozdulás [mm]
H0_1	10997	135	0,75
H0_2	9136	114	0,97
H0_3	8401	104	0,59
H0_4	8437	103	0,60
H45_1	8516	105	0,51
H45_2	8640	106	0,53
H45_3	8689	107	0,54
H45_4	8459	105	0,59
H90_1	8469	104	0,45
H90_2	8336	102	0,46
H90_3	8562	105	0,44
H90_4	8508	105	0,43



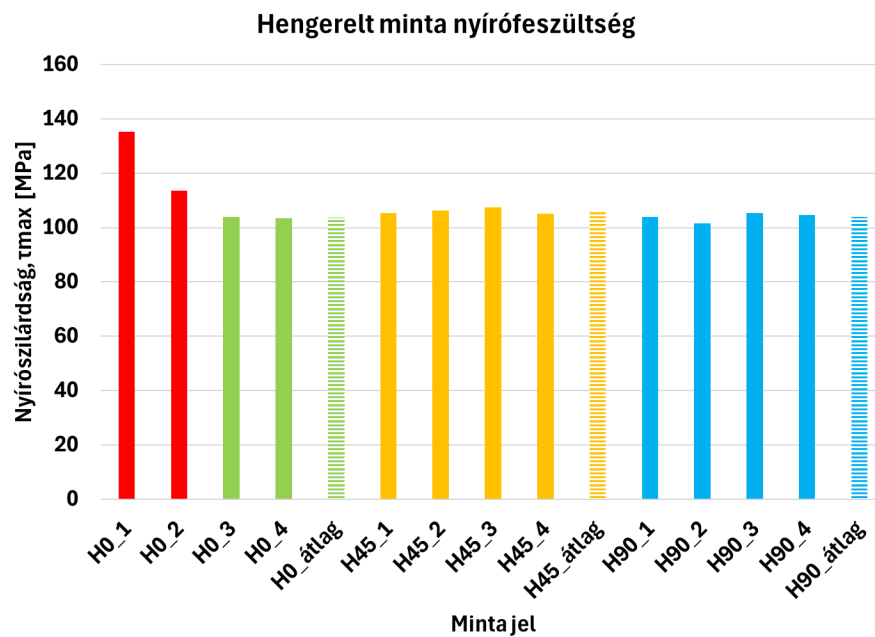
16. ábra H0-minták nyírófeszültség görbéje



17. ábra H45-minták nyírófeszültség görbéje



18. ábra H90-minták nyírófeszültség görbéje



19. ábra Hengereléssel alakított Al1050-es minták nyírószilárdság értékei, a vörössel jelölt eredmény mérési hiba miatt kiugróan nagy

7. táblázat Hengerelt minták nyírófeszültség görbék 2.szakaszának illesztési eredményei másod és harmadfokú polinomokkal

Minta jel	R ²	Függvény
H0_3	0,9907	$y = -3,6681x^2 - 1,7267x + 107,96$
H0_4	0,9966	$y = -2,3811x^2 - 6,6185x + 109,52$
H45_1	0,9975	$y = -3,3292x^2 - 3,0413x + 108,68$
H45_2	0,9971	$y = -3,2207x^2 - 4,2725x + 110,93$
H45_3	0,9964	$y = -3,6018x^2 - 2,8803x + 111,56$
H45_4	0,9972	$y = -3,4348x^2 - 2,9978x + 109,57$
H90_3	0,9982	$y = -3,9863x^2 - 0,1042x + 106,58$
H90_4	0,9986	$y = -4,042x^2 - 0,2904x + 105,64$

Minta jel	R ²	Függvény
H0_3	0,9967	$y = 2,4518x^3 - 18,338x^2 + 24,591x + 94,369$
H0_4	0,9990	$y = 1,5611x^3 - 11,768x^2 + 10,347x + 100,65$
H45_1	0,9994	$y = 1,2714x^3 - 10,787x^2 + 9,9343x + 102,31$
H45_2	0,9997	$y = 1,6345x^3 - 12,878x^2 + 12,715x + 102,45$
H45_3	0,9996	$y = 1,8266x^3 - 14,403x^2 + 16,152x + 102,02$
H45_4	0,9998	$y = 1,6682x^3 - 13,416x^2 + 14,908x + 100,33$
H90_3	0,9994	$y = 1,6682x^3 - 13,416x^2 + 14,908x + 100,33$
H90_4	0,9994	$y = 0,7723x^3 - 8,4789x^2 + 7,1789x + 102,18$

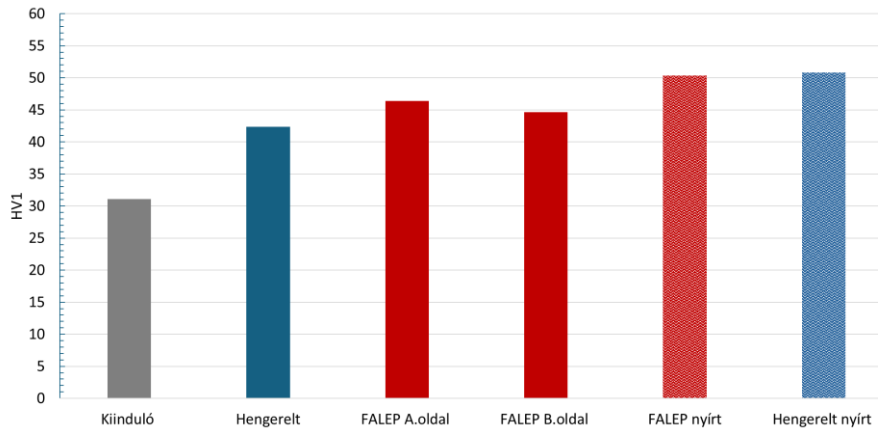
3.5.Keménységvizsgálati eredmények

A keménységvizsgálatot különböző állapotokra végeztük el: kiinduló 20 mm vastagságú lemez, hengerlés utáni 4 mm vastagságú lemez, FALEP utáni 4 mm vastagságú lemez nyírószerszám felüli (A) oldal és az azzal ellentétes (B) oldal, a nyíróvizsgálat során létrejött nyírási felület mind a hengerelt mind a FALEP minta esetében. A vizsgálat során 10N-os terhelést alkalmaztunk. Minden esetben 5 mérést végeztünk el. Az egyes állapot jellemzésére a mérések átlagát tüntetjük fel a **8. táblázatban**. A könnyebb összehasonlítás érdekében oszlopdiagramban is feltüntettük az adatokat. A FALEP mintának a nyírószerszám felüli és azzal szembeni oldalát is megmértük (**20. ábra**).

Mind a FALEP alakítás mind a hengerlés a kiinduló minta keménységét növelte, és a növekedés a FALEP esetében nagyobb mértékű volt. A FALEP mintának a nyírószerszám felüli oldala kicsivel nagyobb keménységet mutat, ami az alakítás jellegéből adódóan logikus. A nyírási folyamat a nyírósíki környezetében tovább növelte a keménységet. A keménység mértéke a hengerelt mintánál erőteljesebb, mint a FALEP mintánál, de végső állapotuknak értéke megegyezik.

