

Rozsdamentes acélhabok in situ szerkezetvizsgálata összenyomás során

Nagy Kadosa

fizika BSc szakos hallgató

Témavezető:

Gubicza Jenő

egyetemi tanár

2024



Eötvös Loránd Tudományegyetem
Természettudományi Kar

Tartalomjegyzék

Kivonat	3
1. Bevezetés	4
2. Irodalmi áttekintés	4
2.1. Szilárd habok szerkezetének általános jellemzői	4
2.2. Fémhabok előállítása	5
2.3. Fémhabok mechanikai tulajdonságai	7
2.3.1. Feszültség-deformáció tipikus kapcsolata	7
2.3.2. Fémhabmodellek	9
2.4. 316L acélhabokkal kapcsolatos korábbi vizsgálatok az irodalom alapján . .	12
3. Vizsgálati módszerek	13
3.1. Mintaelőállítás	13
3.2. Pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálat	13
3.3. Összenyomás körülményei a szinkrotronban	14
3.4. Röntgentomográfia	15
3.5. Röntgendiffrakció	16
3.6. Vonalprofil-analízis	16
4. Kísérleti eredmények és azok diszkussziója	19
4.1. A habok szerkezete a deformációt megelőzően	19
4.2. Erő-elmozdulás görbe vizsgálata	22
4.3. A tomográfiás mérésekből származó eredmények	23
4.4. A vonalprofil-analízis eredményei	24
4.5. Relatív feszültség és relatív sűrűség kapcsolatának vizsgálata	29
4.6. A hab keményedését okozó folyamatok analízise	30
5. Összefoglalás	32
6. Köszönetnyilvánítás	32
A. Saját Eredmények	33

Kivonat

A kutatás során 316L jelű rozsdamentes acélból készült fémhabok deformációját vizsgáltam. A 316L rozsdamentes acél biokompatibilis, és habja kiváló mechanikai tulajdonságokkal és korrózióállósággal bír, ezért többek közt orvosi alkalmazásokban kedvelt anyag.

A minták „freeze-casting” eljárással készültek háromfajta porozitással (0,57, 0,7 illetve 0,77). Az acélhabokat összenyomással alakítottuk 60%-os mérnöki deformáció értékig. Az alakváltozás során bekövetkező porozitás változást *in situ* röntgentomográfiával vizsgáltuk szinkrotron sugárzás segítségével. Szintén *in situ* határoztuk meg a fémhabok falaiban a rácshibák (pl. diszlokációk és síkhibák) sűrűségének változását röntgendiffrakciós vonalprofil-analízis alkalmazásával. A folyásfeszültség változását a deformáció függvényében értelmeztem a porozitás és a rácshibasűrűség értékek felhasználásával.

Kutatási eredményeim rávilágítanak arra, hogy a porozitás csökkenése és a rácshibák mennyiségének növekedése milyen mértékben járulnak hozzá a rozsdamentes acélhabok keményedéséhez összenyomás során. Ezen kívül azt is megmutatom, hogy a kiindulási porozitásbeli különbségnek van-e hatása az acélhabok falaiban a deformáció során kialakuló rácshibák mennyiségére és ezen keresztül az anyag mechanikai viselkedésére. A hab falában kialakult rácshibák sűrűségét összehasonlítom hasonló mértékig deformált, ugyanilyen összetételű pórusmentes acélban korábban kapott értékekkel.

Tudomásom szerint ez az első olyan vizsgálat a témában, amely feltárja, hogy a fémhab keményedéséhez milyen arányban járulnak hozzá a falban keletkező diszlokációk valamint a porozitás csökkenése.

1. Bevezetés

A porózus anyagok szerkezete apró egységekből, úgynevezett cellákból áll. A cellafalak közötti pórusokban valamilyen kitöltőanyag található, mely a habot alkotó anyagtól eltér (általában levegő). Ilyen szilárd anyagok a természetben is előfordulnak, például élőlények bizonyos csontjai hasonló szerkezettel rendelkeznek, de egyes vulkanikus kőzetek, a tufák is porózusak. Az, hogy ma látunk élőlényeket szivacsos struktúrákkal, azt mutatja, hogy a porózus szerkezet hasznos tulajdonságokkal bír. Őseink a természet porózus struktúráit régóta hasznosítják, azonban ilyen anyagokat mesterségesen előállítani csak a XX. században kezdtek el [1]. Polimerekből és fémekből készült habokat az emberiség számos helyen használ az iparban. Hasznos tulajdonságai széles skálán mozognak, mechanikai energiaelnyelő képességük, hőszigetelő tulajdonságaik, a tömbi anyagnál lényegesen kisebb tömegük, akusztikus vagy elektromos árnyékoló képességük is vonzóvá teszi őket.

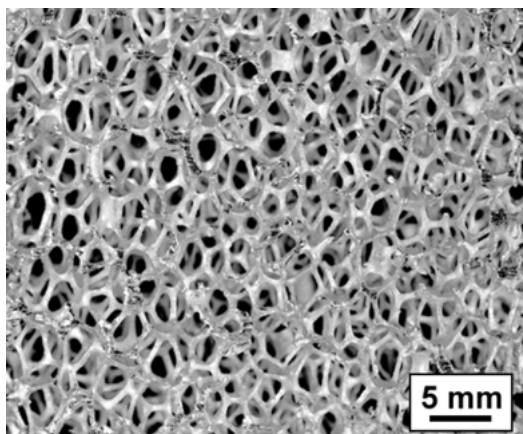
Manapság a fémhabok egyik legjelentősebb felhasználója a járműipar. Az ütközéseknél keletkező energiát elnyelő rendszereknél jelentős súly- (és költség-) csökkentés érhető el habok alkalmazásával tömbi anyagok helyett. Hő- és hangszigetelő tulajdonságaik tovább növelik alkalmazhatóságukat járművek különböző alkatrészeiben. Egyes habok orvosi alkalmazásai is jelentősek. A 316L acélhab beültethető a szervezetbe, mivel harmóniában tud létezni a szövetekkel, nem okoz káros változásokat. Ez a jó szilárdsággal és korrózióállósággal rendelkező, könnyű anyag így protézisek és implantátumok kedvelt alapanyagává vált a fogászatban és a kardiovaszkuláris gyógyászatban.

A tudományos diákköri munkámban különböző kiindulási porozitású 316L acélhab mikroszerkezetének fejlődését vizsgáltam in situ összenyomás során. A porozitás változását röntgentomográfiával mértem, míg a falakban a diszlokációsűrűséget röntgen diffrakciós vonalprofil-analízissel határoztam meg. Mivel az acélhabok szinte minden felhasználási területükön mechanikai igénybevételnek vannak kitéve, ezért ezek a vizsgálatok nagy jelentőséggel bírnak. Kutatási eredményeim hozzájárulhatnak a rozsdamentes acélhabok mikroszerkezete és mechanikai viselkedése közötti kapcsolat alaposabb megismeréséhez.