8. táblázat Különböző állapotú minták keménységének átlaga

Minta állapota	HV1
20 mm vastagságú (kiinduló) minta felülete	31
Hengerelt 4 mm vastagságú minta felülete	42
FALEP 4 mm vastagságú minta A felülete	46
FALEP 4 mm vastagságú minta B felülete	44
Hengerelt minta nyírási felülete	50
FALEP minta nyírási felülete	50



20. ábra Különböző állapotú minták keménységének átlaga

3.6. Mikroszkópiás eredmények

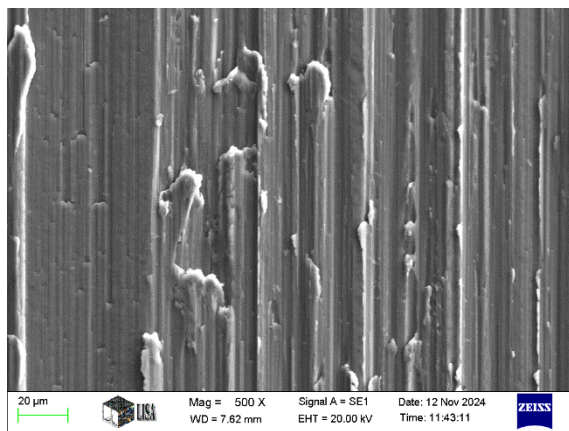
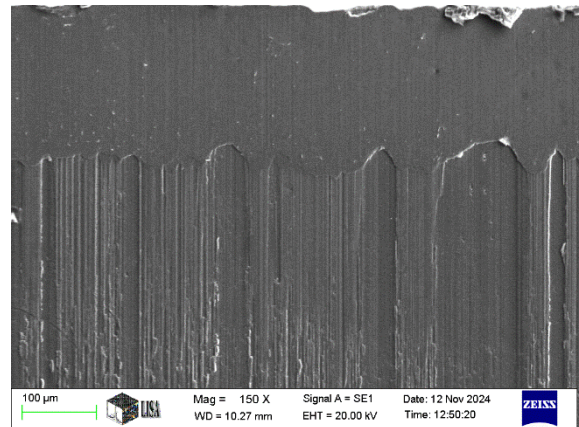
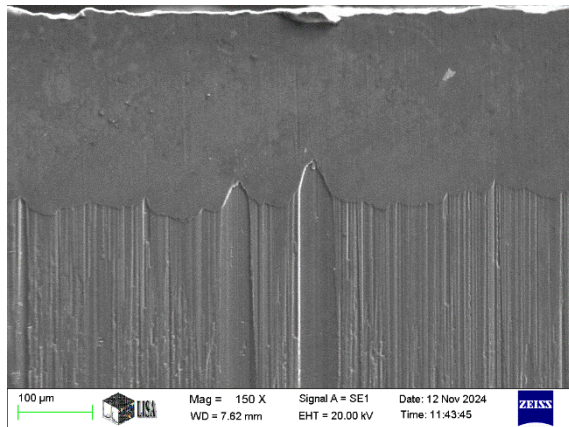
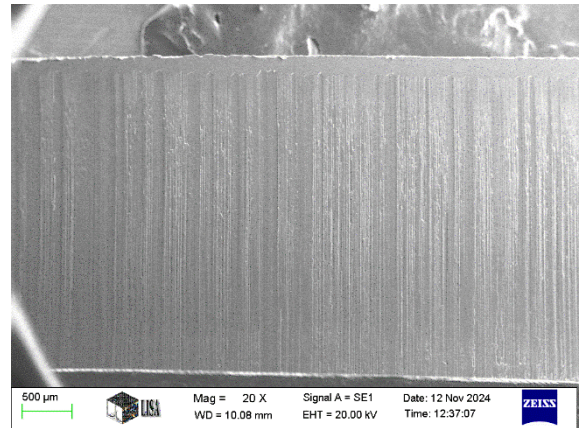
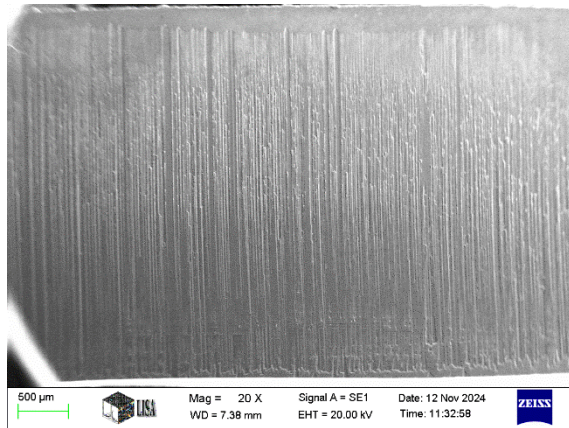
A vizsgálatok célja volt egyrészt a nyírási felület morfológiájának vizsgálata. Kisebb és nagyobb nagyítású felvételeket mutat a FO_3 és HO_3 jelű mintáról **21. ábra**.

Mindkét minta esetébe a kis nagyítású képen az látszik, hogy ahol a nyírás kezdődött a minta felső szélén van egy vékony sáv. A 150x-es nagyítású képeken jól látszik, hogy ez egy sima felület, ami kb. 200 μm vastagság után átvált egy sávós, erősen barázdált tönkremeneteli folyamatba, melyet az 500x-os nagyítású felvételek mutatják. Ez a jelleg mindkét módon alakított mintánál megfigyelhető volt.

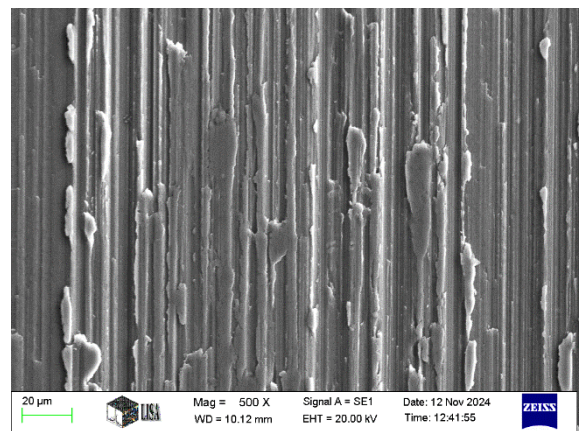
További cél volt, hogy a nyírási zóna kiterjedéséről kapjunk információt, ezért a megszakításos kísérletek mintáinak nyírási síkra merőleges keresztmetszetét is megvizsgáltuk. Ezeket az eredményeket mutatja be a **22. ábra**. A FALEP minták esetén SEM EBSD felvételek készültek a nyírási síkon, fölötté és alatt, ezekből a felvételekből megtudtuk hogy, az átlagos szemcseméret mindössze pár μm és a szemcsék alakja poligonális. A felvételek minőségén a jövőben tovább szeretnénk javítani. A hengerelt mintákhoz Barker maratást alkalmaztunk, ezek fénymikroszkópiás felvételeit mutatja be a **23. ábra**. A fénymikroszkópiás felvételekből megállapítható, hogy a hengerlés technológiára jellemző hosszú elnyújtott szemcse struktúra alakul ki, amit csak kis mértékben változtatta meg a nyírási igénybevétel. Deformált (nem egyenes) szállfutást nem látunk ebben a nagyításban, ami a tiszta nyírás közeli állapotot mutatja.

Továbbá látható hogy a két nyíró betét nincs egy síkban egy körülbelül 200 μm távolság van közöttük. A továbbiakban az ebből származó nem tiszta nyírási feltételeket egy szerszám újratervezéssel szerténénk kiküszöbölni.

A SEM EBSD és a Barker maratás színei a szemcse orientációra utalnak amit a továbbiakban szintén tervezünk jobban megvizsgálni.