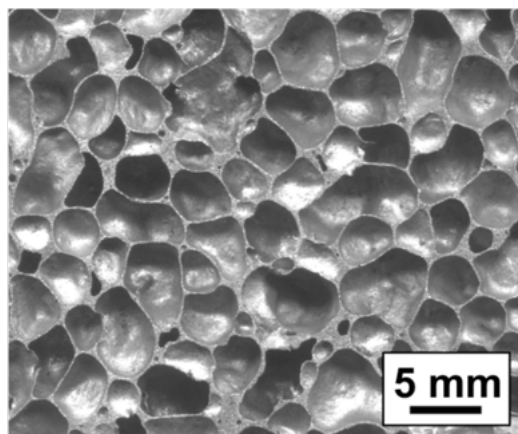
2. Irodalmi áttekintés

2.1. Szilárd habok szerkezetének általános jellemzői

Celluláris szerkezetűnek olyan anyagokat hívunk, melyeket tömör rudak (cellaélek) és/vagy lemezek (cellafalak) hálózata alkot. A habok háromdimenziós celluláris anyagok, melyek között megkülönböztetünk nyílt illetve zárt cellás habokat. Az 1. ábra egy-egy példát mutat a nyílt és zárt cellás habokra. Előbbi típusnál a cellafalak hiányoznak, így az üregek teljesen átjárható hálózatot alkotnak. A cellák üregei a pórusok, és egy hab porozitása ezen üregek térfogati arányát adja meg az anyagon belül - tehát a porózusabb, nagyobb porozitású anyag több üreget tartalmaz. A hab sűrűsége a tömegének és térfogatának hányadosaként kapható meg. A relatív sűrűség a hab sűrűségének és a pórusokat nem tartalmazó tömbi anyag sűrűségének hányadosa [1].



a) Nyílt cellás hab



b) Zárt cellás hab

1. ábra. Nyílt és zárt cellás alumíniumhabok. [2]

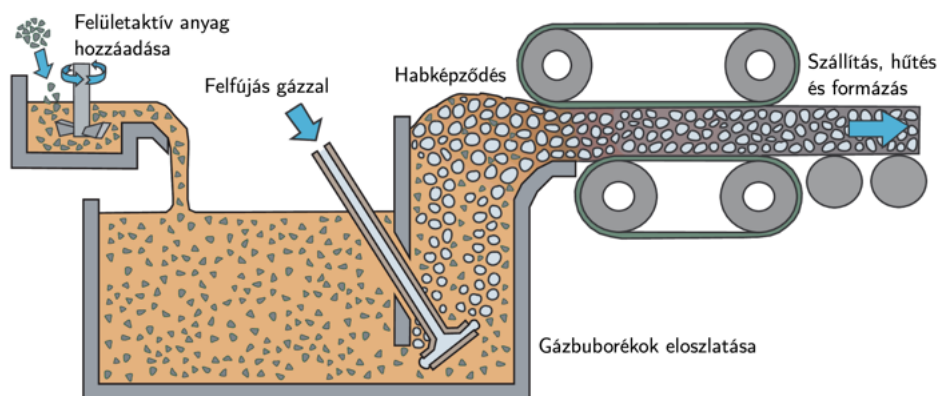
2.2. Fémhabok előállítása

Sok módszer létezik a fémhabok előállítására. Általánosan az előállítás történhet olvadékból, porkohászattal, vagy bevonásos módszerekkel. Az alkalmazott módszernek döntő hatása van a kialakuló fémhab szerkezetére, ezáltal nagyban befolyásolja annak mechanikai tulajdonságait [1].

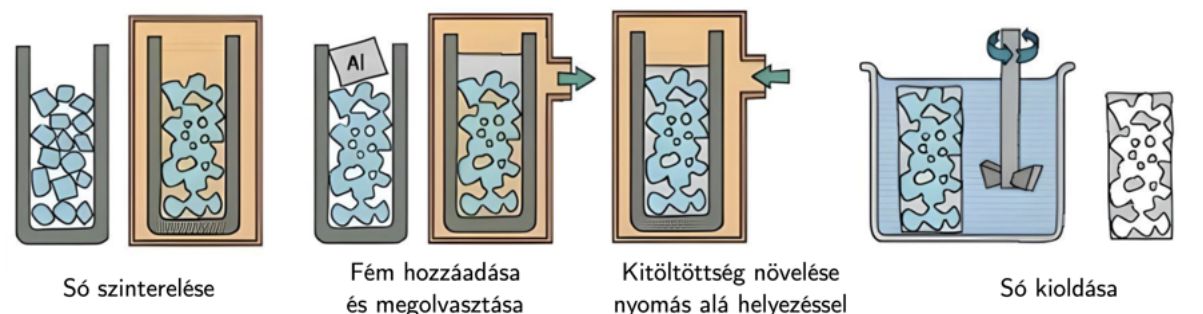
A folyadékból történő habképzéshez hasonló módszer a fúvatóanyaggal történő illetve buborékoltatásos habosítási módszerek. Ezeket fémolvadékokban alkalmazzák, és fémek esetén zárt cellás habok készíthetők segítségével. A módszer előnye, hogy alacsony költségekkel jár és folytonos gyártást tesz lehetővé (ld. 2. ábra). Szintén olvadékot használnak a granulátumra öntésnél is, ez a folyamat a 3. ábrán látható. Ez az egyik legolcsóbb és legelterjedtebb módszer, melynek során olvadt fémet öntenek vákuumban olyan granuláris anyagra, mely stabil marad a fém olvadáspontja felett is (pl. konyhasó). A folyékony fémet a granulátum szemcséi közé áramoltatják magas nyomású gáz segítségével, majd a megszilárdulást követően a granulátumot kioldják. Ezzel a módszerrel nyílt és zárt cellás habok is létrehozhatók, azonban csak viszonylag nagy relatív sűrűséggel. Nyílt cellás habok készítéséhez a konyhasót előbb szinterelik, hogy egy darab kioldható, porózus tömböt hozzanak létre. Megfelelő granulátum választásával a pórusok alakja jól szabályozható [1]. A bevonásos technikákkal más, általában műanyag habok szerkezetét reprodukálják úgy, hogy vékony bevonatot képeznek a cellaéleken, majd kiégetik a kiindulási anyagot. Ez a módszer kizárólag nyílt cellás hab előállítására használható, mivel zárt cellás habnál nem lehetséges minden cellaélet és falat bevonni az új anyaggal. Ennek a módszercsoportnak kifejezetten fémekhez kifejlesztett tagja az elektrolitikus bevonás, melynek során az elektrolitba mártott polimer habra, egyenáram hatására rakódik rá a fémréteg [1].

Freeze-Casting Mivel az általam vizsgált mintákat freeze-casting ('fagyasztva öntés') eljárással készítették, ezért ezzel a módszerrel részletesebben foglalkozok. Ezt a technikát fémek, kerámiák és polimerek esetén is előszeretettel alkalmazzák. Előnye, hogy a termékül kapott porózus anyag számos paramétere (porozitás, a pórusok orientáltsága, eloszlása,...) jól kontrollálható a folyamat során [3].

A freeze-casting során egy folyékony közegbe a habot alkotó anyagot (fémet, kerámiát vagy polimert) kevernek. A folyadék legtöbbször víz, vagy valamilyen vizes oldat. A keveréket ezután hűtött, a folyadék fagyáspontjánál alacsonyabb hőmérsékletű felületre



2. ábra. Buborékoltatásos habképzés olvadékból [2].

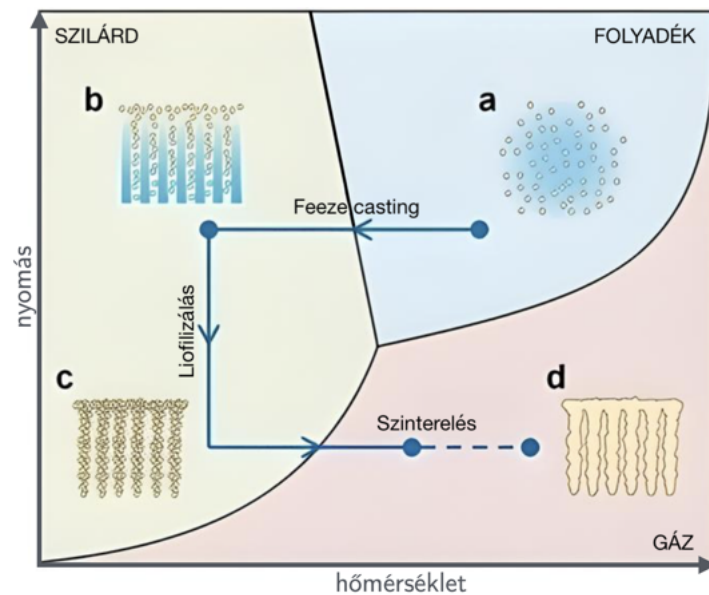


3. ábra. Habok készítése granulátumra öntéssel [2].

juttatják. Az így kialakult irányított hőmérséklet gradiens mentén indul meg a jégkristályok képződése, melynek sebességét végig kontroll alatt tartják. Ha túl lassan vagy túl gyorsan mozog a megszilárdulás határa, akkor nem alakul ki makroszkopikus pórusszerkezet. Előbbi esetben a jégfront hóékeként maga előtt tolva a szilárd szemcséket azokat összegyűjti, és ezáltal belőlük egy porréteg képződik a jégtömb tetején. Gyors fagyás esetén az úszó szemcséket a jég magába zárja, amik így nem kapcsolódnak egymáshoz. Megfelelő sebességtartományban azonban a jég a szilárd szemcséket csoportokba osszeterelve és azok körül növe létrehozza a kívánt celluláris szerkezetet. A jégfront haladási sebességével a kialakuló pórusszerkezet szabályozható. A mikroszerkezeti jellemzőket a folyamat ezen része határozza meg elsősorban [3].

A kapott anyagból alacsony nyomáson szublimáció útján eltávolítják a jégkristályokat. Ez a folyamat a liofilizálás, vagy hűtve szárítás, melynek eredményét tekintve habról beszélhetünk, de a struktúra megerősítése érdekében fémek esetében legtöbbször egy harmadik lépésre, a szinterelésre is sor kerül. E folyamat során a fémrészecskék erősebben kezdenek kötődni egymáshoz. A szintereléshez megnövelik a nyomást és/vagy a hőmérsékletet, fontos viszont olvadáspont alatt végezni a műveletet, hiszen olvadékká válás során a makroszkopikus pórusszerkezet elveszne. Hétköznapijainkban hőmérséklet vezérelt szinterelés tanúi lehetünk, amikor limonádénkban a jégkockák egymáshoz tapadnak. Nyomásvezérelt szinterelést is végzett már mindenki, aki valaha hógolyót gyúrt. A szinterelés valamilyen mértékben csökkenti a porozitást, ezért freeze-casting eljárással készített haboknál nem elegendő csupán a fagyasztás hatását figyelembe venni, ha adott porozitású

habot szeretnénk készíteni [3]. Az eljárás a kezdetben folyékony közeg fázisdiagramján látványosan ábrázolható, ahogy azt a 4. ábra mutatja.



4. ábra. A freeze-casting sematikus ábrája [4]. Az ábrán a megfagyó folyadék (víz) fázisdiagramja látható a különböző lépésekkel. Szinterelés történhet a hőmérséklet és/vagy a nyomás megnövelésével.

2.3. Fémhabok mechanikai tulajdonságai

Az alkalmazások szempontjából fontos az anyagok deformáció során mutatott viselkedése. Bár a fémhabok sok paramétertől függően (anyagtól, porozitástól, a cellák nyitóságától, stb.) eltérő mechanikai tulajdonságokkal rendelkezhetnek, mégis vannak közös vonások, melyek a tömbi anyagoktól megkülönböztetik őket.

A fémhabok felhasználásuk során sokféle deformációnak vannak kitéve. Ezek közül a legegyszerűbbek az összenyomás és a benyomás. Összenyomás során a minta teljes keresztmetszetére fejtünk ki erőt, míg benyomásnál a felület csak egy kisebb részére. Benyomódás és összenyomódás során a habok hasonlóan reagálnak, de előbbinél a deformáció csak kis térfogatra lokalizálódik [1]. A mintáinkat összenyomással vizsgáltuk, így az alábbiakban ezzel foglalkozok részletesen.

2.3.1. Feszültség-deformáció tipikus kapcsolata

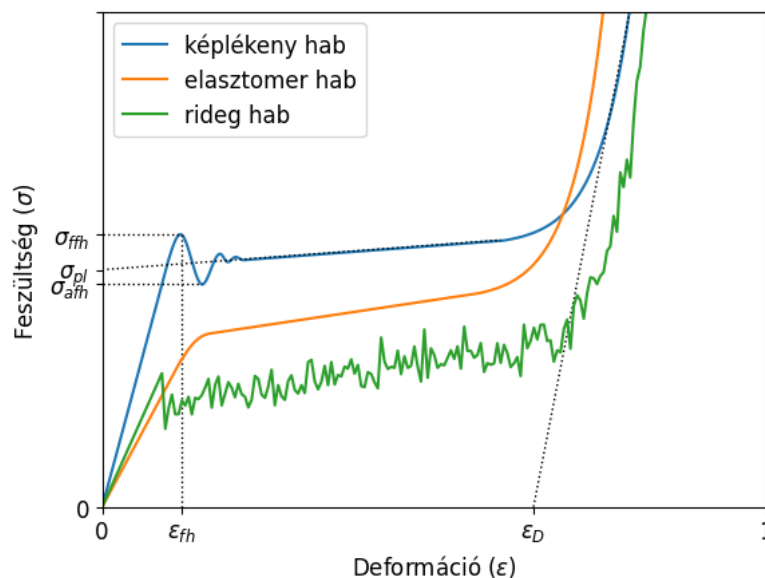
Az összenyomó erő és az arra merőleges keresztmetszet hányadosa adja meg a mintában ébredő feszültséget. A deformáció azt adja meg, hogy a összenyomás irányú magasságcsökkenés hányad része a terheletlen, kiindulási magasságnak. A feszültséget a deformáció függvényében ábrázolva általában a görbe három, jól elkülönülő szakaszra bontható [1]:

- **Kvázi-lineáris szakasz.** Kis deformációkra a hab rugalmas alakváltozást szenved. Ez a szakasz a folyáshatárig tart, onnantól maradandó alakváltozás következik be.
- **Plató szakasz.** Rövid keményedési szakasz után a görbe egy közel nulla meredekségű egyenessel írható le, vagyis nagy deformáció változásra csak kis mértékben vagy

egyáltalán nem változik a feszültség. Ez az úgynevezett plató szakasz a habok ismerető jele, a homogénen deformálódó tömbi anyagoktól ez különbözteti meg őket a legjobban. Ekkor a rugalmas deformáció helyett a habot alkotó cellaszerkezet összeroppanása dominál. A cellaélek és cellafalak a leggyengébb területeken valamilyen módon roncsolódnak, majd a szomszédos pórusok is meggyengülnek, így kialakul egy deformációs sáv. Az összeroppanás hatására a feszültség leeshet. Ezt a deformációs szakaszt a platófeszültséggel (σ_{pl}) szokták jellemezni, melynek meghatározására különböző módszerek használatosak.