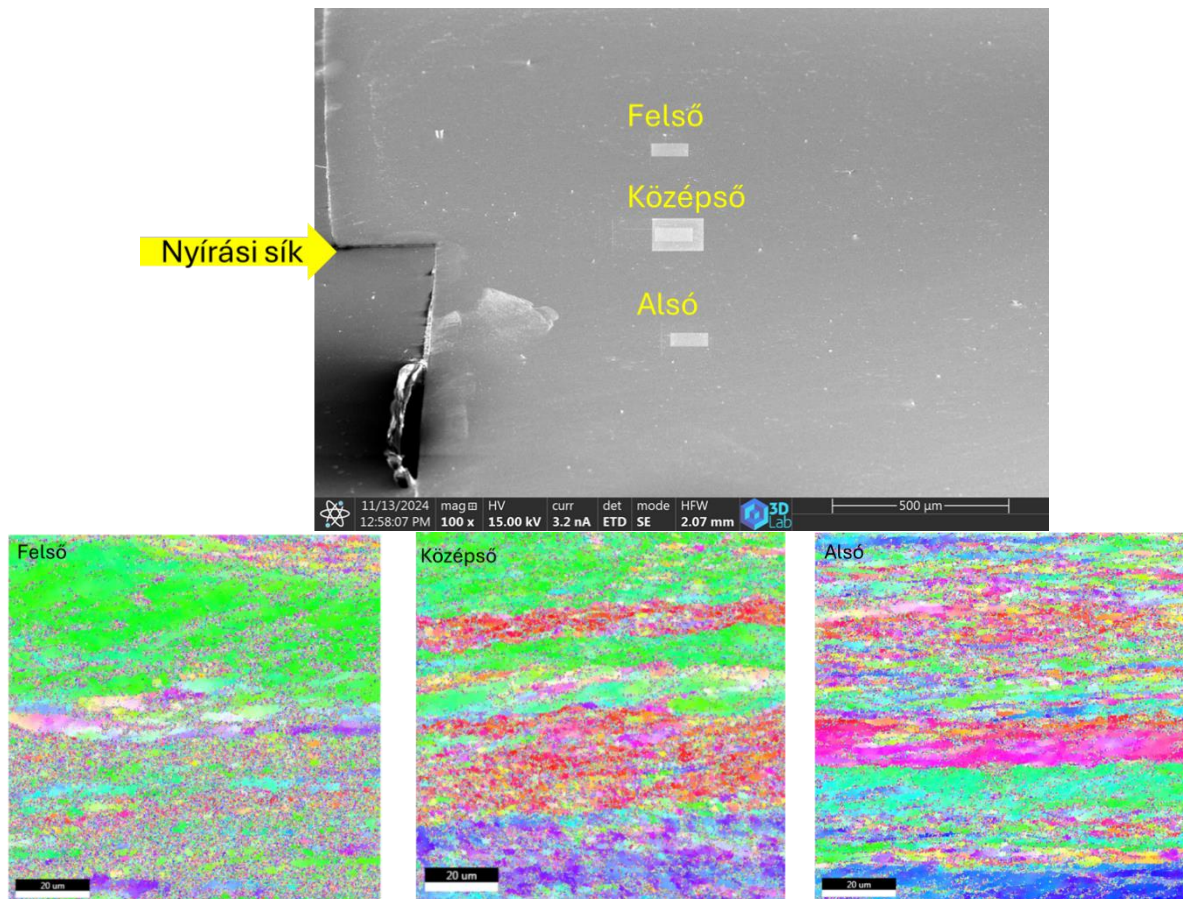


FALEP

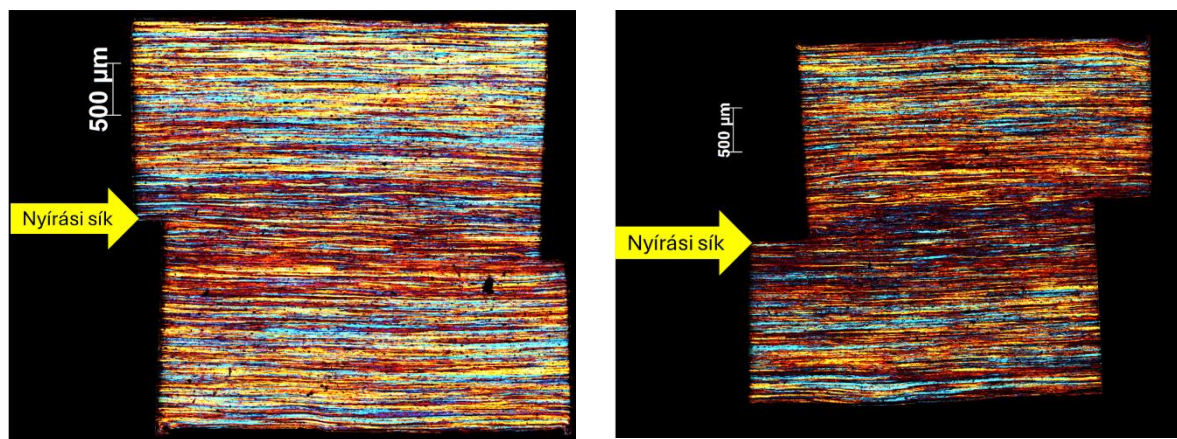


hengerelt

21. ábra SEM felvétel az F0_3 és H0_3 jelű minták nyírési felületéről



22. ábra SEM EBSD felvétel a FALEP megszakításos nyírási próbatest keresztmetszetéről



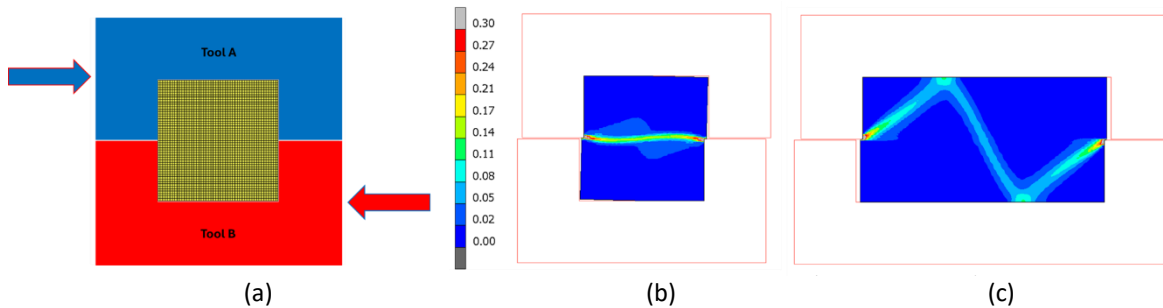
23. ábra Barker maratás a hengerelt megszakításos nyírási próbatest keresztmetszetéről

3.7. Nyíróvizsgálati eljárás továbbfejlesztése

Ahogy korábban említettem, hogy a nyírószerszám tervezésénél az volt a cél, hogy amíg a szerszámot nyomó igénybevétel éri, a próbatest lehetőleg tiszta nyírást szenvedjen el. Hogy kiderítsük, ez mennyire teljesül végeselemes szimulációt végeztünk.

Dr. Szűcs Máté Marc Mentat szoftver (Marc 2020) segítségével kétdimenziós végeselemes szimulációkat végzett a minta deformációs zónájában a feszültség- és alakváltozási állapot

előrejelzésére. Az FE-modellt a **24. ábra** (a) része szemlélteti. A próbatestet 40 x 40 négy csomós négyzetes elemekkel hálózta be, és lineárisan rugalmas-ideális képlékeny anyagként definiálta, mely a von Mises-féle képlékenységi kritérium szerint viselkedik. Mindkét nyírószerszámot merev testnek tekintette, és állandó sebességgel, ellentétes irányban mozdította el. A deformálódó próbatestet az analízis során többször is újra hálózta.



24. ábra VEM szimulációs eredmények a nyírószerszámban (a) nyíróbetétek és a minta hálózása (b) Von Mises egyenértékű alakváltozás $h/t=1$ mintageometria és (c) $h/t=2$ esetében az ébredő maximális erő pillanatában (Dr. Szűcs Máté számításai)