- **Tömörödési szakasz.** Nagy deformációknál a már összeroppant cellák tömörödése válik jellemzővé, a feszültség meredeken emelkedik. Az a deformációs érték, ahol a tömörödési szakasz kezdődik, az úgynevezett denzifikációs (vagyis tömörödési) deformáció (ε_D).

Különböző deformációs mechanizmusok léteznek, melyek a hab celláinak összeroppanásához vezethet. Rideg haboknál a vázszerkezet törése okozza az összeroppanást, míg a cellaéleknek és -falaknak kihajlásával történő deformáció az elasztomer habok jellemzője. Kialakulhatnak plasztikus csuklók a cellaélek találkozásánál, ilyenkor az erővel párhuzamos cellaélek merevek maradnak, míg az arra merőlegesek elhajlanak. Ezek a képlékeny habok. A ridegen törő habok a platószakasz „zajosságából” ismerhetők fel. A feszülő, majd hirtelen eltörő cellaélek ugrálásokat eredményeznek a feszültségben, mivel törésnél kis deformáció változás hatására a szerkezet jelentősen megváltozik. A képlékeny és az elasztomer habok sokkal folytonosabb változásokon mennek át. Képlékeny haboknál gyakran a feszültségben kisebb-nagyobb leesés figyelhető meg a platószakasz elején; ilyenkor alsó (σ_{afh}) és felső (σ_{afh}) folyáshatár is definiálható a legkisebb és legnagyobb felvett értéknél (ld. 5. ábra).



5. ábra. A celluláris szerkezet alapján megkülönböztetett három fajta hab jellemző feszültség-deformáció görbéje egyenként három szakaszra osztható. σ_{pl} a platófeszültség, σ_{afh} és σ_{afh} az alsó és felső folyáshatár. A platószakasz a ε_{fh} folyáshatártól a ε_D denzifikációs deformációig tart. A görbék a jobb átláthatóságért el lettek tolva egymáshoz képest, a feszültségek nem hasonlíthatók össze!

Főleg a fémhabokat felhasználó iparnak lényeges, hogy a mechanikai tulajdonságok hangolhatók legyenek a gyártás során könnyen mérhető és változtatható paraméterek segítségével. A jól szabályozható paraméterek a gyártási technológiától függenek, de általában a relatív sűrűség ilyen, illetve az is, hogy nyíltak vagy zártak-e a cellák. Tehát felmerül az igény a relatív sűrűség és a folyáshatár kapcsolatának meghatározására.

2.3.2. Fémhabmodellek

A fémhabmodellek célja, hogy egyszerűsítések útján valamilyen függvénykapcsolattal leírják a mechanikai és szerkezeti tulajdonságok kapcsolatát. Modell készülhet valamilyen idealizáció, vagy tomográfiai eredmények alapján. A legegyszerűbbek az egységcella modellek, azoknak is az a változata, ahol azonos méretű cellákból, periodikusan építjük fel a habot.

Gibson-Ashby modell Ebben a modellben az egységcellák l méretű kockák, egymástól $l/2$ távolságra eltolva. A cella élek d_{el} vastagságú négyzetes hasábok. Zárt cellás hab esetén d_{fal} vastagságú oldallapjai vannak a kockáknak, ahogy ez a 6. ábra a-b részén is látható. A cellák képlékenyen deformálódnak ebben a modellben, vagyis a cellaélek találkozásánál plasztikus csuklók alakulnak ki (ld. 6.d ábra). Nyitott és zárt cellás haboknál is kiszámolható analitikusan a platószakaszban a feszültség konstans értéke (ez a feszültség-deformáció görbéről leolvasható, mennyire jó közelítés).

Nyitott cellás haboknál akkor következik be a plasztikus összeomlás, amikor az anyagban ébredő feszültség a cellaélt alkotó anyag folyásfeszültségét eléri egy keresztmetszet minden pontjában. Ez alapján a platófeszültség felírható a cella paramétereivel, illetve a relatív sűrűséggel [1].

$$\frac{\sigma_{pl}}{\sigma_{tömbi}} = A \cdot \varrho_{rel}^{3/2} \quad (1)$$

Itt $\varrho_{rel} = \varrho_{hab}/\varrho_{tömbi}$ a relatív sűrűség, $\sigma_{tömbi}$ a habot alkotó anyag folyásfeszültsége, A pedig a cellák és cellaélek alakjától függő alakú tényező, mely illesztési paraméternek tekinthető. A relatív platófeszültség egyszerű hatványfüggvénye a relatív sűrűségnek.

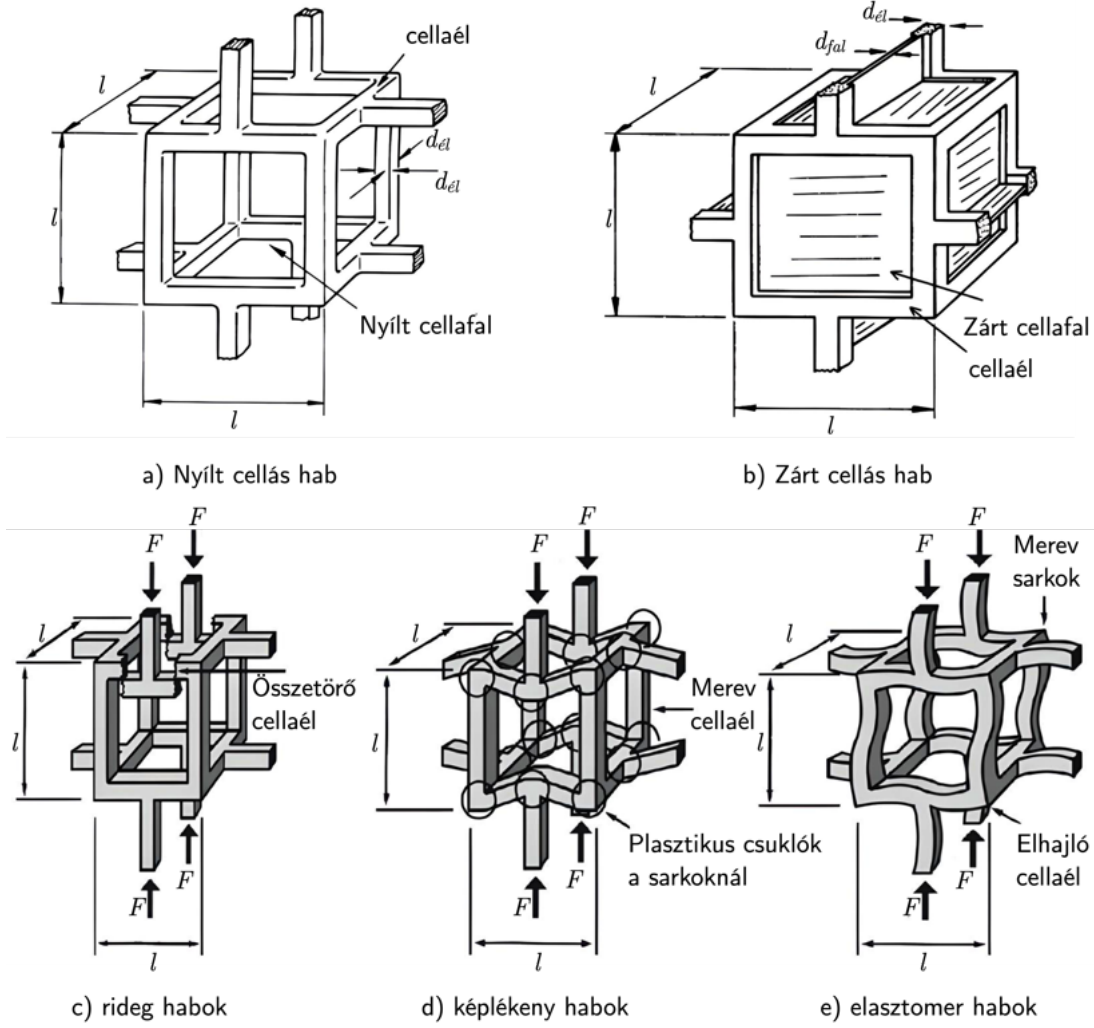
Zárt cella esetén a cellafalak is deformálódnak összenyomáskor és járuléku megjelenik a relatív sűrűség képletében is. Az eredmény itt is hatványfüggvény alakú lesz, azonban tartalmaz egy lineáris tagot is:

$$\frac{\sigma_{pl}}{\sigma_{tömbi}} = B_1 \cdot (\Phi \varrho_{rel})^{3/2} + B_2 \cdot (1 - \Phi) \varrho_{rel}, \quad (2)$$

ahol $\Phi = d_{el}^2 l / (d_{el}^2 l + d_{fal} l^2)$, a cellaélek hányada a hab szilárd anyagában.. B_1 és B_2 illesztési paraméterek.

Gibson-Ashby modell más összeroppanási mechanizmusokra Az előzőekben ismertetett modell plasztikus csukók kialakulását feltételezi a kocka alakú cellák sarkain. Azonban a cellák összeroskadását más folyamatok is okozhatják. A Gibson-Ashby modell módosítható elasztomer és ridegen törő habokra is.

Nyílt cellás elasztomer habok cellái úgy omlanak össze, hogy minden cellafal meghajlik, a sarkok maradnak csak merevek (ld. 6.e ábra). Ennél a deformációnál a cellák összeromlása akkor következik be, amikor a habban ébredő feszültség meghaladja azt a kritikus értéket, melynek hatására a cellaélek rugalmasan kihajlanak (σ_{kh}). Az Euler-képlet alapján felírható l hosszú és d_{el} keresztmetszetű hasábra a kihajláshoz szükséges



6. ábra. A Gibson-Ashby modell által használt primitív cellák (a-b) és az összeesési mechanizmusok (c-e) [1, 5].

terhelés. A rúd l^2 keresztmetszetével az erőt visszaosztva a kritikus feszültséget kapjuk [5]. A relatív feszültség a relatív sűrűség függvényében elasztomer habok esetén is hatványfüggvény alakot ölt. Különbség viszont, hogy a képlékeny habokkal ellentétben nem a tömbi anyag folyásfeszültsége, hanem a Young-modulusza ($E_{tömbi}$) jelenik meg a bal oldalon a nevezőben. A képlet egy illesztési paramétert tartalmaz (C_1):

$$\frac{\sigma_{kihajlás}}{E_{tömbi}} = C_1 \cdot \varrho_{rel}^2 \quad (3)$$

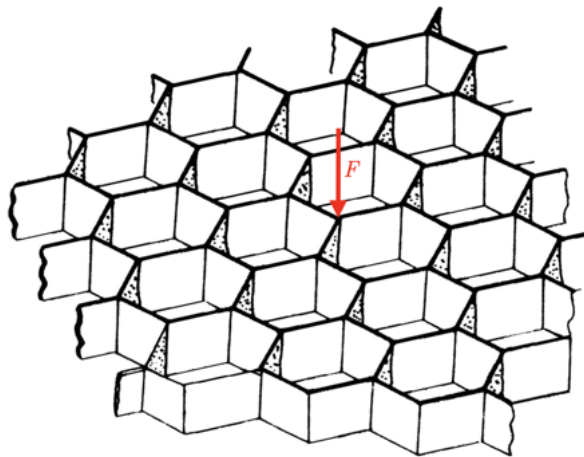
Rideg, nyílt cellás habok celláink összeroppanása az élek törése által valósul meg (6.c ábra). A plasztikus csuklókkal operáló hagyományos Gibson-Ashby modell által jóslott összefüggés (1. egyenlet) a relatív feszültség és a relatív sűrűség kapcsolatára érvényesnek mondható, azonos kitevővel, de eltérő arányossági tényezővel valamint a bal oldali tört nevezőjében a szakítószilárdsággal (σ_{sz}).

$$\frac{\sigma_{törés}}{\sigma_{sz}} = C_2 \cdot \varrho_{rel}^{3/2} \quad (4)$$

Kompressziós modell Ebben a modellben azzal a feltételezéssel élünk, hogy külső erőhatásra a cellaélek nem hajlanak ki, hanem azok az erő irányával párhuzamosan meg-

rövidülnek, miközben az arra merőleges keresztmetszetük megnő. Az ilyen fajta összenyomódás olyan habok esetén jó közelítés, ahol a cellaélek nem túl karcsúak, és a terhelés ezen élek kisebb keresztmetszetére merőlegesen éri őket. A 7. ábrán egy méhsejtes sematikus habszerkezet szemlélteti ezt a feltételt. E modell alapján a habokban a tömbi anyaghoz viszonyítva az ébredő feszültség az anyagmennyiségek arányával skálázódik. Minél kevesebb anyagot tartalmaz a hab, annál kisebb a deformációs feszültség. Ezt az információt a habokról a relatív sűrűség hordozza, ezért a relatív feszültség és a relatív sűrűség egyenesen arányos egymással [6].

$$\sigma_{hab} \propto \varrho_{rel} \cdot \sigma_{tömbi} \quad (5)$$



7. ábra. Egy méhsejtes szerkezetű hab deformációja a jelölt irányú erő esetén a kompressziós modellel leírható [6].