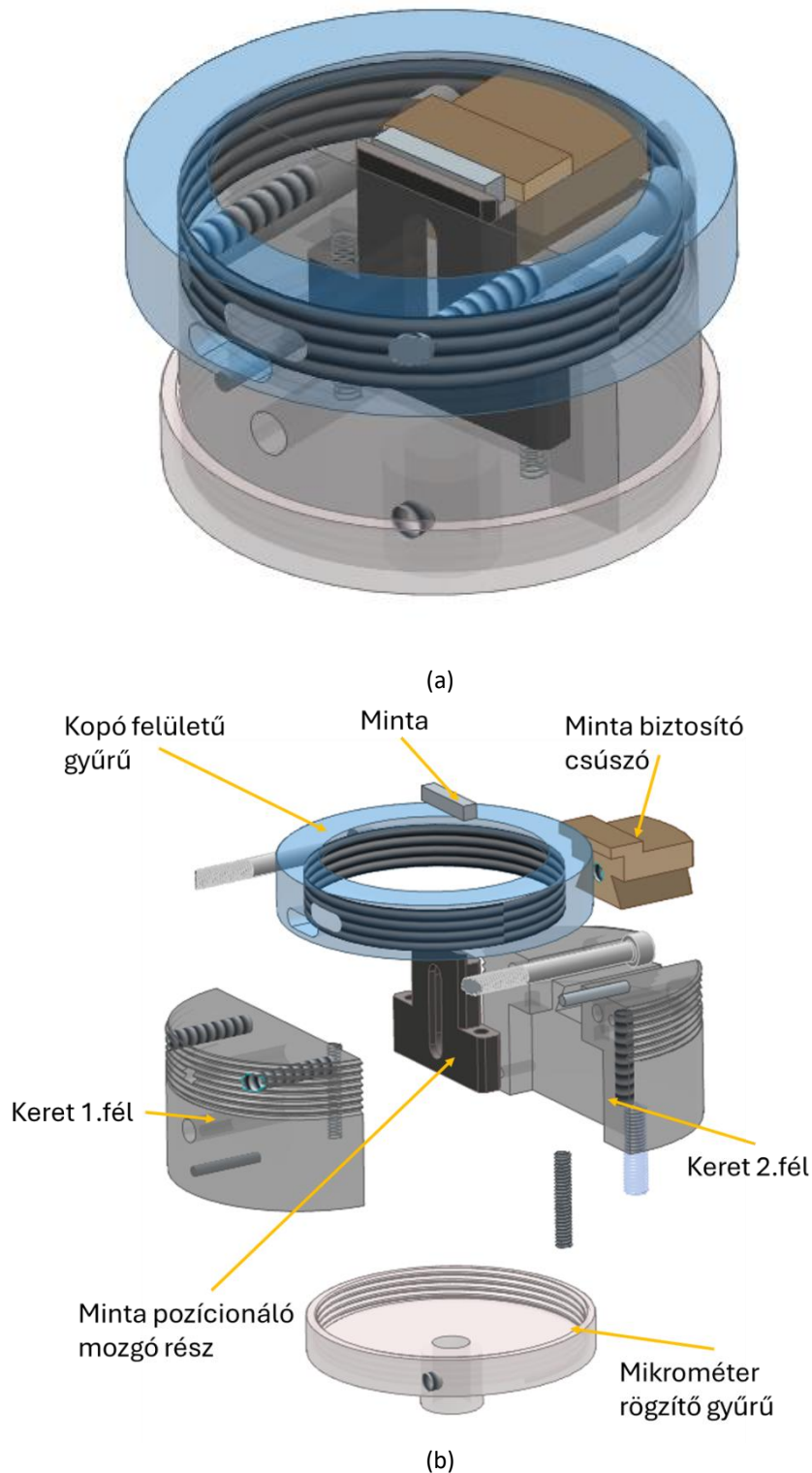
A végeselemes szimulációval három kérdésre szerettünk volna választ kapni.

Az első kérdés a minta méretének a hatása volt. A vizsgálat kétdimenziós jellege miatt a h/t arányt változtatta, a harmadik dimenziót állandó értéken tartotta. Azt találta, hogy a h/t arány csökkentésével a deformációs zóna egyre inkább párhuzamos lett az elméleti nyírási síkkal. A **24. ábra** példaként a $h/t=1$ és 2 geometriára vonatkozó eredményeket mutatja. Ez megerősíti, hogy a szerszám tervezése során helyesen jártam el amikor úgy terveztem, hogy a mintát befoglaló méret változtatható legyen.

A szimulációs vizsgálatok másik célja az volt, hogy a minta méretepontoságának a hatását is megvizsgáljuk. Az illeszkedés értékét 0-0,04 mm között változtatta. Ebben az esetben az az eredmény született, hogy a szerszám és minta közötti rés nagysága jelentősen befolyásolja az ébredő nyíróerőt. Ha túl nagy a rés akkor a minta elfordul a résben, ha túl kicsi, akkor nagy hidrosztatikai feszültségek is kialakulhatnak. Erre a problémára a nyírószerszám jelenlegi állapotában nincs megoldása.

A harmadik vizsgálati cél arra irányult, hogy a nyírósík pozíciójának a minta geometriájához képesti hatását vizsgáljuk. Itt szintén az az eredmény született, hogy ennek jelentős hatása lehet. Szerencsére a nyírószerszám ezt a problémát tudja kezelni az állítócsavarok segítségével, de jó tudni a jövőre nézve, hogy a kísérletek elvégzésénél erre figyelni kell.

A második problémára, a minta méretepontoságára egy megoldást kellett találnunk. A méretepontoság mellett a minta sorjamentesítését is meg kellett oldani, mivel láttuk, hogy 3 db mérést is tönkretett. Ezért megterveztünk egy olyan minta precíziós mintaelőkészítő készüléket, amivel a minta pontos kívánt geometriáját mechanikus csiszolással be lehet állítani. A tervezést a Solid Edge 2023 Student verziójával végeztem el. A 3 dimenziós rajzot a **25. ábra** mutatja, míg a gyártáshoz szükséges 2 dimenziós gépészeti rajzokat a Melléklet tartalmazza.



25. ábra A precíziós mintaelőkészítő készülék (a) 3 dimenziós összeállított és (b) robbantott rajza

A készülék tervezésekor szempont volt, hogy viszonylag kis méretű legyen, az automata polírozó gépek tudják kezelni. Elvárás volt még, hogy képes legyen különböző geometriájú minták méretének pontos beállítására, és később nagyobb mintákat is lehessen vele

előkészíteni. A készülék a következő 6 fő részből áll. Az egyes részeknek az igénybevételtől függően különböző az alapanyaga:

- Minta pozícionáló mozgó rész (Ko36S)
- Minta biztosító csúszó (bronz)
- Keret 1. fél (Ko36S)
- Keret 2. fél (Ko36S)
- Kopó felületű gyűrű (D2-s acél DiSlip bevonattal)
- Mikrométer rögzítő gyűrű (3D-nyomtatott PLA)

A pontos méretbeállítást a készülék aljára helyezhető csavarmikrométer teszi lehetővé. A használat menete a következő:

- (1) Használat előtt a szerszámot kinullázzuk a minta nélkül úgy, hogy a WC-bevonatos kopó felületet lefelé fordítva sík üveglapra helyezzük majd a mikrométerrel addig mozgatjuk a pozícionálót, hogy érintkezzen az üveglappal.
- (2) Ezt követően vissza mérünk akkora távolságot amekkorára szeretnénk a mintát méretezni és csavar segítségével rögzítjük a pozícionálót.
- (3) Ezt követően a mikrométert kivesszük a készülékből.
- (4) Belehelyezzük a mintát, amit a minta biztosító csúszó rész segítségével rögzítünk.
- (5) Elkezdjük a csiszolást addig amíg a csiszoló papír nem érintkezik a kopófelülettel.
- (6) A mintát ezután kiveszük a készülékből és 90°-al elforgatva újra belehelyezzük annak érdekében, hogy mind két oldala ugyan olyan hosszú legyen.
- (7) A csiszolást megint addig folytatjuk míg a csiszolópapír a kopófelülettel érintkezik.
- (8) Kivesszük a kész mintát mely tisztítás után kész a nyíróvizsgálatra.

4. EREDMÉNYEK ÉRTÉKELÉSE

A nyírószilárdság értékek meggyőzően bizonyítják, hogy az azonos vastagságcsökkenést okozó hideghengerlést és FALEP alakítást elszenvedett Al1050-es minőségű lemez, nyíró igénybevételre homogénen viselkedik. A FALEP 90°-os minta kevesebb mint 6%-kal magasabb értékét a másik két irányhoz képest, nem tekintem gyakorlati szempontból jelentős eltérésnek. Megállapítható az is, hogy a FALEP alakítással nagyobb nyírószilárdságú lesz a lemez mint hengerléssel. Az eltérés 6-14% között változott. A nyírógörbék 2. szakasza eltérő lefutású a képféle módon alakított próbatestek viselkedésére, ami azért az egyéb tulajdonságokban történő eltérést mutathatja. Ezt a keménység vizsgálati eredmények meg is erősítik, a kiinduló állapothoz képest a hengerlés során kisebb értékre, míg FALEP alakítás során nagyobb értékre keményedik a lemez. A nyírást követő keménységük viszont azonos, ami azt jelenti, hogy a nyírást közben a hengerelt minta keményedése (keménység változása) nagyobb kell legyen.

A mikroszkópi vizsgálatok szerint egyértelmű, hogy a FALEP alakítás hatására egyenletes, poligonális, néhány mikrométeres szemcseméret volt elérhető. A hengerelt mintánál a technológiára jellemző hosszú elnyújtott szemcsestruktúra alakult ki. Ez az eredmény már előre vetíti, hogy a szakítószilárdsági eredmények majd biztosan nem lesznek már irányfüggetlenek.