Platószakasz függvényét megadó modellek Léteznek modellek, melyek a feszültség-deformáció függvény alakjára adnak predikciót a platószakaszban ha a cellák nem mind azonos méretűek. Ezek a Gibson-Ashby modell általánosításának tekinthetők tetszőleges cellaméret-eloszlásra. Ugyanúgy kocka cellákat használnak és plasztikus csuklókkal modellezik az összeroppanás hatását. Fontos, hogy az a határesetük, amikor minden cella mégis ugyanakkora, a Gibson-Ashby modell. Egy ilyen modell ismert $f(l)$ eloszlásfüggvény esetén zárt képletet ad a $\sigma(\varepsilon)$ függvényre a platószakaszban, azonban csak kevés eloszlás esetén oldható meg analitikusan [1]. Ez az eddigi modellekkel ellentétben magyarázatot ad a platószakaszban a feszültség változására a deformáció és a porozitás függvényében.

Modellek összehasonlítása A legtöbb fémhab modell megtartja a hatványfüggvény kapcsolatot a relatív feszültség (σ_{rel}) és a relatív sűrűség (ϱ_{rel}) közt, csupán a kitevőre és a konstans szorzóra ad különböző értékeket. A fémhabmodellek a feszültségen túl a relatív Young-modulusra (E_{rel}) is ugyanilyen alakú, de eltérő paraméterű függvényt javasolnak [5–7]. A függvények általános alakja felírható n_x kitevőjű, C_x prefaktorú hatványfüggvényként, a mérési adatokra illesztve kereshető meg a habokat legjobban leíró modell.

$$\sigma_{rel} = C_\sigma \cdot (\varrho_{rel})^{n_\sigma} \quad (6)$$

$$E_{rel} = C_E \cdot (\varrho_{rel})^{n_E} \quad (7)$$

A relatív feszültség a habban a platószakaszt jellemző feszültség (σ_{pl} , $\sigma_{kihajlás}$, $\sigma_{törés}$) és a cellaélek anyagának egy mechanikai jellemzőjének ($\sigma_{tömbi}$, $E_{tömbi}$, σ_{sz}) hányadosa. Felhasználói szempontból a relatív értékek kényelmesen összehasonlíthatóvá teszik egymással a pórusmentes és a celluláris szerkezetet. Különböző fémek habjai is összevethetők általuk, valamint ha a relatív feszültség nagyon nagy, vagy kicsi, arra is engedhetünk következtetni, hogy az adott fém a habszerkezetből a mennyit profitál.

modell		σ_{rel}	C_σ	n_σ
Ginson-Ashby	képlékeny	$\sigma_{pl}/\sigma_{tömbi}$	0,25-0,35	1,5
	elasztomer	$\sigma_{kh}/E_{tömbi}$	0,05	2
	rideg	σ_t/σ_{szm}	0,2	1,5
kompressziós		$\sigma_{hab}/\sigma_{tömbi}$	0,4-0,5	1

modell	C_E	n_E
Gibson-Ashby	0,1-1,0	2
kompressziós	0,4-0,5	1

1. táblázat. Az egyes modellek által jósolt prefaktorok és kitevők a relatív feszültségek (fent) és a Young-modulusz hatványfüggvényeire (lent) [5–7].

Előfordulhat, hogy egy összenyomás alatt álló habra nem egy modell illeszkedik, hanem modellváltás következik be. Ez azt jelenti, hogy a relatív sűrűség növekedéssel járó cella összeroppanások és tömörödés következtében megváltozik a hab viselkedése, és eltérő modell írja le a deformáció elején és végén a hab viselkedését. Az ilyen modellváltás sokkal nagyobb kitevőket eredményez, mint amit a modellek külön-külön megengednek, ám visszafele nem igaz, a túl nagy kitevő nem csak így jelenhet meg [7].

2.4. 316L acélhabokkal kapcsolatos korábbi vizsgálatok az irodalom alapján

A 316L jelű acél egy népszerű rozsdamentes acélötvözet. Előnyeli a magas elektromos ellenállása, korrózióállósága és magas hőmérsékleteket is kibír. Ugyanakkor kiválóan formázható, megmunkálható. A 316 jelű acéltól főleg abban különbözik, hogy széntartalma alacsonyabb (Az L az angol „Low”, vagyis alacsony szó rövidítése). Nehéziparban, az építészetben és tengerészeti alkalmazásokban is előszeretettel használják. Azonban mivel biokompatibilis, (tehát nem okoz mérgezéses tüneteket ha a szervezetbe bejut,) orvosi területeken is alkalmazzák az anyagot. Fogszabályzókat, kardiovaszkuláris és ortopédiai implantátumokat, protéziseket is készítenek belőle. Utóbbi területen különösen érdekes lehet a tömbi anyag helyett habokat használni, mivel azok könnyebbek, és jobb mechanikai tulajdonságokkal rendelkeznek, valamint a szövetek is könnyebben kapcsolódnak hozzájuk [8].

Számos előállítási technológiával készítettek már sikeresen ilyen acélhabot, néhány bevettnek mondható előállítási eljárás, mint a granulátumra öntés esetén a mechanikai tulajdonságok is vizsgálhatók voltak. Az összenyomós vizsgálatok a Gibson-Ashby modellel jól egyezőnek mérték a platófeszültség értékét a relatív sűrűség függvényében. [9]. A bevonásos módszerek nem mindig eredményeztek ebből a szempontból vizsgálható, elég erős habot [8], azonban az ellenkezőjére is lehet példát találni, ahol *in situ* vizsgáltak nyírás alatt álló habokat [10].

A periodikus kristályrácsban bekövetkező hibák az anyagot keményítik, csakúgy, mint az összenyomáskor fellépő tömörödés. A kristályhibák hatását habokban, illetve járulékok arányát a teljes keményedéshez azonban korábban nem vizsgálták semmilyen habban. Kombinált tomográfiás és röntgendiffrakciós vizsgálatokkal ez a hatás feltárható. A 316L acélhab felhasználása sokrétű, ipari szempontból jelentős anyagról van szó, ezért választottuk e fém habját.

3. Vizsgálati módszerek

3.1. Mintaelőállítás

A 316L rozsdamentes acélhabot freeze-casting módszerrel állították elő a koreai Kokmin University-n. Először polivinil-alkohol (PVA) kötőanyag (Sigma-Aldrich, USA) és desztillált víz oldatát melegítették, hogy a kötőanyagot diszpergálószerrel (Darvan 811, Vanderbilt Co., USA) feloldják, majd 316L rozsdamentes acélport (10 μm , Daido Steel, Japán) adtak hozzá. A 316L habok porozitásának szabályozására a keverékek PVA-tartalma 1,2, 1,4 és 4 tömegszázalékban került beállításra a három vizsgált hab esetén. Az acélporos elegyeket tíz percig kézzel keverték, majd harminc percig ultrahangos kezelésnek vetették alá szobahőmérsékleten.

Ezt követően egy henger alakú, teflonszigetelésű, folyékony nitrogénnel töltött rozsdamentes acéltálba tett rézrúdba öntötték. A rúd hőmérsékletét $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ -on tartották a fagyasztásához egy hőmérsékletszabályozó segítségével. A freeze-casting eljárás leteltével a zöldtestet kivették a formából, hogy 48 órán keresztül $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ -on, 0,009 Torr reziduális nyomás mellett liofilizálóban (FDU-7003, Operon, Koreai Köztársaság) fagyasztva szárítsák, így a zöldtestben képződött jég szublimáció útján történő eltávolítása révén pórusok keletkeztek. A porózus zöldtestet ezután két lépésben, csökemencében, áramló argongáz alatt szinterelték. Az előzetes hőkezelést $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ -on, 3 órán keresztül végezték, hogy a kötőanyagot eltávolítsák, majd $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ -on 4 órán keresztül $5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{perc}$ fűtési és $3\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{perc}$ hűtési sebességgel.

Az eredményül kapott 1 mm vastag, 20 mm átmérőjű korongok porozitását a tömbi 316L rozsdamentes acél elméleti sűrűsége ($8\text{ g}/\text{cm}^3$), valamint a korongból vágott 316L habkocka-minta mért tömege és térfogata alapján számították ki. Ez alapján a kezdeti relatív sűrűség 0,28, 0,3 és 0,43 volt a vizsgált háromfajta habnál.

Az összenyomós vizsgálatokhoz a korongokból szikraforgácsolással hasábokat vágtak ki, melyek mérete $1\text{ mm} \times 1\text{ mm} \times 2\text{ mm}$ volt.

3.2. Pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálat

A koreai partnerek elektronmikroszkópos méréseket végeztek párhuzamos mintákon a kémiai összetétel meghatározása és a pórusszerkezet morfológiájának feltárása érdekében. A mikroszerkezet vizsgálata előtt kristálykötő viaszt (Crystal Bond 509-3, AREMCO, USA) juttattak a habba, hogy elkerüljék a hab eredeti háromdimenziós pórusszerkezetének torzulását a felület polírozása során. A habot ezután egymást követően egyre finomabb csiszolópapírokkal (220-as finomságútól 2000-ig), majd $1\text{ }\mu\text{m}$ -es alumínium-oxid szuszpenzióval polírozták. A pórusokat kitöltő viasz eltávolítása után mikroszerkezeti elemzést végeztek pásztázó elektronmikroszkóp (SEM) segítségével. Ezen kívül, a falakat alkotó szemcséken belüli kristályszemcsék méretének méréséhez az ASTM E407 számú 104-es maróoldattal maratták a mintát.

A 316L rozsdamentes acélhab mikroszerkezeti képeit FE-SEM (SU8700, HITACHI) és EDS (Oxford Instruments, Egyesült Királyság) segítségével készítették. A mikroszerkezeti vizsgálatokat SEM segítségével, a fagyási irányra merőleges és azzal párhuzamos vágott felületeken valósították meg.

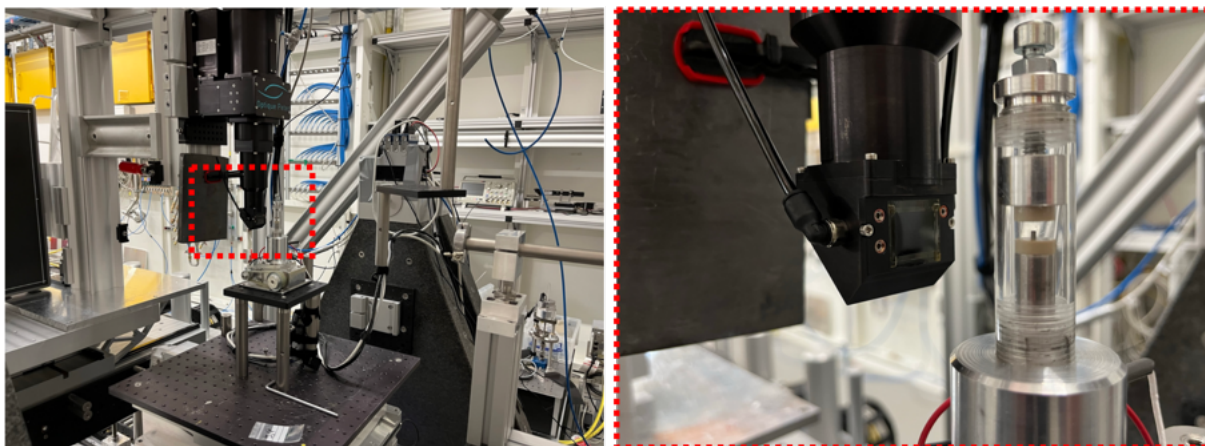
3.3. Összenyomás körülményei a szinkrotronban

Az összenyomási kísérletet a hamburgi Deutsches Elektronen-Synchrotron (DESY) PETRA III svéd anyagtudományi röntgensugár forrásánál (P21.2) végezték [11]. A beeső röntgensugár energiája 45 keV, hullámhossza $\lambda = 0,02755$ nm volt. A habminták terheléséhez a Lund Egyetem Szilárdtest Mechanikai Tanszékén kifejlesztett hordozható mechanikus terhelési keretet használtak (ld. 8. ábra). A keretet a röntgensugárzás hullámhossz tartományban átlátszó műanyag csővel tervezték, akadálytalan 360°-os rálátást biztosítva a mintára, és lehetővé téve a minták ellenőrzött összenyomását meghatározott elmozdulási körülmények között. A összenyomási vizsgálat során az alsó üllő felfelé mozgott, míg a felső üllő rögzített helyzetben volt. A mérések kezdetén, amikor a minta már hozzáért a felső üllőhöz, és 1 N-ra nőtt a terhelés, a keretet megállították. Ezt követően mind az erőt, mind a pozíciót nullázták, és a vizsgálatot megkezdték.

A összenyomó fej sebessége $1,9 \mu\text{m/s}$ volt, ami körülbelül 10^{-3} 1/s kezdeti alakváltozási sebességnek felel meg. Az összenyomás közben folyamatosan mérték a fej által a mintákra kifejtett erőt a minta tetejéhez képest mért elmozdulásának a függvényében. A mintákon tomográfiás méréseket és az azt követően röntgen diffrakciós (XRD) méréseket végeztek először deformálatlan állapotban, majd az összenyomó fej minden megtett 0,1 mm útja után, egészen 1,2 mm-es elmozdulásig. Minden vizsgált alakváltozási értéknél az elmozdulást állandó értéken tartották a mérések közben (ez összesen kb. 20 percet vett igénybe).

A tomográfiához egy képalkotó kamerát (PCO edge 5.5, $2560 \text{ pixel} \times 2160 \text{ pixel}$) helyeztek el a mintától 4,7 cm távolságra, és körülbelül 2 mm (függőleges) $\times$ 1,6 mm (vízszintes) sugárméretet választottak. Az elrendezés a 8. ábrán látható. A mintát egy rögzített forgástengely körül $0,1^\circ$ lépésenként összesen 180° -kal elforgatták, minden lépésben röntgentomográfiás felvételek készültek (1800 projekció felvételenként). A tomográfiás mérés minden egyes alakváltozásnál 15 percig tartott.