A nyírási síkra merőleges csiszolati képek azt tárják fel, hogy a két nyírószerszám éle nincs teljesen egy síkban (kb. 200 μm az eltérés), ami azt jelenti, hogy vizsgálat közben a nem teljesen tökéletes tiszta nyírási állapotot valósítottuk meg, de még mindig sokkal közelebb vagyunk ahhoz az állapothoz, mint az irodalmi forrásokban fellelhető módszerek. Jelen esetben ez gyakorlatilag elhanyagolható probléma, de a szerszám továbbfejlesztett változatánál már ezt is figyelembe tudjuk majd venni.

A szerszám működését a szakmai közvéleménnyel is meg szeretnénk ismertetni és benyújtás alatt van egy kéziratunk a Journal of Materials Research and Technology Q1-es folyóiratba.

5. ÖSSZEFOGLALÁS

A TDK dolgozat írásához kötődő személyes élményeim, hogy sikerült jobban elmélyülnöm a mechanikai anyagvizsgálat világával és kihívásaival, ezen kívül sikerült betekintést nyernem az ezen mechanikai vizsgálatok korrekciójába és a kiértékelésbe. CAD szoftverrel törénő tervezéssel is tapasztalatot szereztem. Nagy élmény volt a miniFALEP eszközzel elkészíteni a saját mintáimat és újra a pásztázó elektron mikroszkóppal méréseket végezni. Különösen tetszett az EBSD vizsgálat, amely még az mikrométer alatti szemcsék kimutatására is alkalmas. Nagyon tanulságos témavezetőimmel együtt dolgozni vagy olyan kutatókkal mint S. Tóth László professzor a metzi egyetemről vagy Terry Lowe professzor a Colorado Schol of Mines-ről. Mindkét professzornak kiemelkedő a tudományos tevékenysége, és a szakterületük legkiválóbb kutatói. Terry Lowe professzor számára gyártott réz mintákat -aki a nyári szakmai gyakorlatom alatt az intézetben tartózkodott- Los Alamosban jelenleg is vizsgálják.

Kutatómunkám során azt a szakmai feladatot kaptam, hogy az intézetben működő, világviszonylatban is unikális FALEP intenzív képlékenyalakítási eszközzel és hengerléssel azonos mértékű vastagságcsökkentést érjek el hidegen, Al1050-es minőségű ötvözetben. Az így alakított lemezek mechanikai tulajdonságainak homogenitását jellemezzem és hasonlítsam össze. Ehhez a lemezekből különböző irányban (alakítási irányból-0°, és ahhoz képest 45°, illetve 90°) mintákat vettem ki. Ezeket a mintákat egészben, vagy félig elnyírtam és a töret felületüket, illetve keresztmetszetüket is megvizsgáltam. A nyíráshoz az általam korábban tervezett nyírószerszámot használtam.

A vizsgálatok eredménye egyrészt a kétféle módon alakított ötvözet mechanikai tulajdonságaira adott információt. A szilárdsági értékek a FALEP alakítást követően a 90-os mintánál kevesebb mint 6%-kal magasabbak mint a másik két irányban. Ez az eltérés úgy gondolom, hogy nem jelentős, vagyis kijelenthetjük, hogy nyírásra történő igénybevétel szempontjából a lemez homogénen viselkedik. Pontosan ezt állapítottuk meg a hengerelt mintákra is. Itt azért szeretném kiemelni, hogy ebből nem következik, hogy egyéb igénybevételekre pl. szakításra is ez lesz az eredmény.

Másik nagyon fontos eredmény volt, hogy a nyíró vizsgálatok között voltak olyanok, amelyek nem voltak értékelhetők. Ez rávilágított a nyíró próbatestek geometriai pontosságának a fontosságára, ezért megterveztem egy precíziós mintaelőkészítő készüléket, és elkészítettem a gyártáshoz szükséges gépészeti rajzokat is. Mivel a szükséges alapanyagok is rendelkezésre állnak a gyártást hamarosan megkezdjük.

6. KÖSZÖNETNYÍLVÁNÍTÁS

Szeretném megköszönni konzulenseimnek a kutatómunkám során nyújtott segítségüket és azt a lehetőséget, hogy a világviszonylatban is egyedülálló kutatócsoportomhoz csatlakozhattam. Külön szeretném megköszönni a szakítógép kezelésében nyújtott segítséget Dr. Mikó Tamásnak, az elektronmikroszkópos felvételekben nyújtott segítséget Dr. Koncz-Horváth Dánielnek és Kovács Árpádnak. A hengerlésben történő közreműködést Puskás Csabának, Kárpáti Vikornak, és Dr. Szabó Gábornak. A VEM analízist Dr. Szűcs Máténak, a mintaelőkészítést Márkus Zoltánné Anikónak. A kutatómunkát az OTKA K143800 számú „Tömbi és kompozit nanoszerkezetű fémek előállításának új módjai, kísérletek, jellemzés és modellezés” című projekt is támogatta.

A kutatómunka „A KULTURÁLIS ÉS INNOVÁCIÓS MINISZTERIUM EGYETEMI KUTATÓI ÖSZTÖNDÍJ PROGRAMJÁNAK A NEMZETI KUTATÁSI, FEJLESZTÉSI ÉS INNOVÁCIÓS ALAPBÓL FINANSZÍROZOTT SZAKMAI TÁMOGATÁSÁVAL KÉSZÜLT.”

Sepsi Máté konzulens közreműködésének szerződésszáma: EKÖP-24-4-I/4, TNI/1648-38/2024
Saját részvételemnek szerződés száma: EKÖP-24-1-I/2.TNI/1648-1/2024.



7. TOVÁBBI TERVEK

A miniFALEP kutatócsoport aktív tagjaként a kutatásaim következő szakaszában FALEP eljárással és hengerléssel előállított különböző alumínium ötvözetek szerkezetének, és további tulajdonságainak az összehasonlító elemzését fogom elvégezni (szakítás, mélyhúzás). Mivel határozott célunk egy olyan eszköz megépítése Miskolcon, amivel már félipari méretű termékek gyárthatók, ezen eredmények nagyban hozzájárulnak a módszernek az ipari szereplőkkel vagy potenciális befektetőkkel történő megismertetéséhez, támogatások megszerzéséhez. Nem elhanyagolható módon pedig a FALEP eljárás mélyebb megismeréséhez a módszerben rejlő új lehetőségek feltárásához.

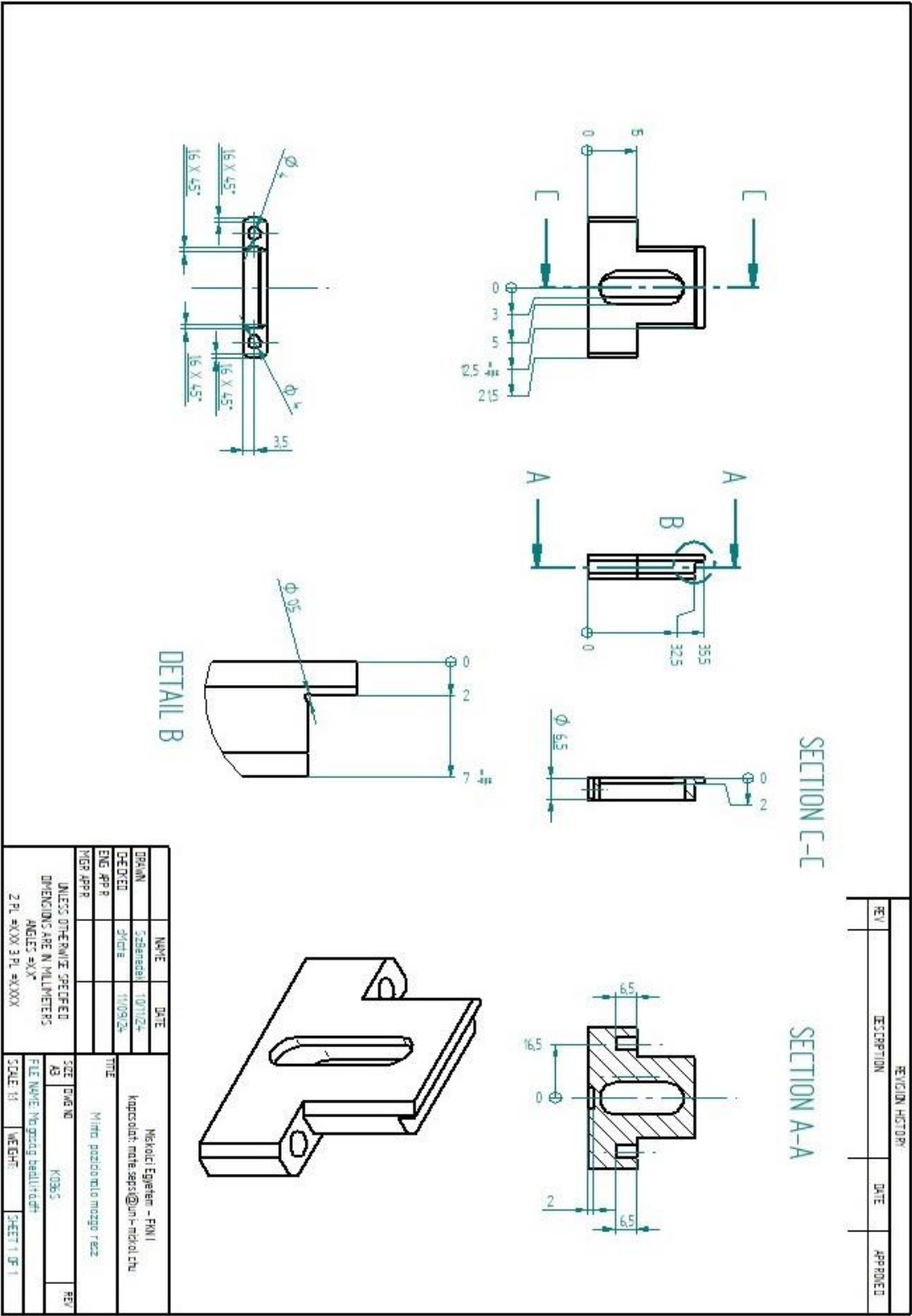
8. HIVATKOZOTT IRODALMAK JEGYZÉKE

- [1] K. Edalati és mtsai., „Nanomaterials by severe plastic deformation: review of historical developments and recent advances”, *Materials Research Letters*, köt. 10, sz. 4, o. 163–256, ápr. 2022, doi: 10.1080/21663831.2022.2029779.
- [2] L. S. Tóth, M. Seps, M. Szűcs, S. N. Kumaran, és T. C. Lowe, „The mechanics of the friction-assisted lateral extrusion process”, *J Mater Sci*, köt. 59, sz. 14, o. 6059–6074, ápr. 2024, doi: 10.1007/s10853-023-09245-1.
- [3] A. Pougis, L. S. Toth, J. J. Fundenberger, és A. Borbely, „Extension of the Derby relation to metals severely deformed to their steady-state ultrafine-grain size”, *Scripta Materialia*, köt. 72–73, o. 59–62, febr. 2014, doi: 10.1016/j.scriptamat.2013.10.020.
- [4] N. Q. Chinh és mtsai., „Ultralow-temperature superplasticity and its novel mechanism in ultrafine-grained Al alloys”, *Materials Research Letters*, köt. 9, sz. 11, o. 475–482, nov. 2021, doi: 10.1080/21663831.2021.1976293.
- [5] K. Edalati, E. Akiba, és Z. Horita, „High-pressure torsion for new hydrogen storage materials”, *Science and Technology of Advanced Materials*, köt. 19, sz. 1, o. 185–193, dec. 2018, doi: 10.1080/14686996.2018.1435131.
- [6] K. Edalati és mtsai., „Nanomaterials by severe plastic deformation: review of historical developments and recent advances”, *Materials Research Letters*, köt. 10, sz. 4, o. 163–256, ápr. 2022, doi: 10.1080/21663831.2022.2029779.
- [7] V. A. Beloshenko és mtsai., „Equal-Channel Multi-Angle Pressing Effect on the Properties of NbTi Alloy”, *J Supercond Nov Magn*, köt. 22, sz. 5, o. 505–510, júl. 2009, doi: 10.1007/s10948-009-0448-y.
- [8] G. Rogl, M. J. Zehetbauer, és P. F. Rogl, „The Effect of Severe Plastic Deformation on Thermoelectric Performance of Skutterudites, Half-Heuslers and Bi-Tellurides”, *Mater. Trans.*, köt. 60, sz. 10, o. 2071–2085, okt. 2019, doi: 10.2320/matertrans.MF201941.
- [9] C. Sun és mtsai., „Superior radiation-resistant nanoengineered austenitic 304L stainless steel for applications in extreme radiation environments”, *Sci Rep*, köt. 5, sz. 1, o. 7801, jan. 2015, doi: 10.1038/srep07801.
- [10] W. Zeiger, M. Schneider, D. Scharnweber, és H. Worch, „Corrosion behaviour of a nanocrystalline FeAl alloy”, *Nanostructured Materials*, köt. 6, sz. 5–8, o. 1013–1016, jan. 1995, doi: 10.1016/0965-9773(95)00234-0.
- [11] A. Balyanov, „Corrosion resistance of ultra fine-grained Ti”, *Scripta Materialia*, köt. 51, sz. 3, o. 225–229, aug. 2004, doi: 10.1016/j.scriptamat.2004.04.011.
- [12] H. Hoppel és mtsai., „An overview: Fatigue behaviour of ultrafine-grained metals and alloys”, *International Journal of Fatigue*, köt. 28, sz. 9, o. 1001–1010, szept. 2006, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2005.08.014.
- [13] T. C. Lowe és R. A. Reiss, „Understanding the biological responses of nanostructured metals and surfaces”, *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.*, köt. 63, o. 012172, aug. 2014, doi: 10.1088/1757-899X/63/1/012172.
- [14] J. Peirs, P. Verleysen, J. Degrieck, és F. Coghe, „The use of hat-shaped specimens to study the high strain rate shear behaviour of Ti–6Al–4V”, *International Journal of Impact Engineering*, köt. 37, sz. 6, o. 703–714, jún. 2010, doi: 10.1016/j.ijimpeng.2009.08.002.
- [15] „Standard Specification for Reactive and Refractory Metal Clad Plate”, ASTM B898-20, 2020. április 17.
- [16] „Standard Specification for Stainless Chromium-Nickel Steel-Clad Plate”, ASTM A264-12(2019), 2019. április 4.

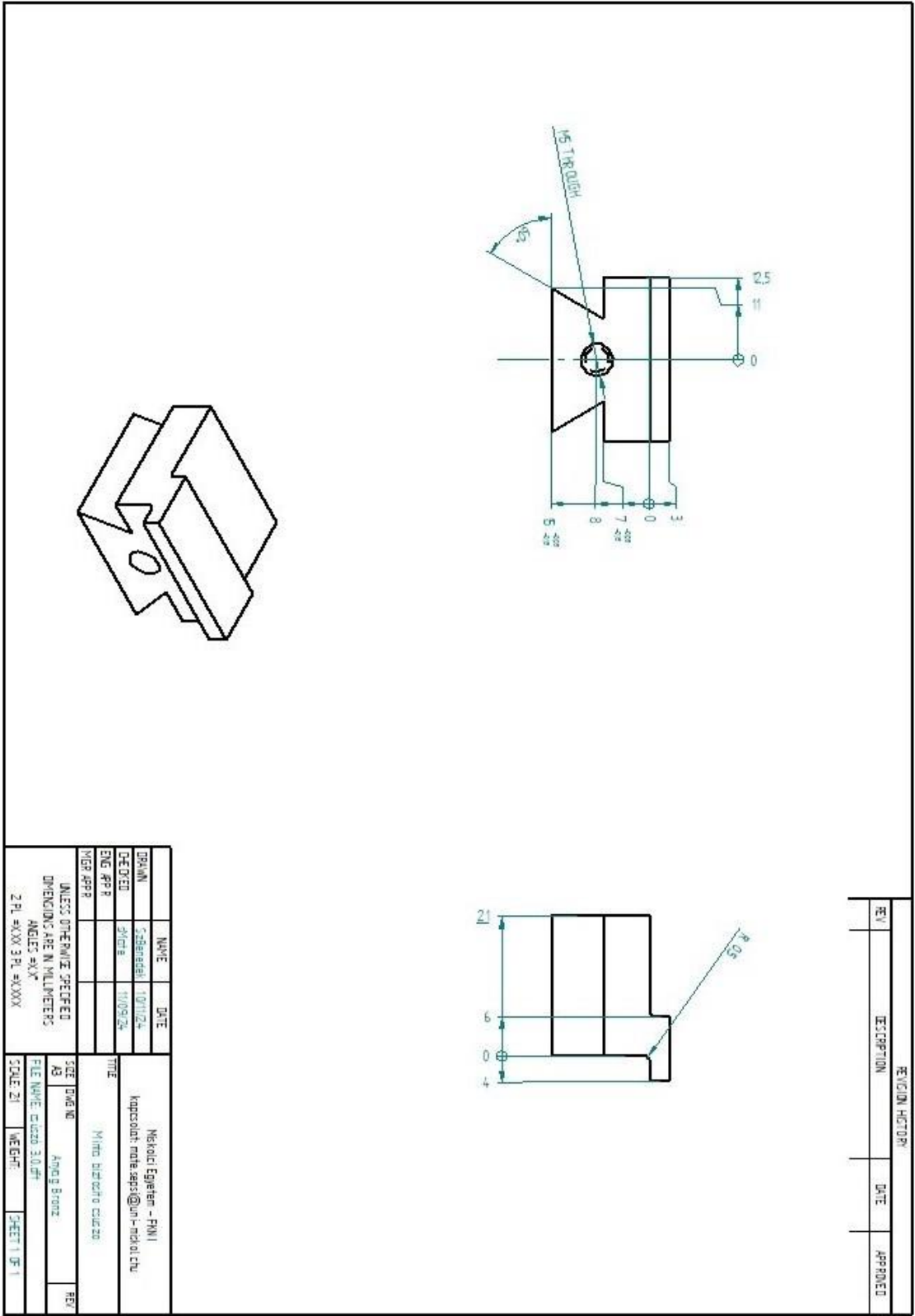
- [17] A. Brosius, Q. Yin, A. Güner, és A. E. Tekkaya, „A New Shear Test for Sheet Metal Characterization”, *steel research int.*, köt. 82, sz. 4, o. 323–328, ápr. 2011, doi: 10.1002/srin.201000163.
- [18] S. Lee és M. Munro, „Evaluation of in-plane shear test methods for advanced composite materials by the decision analysis technique”, *Composites*, köt. 17, sz. 1, o. 13–22, jan. 1986, doi: 10.1016/0010-4361(86)90729-9.
- [19] M. Panchal, L. Kaushik, R. K. r. , R. Khatirkar, S.-H. Choi, és J. Singh, „Recent advances in the in-plane shear testing of Mg alloy sheets”, *Journal of Magnesium and Alloys*, köt. 11, sz. 2, o. 405–424, febr. 2023, doi: 10.1016/j.jma.2023.02.006.
- [20] J. C. Xavier, N. M. Garrido, M. Oliveira, J. L. Morais, P. P. Camanho, és F. Pierron, „A comparison between the losipescu and off-axis shear test methods for the characterization of Pinus Pinaster Ait”, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, köt. 35, sz. 7–8, o. 827–840, júl. 2004, doi: 10.1016/j.compositesa.2004.01.013.
- [21] S. Bouvier, H. Haddadi, P. Levée, és C. Teodosiu, „Simple shear tests: Experimental techniques and characterization of the plastic anisotropy of rolled sheets at large strains”, *Journal of Materials Processing Technology*, köt. 172, sz. 1, o. 96–103, febr. 2006, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2005.09.003.
- [22] J. Peirs, P. Verleysen, J. Degrieck, és F. Coghe, „The use of hat-shaped specimens to study the high strain rate shear behaviour of Ti–6Al–4V”, *International Journal of Impact Engineering*, köt. 37, sz. 6, o. 703–714, jún. 2010, doi: 10.1016/j.ijimpeng.2009.08.002.
- [23] B. Sziklai, V. Mertinger, és M. Sepsi, „Nyírószilárdság meghatározó eljárás fejlesztése”, előadás Miskolci Egyetem 2024 tavaszi TDK, Miskolc, ápr. 2024, o. 33.
- [24] Pozsgai Imre, *A pásztázó elektronmikroszkópia és az elektronsugaras mikroanalízis alapjai*, 1995. kiad. Budapest: Elte Eötvös Kiadó Kft.

9. MELLÉKLETEK

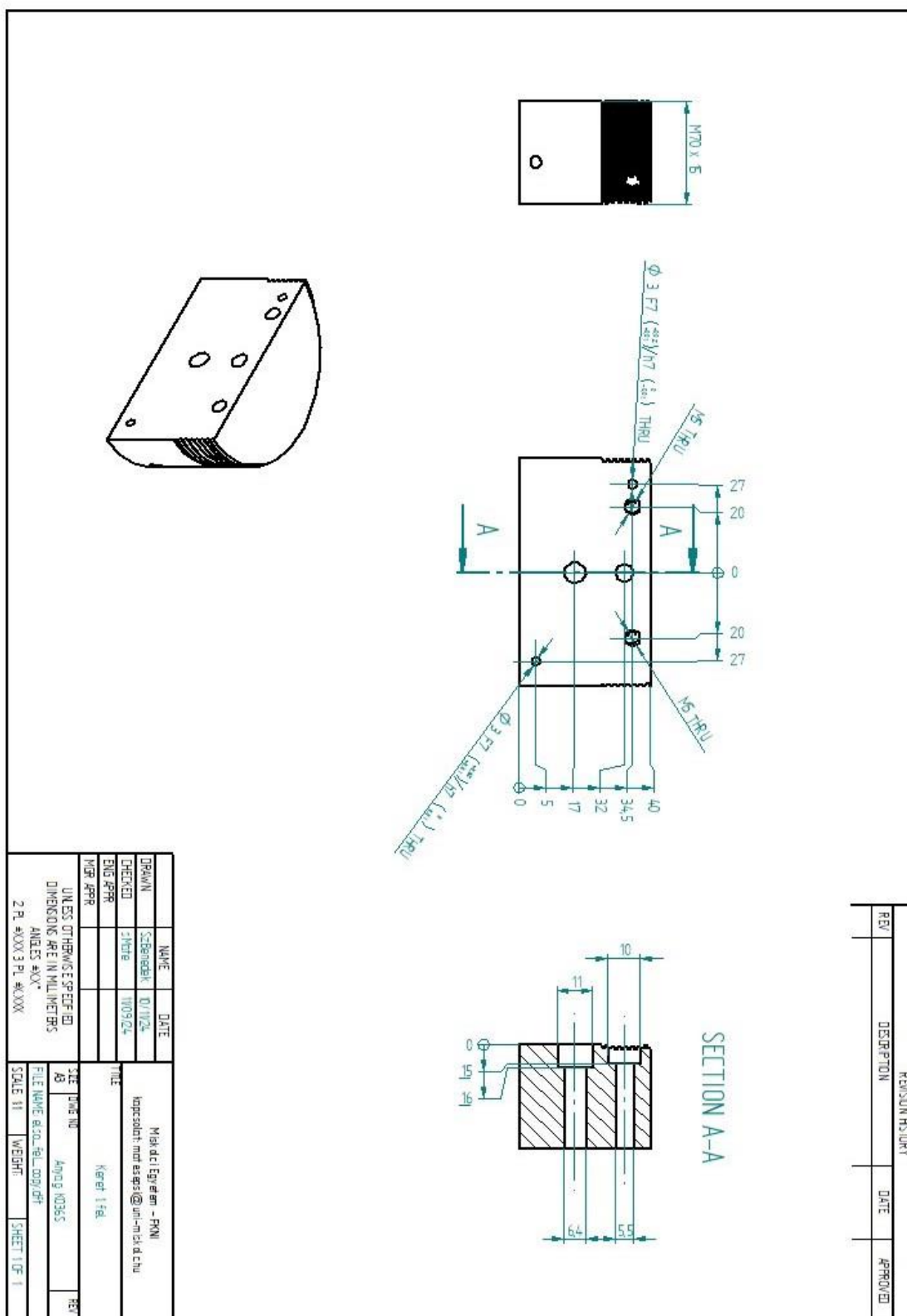
A precíziós mintaelőkészítő készülék gyártáshoz készült 2 dimenziós gépészeti rajzai



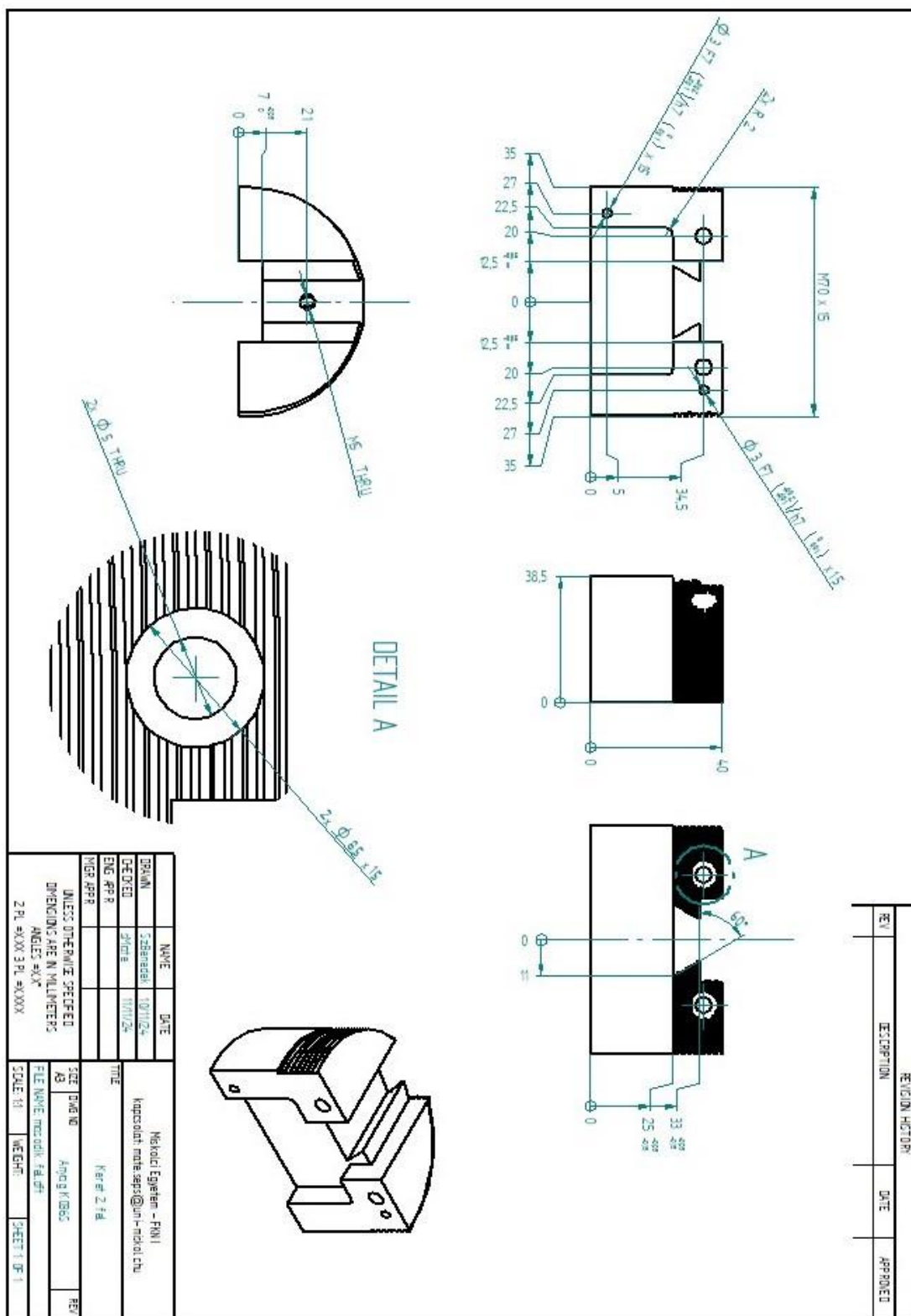
Minta pozícionáló mozgó rész



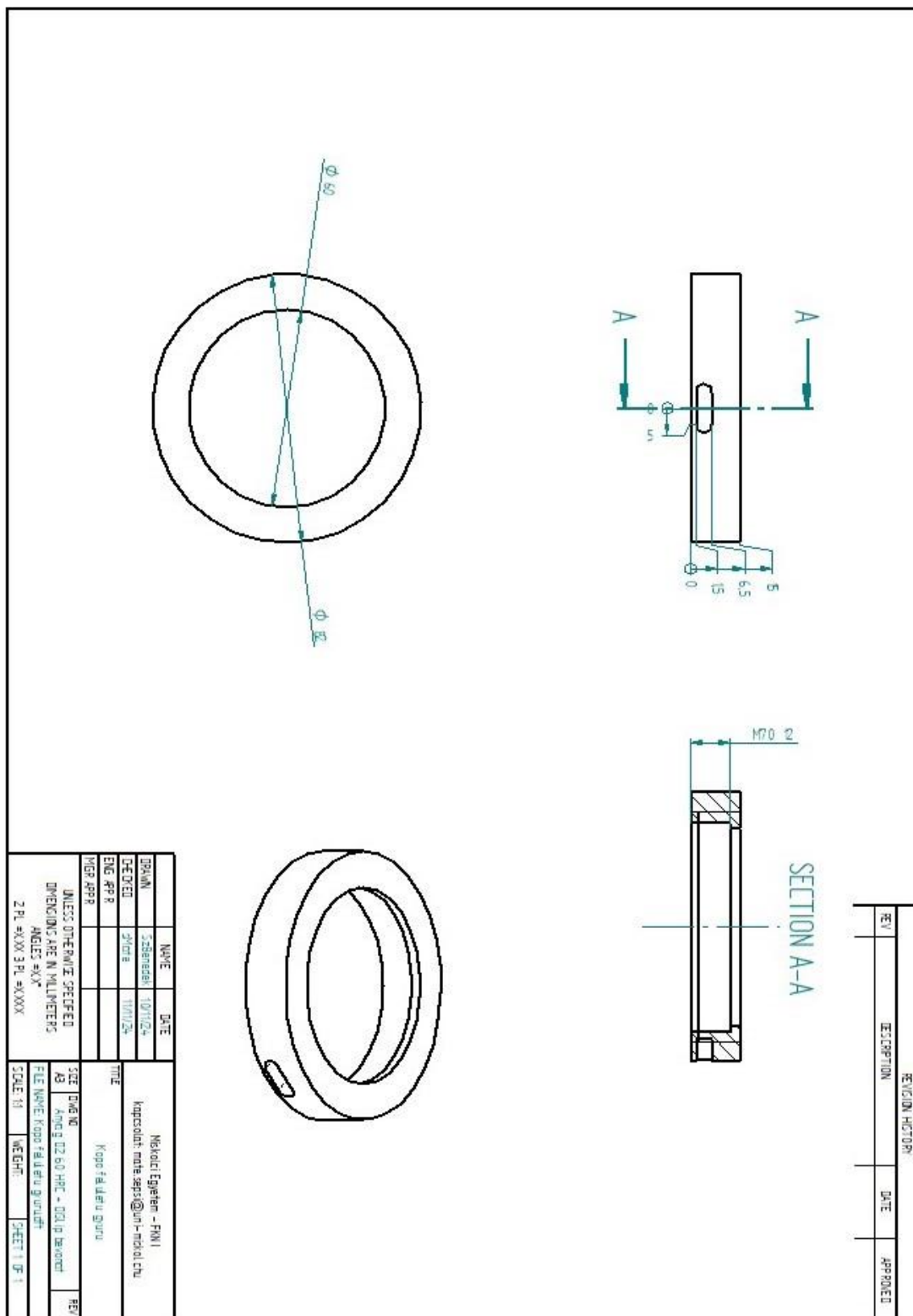
Minta biztosító csúszó rész



Keret 1. fél



Keret 2. fél



Kopófelületű gyűrű