Amikor a tomográfiás mérés egy adott alakváltozásnál befejeződött, a röntgen vonalprofil elemzéséhez $150 \mu\text{m} \times 150 \mu\text{m}$ pixelméretű Varex XRD 4343CT detektorral elkezdődött a diffrakciós vizsgálat. Ennek során a minta-detektor távolság 697 mm volt, a sugárméretet pedig $140 \mu\text{m} \times 140 \mu\text{m}$ -re állították be. A minta teljes magasságát $0,1$ mm-es lépésekben pásztázták, úgy, hogy minden egyes pozícióban a mintát $\pm 5^\circ$ -kal elforgatták a felvétel során, hogy a Debye-Scherrer gyűrűk pontozottságát csökkentsék. A forgatás alatt a látszólagos keresztmetszet változása minimális, így a folyamat nem megy a felbontás rovására. A minta magassága mentén a húsz XRD-szkennelés felvétele 200 másodpercig tartott. Az összenyomás előrehaladtával a húsz mérési pont közül egyre kevesebb ad információt a mintáról annak magasságcsökkenése miatt.



8. ábra. A tomográfiás mérések mérési elrendezése. Középen a minta műanyag hengeres burokból látható, tőle balra ezekhez a mérésekhez használt detektor. A sugárzás jobbról balra haladt. A bal oldali ábrán piros színű kerettel jelölt térrész közelebbről látható a jobb oldalon.

3.4. Röntgentomográfia

A tomográfia egy háromdimenziós képalkotási technológia, mely a hagyományos röntgensugaras átvilágításon alapul, vagyis adott síkban, egy szögből megméri az áteresztő képességet. A detektor és a forrás forgatásával az átvilágítást a síkban elvégzik több szögre, majd megismétlik a folyamatot több síkra. Így több, kétdimenziós képből egy térbeli modell készíthető. A módszer segítségével a minta méretei tetszőleges síkban megmérhetők, ezért jól használható keresztmetszet mérésére összenyomás közben. Habok esetén a pórusok alakjára, méreteloszlására lehet következtetni, illetve a relatív sűrűség mérésére is alkalmas többek között.

A tomográfiás adatokat a Tomopy Python modul [12] Gridrec rekonstrukciós algoritmusával [13] rekonstruálták, így minden deformációs lépéshez egy nagy felbontású szűrkeárnyaltos képhalmazt létrehozva, melyek mindegyike a háromdimenziós minta egy-egy síkszeletének felel meg. A 3D rekonstrukció pixelmérete $0,66 \mu\text{m}$ volt. Az elemzés memóriaigényének csökkentése érdekében a rekonstruált adatok felbontását a negyedére csökkentették, így a pixelméret $2,64 \mu\text{m}$ -re változott.

A hagyományos automatikus szegmentálási technika használata ebben az esetben nehézkes volt, mivel a rekonstruált 3D-s szűrkeárnyaltos képek zajosak voltak, ami megnehezítette a habszerkezet és a pórusok megkülönböztetését a háttérzajtól. Ezért az „ilastik” [14] interaktív tanulási és szegmentálási eszközkészletet használták a habmintákról készült 3D-s szűrkeárnyaltos képeken az anyag, a pórusok, a repedések és a háttér szegmentálására. A szegmentálás egy interaktív gépi tanuló algoritmus alapján történt. A szegmentálási modellt a terheletlen 3D térfogat egyes részeinek kézi felcímkézésével tanították be, azaz a kiindulási habokra a tomográfiából kapott relatív sűrűség értékek megegyeztek a kísérletileg kapottakkal. Miután sikerült jó pórus/anyag szegmentációt elérni, a deformált állapotok kiértékelését ugyanezzel a modellel elvégezték. Minden egyes lépésnél a modell a térfogati pixeleket (angolul „*volume pixel*”, voxel) megfelelően felcímkézte (anyag, pórusok, repedések vagy háttér), majd a címkék alapján szegmentált voxeleket hozott létre. A címkeinformációkat az egyes anyagfázisok térfogatának kiszámításához használták. A relatív sűrűséget a úgy határozták meg, hogy az anyag térfogatát elosztották az anyag és a pórusok térfogatának összegével ($\rho_{rel} = V_{anyag} / (V_{anyag} + V_{pórus})$), kihagyva a számításból

az esetlegesen megjelenő repedések térfogatát.

3.5. Röntgendiffrakció

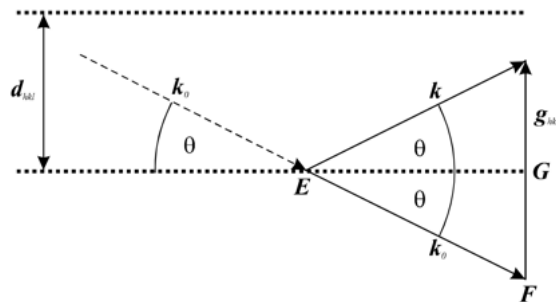
Felfedezése óta a röntgendiffrakció az anyagtudomány egyik legfontosabb vizsgálati módszere. Segítségével megismerhető egy ismeretlen anyag kristályszerkezete, a vonalprofil elemzésével pedig további ismeretekre tehetünk szert a mikroszerkezetről.

A diffrakciós mérések valamilyen elektromágneses hullám szórócentrumokon történő elhajlásával, és a kapott térbeli intenzitás-eloszlás maximumainak helyzetének egymáshoz képest mért erősségének felvételével indulnak. Három alapvető feltételből kiindulva kinematikus elmélettel, a 9. ábrán látható módon levezethető a Bragg-képlet. Ez a három feltétel a következő:

- A szóródás során a foton hullámhossza nem változik (rugalmas szórás),
- bármelyik szórócentrum ugyanakkora fázisugrást eredményez (koherens szórás),
- és a szórt hullám nem szóródik újra (egyszeres diffrakció).

A formula megadja, hogy adott hkl Miller-indexű, d távolságra lévő rácssíkokról szóródó λ hullámhosszú sugárzás a bejövő nyalábhoz képest milyen 2θ szögben ad intenzitásmaximumot [15].

$$2d_{hkl} \sin \theta = \lambda \quad (8)$$



9. ábra. A Bragg-diffrakció szemléltetése. $\mathbf{k}$ a szórt sugárzás hullámszám vektora, $\mathbf{k}_0$ bejövő sugárzás hullámszám vektora, és különbségük $\mathbf{g}_{hkl}$ egy reciprokrács vektor [15].

A diffraktogramon megjelent csúcsok helyzetét és intenzitását a kristályszerkezet és az elemi cella atomjai határozzák meg, így a diffraktogramot az irodalomban fellelhető, adatbázisokba összegyűjtött korábbi mérések eredményeivel összehasonlítva a kristály szerkezete és még az anyagban jelen lévő ismeretlen fázisok is beazonosíthatóak. Továbbá a csúcsok helyzetéből következtethetünk a kristálytani síkok távolságára, és meghatározhatjuk az egyes csúcsoknak megfelelő Miller-indexeket. Az indexelést követően a rácsparamétereket ki lehet számolni az adott szerkezetre (köbös, hexagonális, stb.) vonatkozó összefüggésekből [15].

3.6. Vonalprofil-analízis

A kristályrács nem tökéletes, abban különböző hibák fordulnak elő (ponthibák, diszlokációk, síkhibák...). Emiatt a diffrakciós csúcsok nem végtelen keskenyek és végtelen

magasak, hanem véges szélességgel és intenzitással rendelkeznek. Így Dirac-féle deltafüggvény helyett valamilyen görbével (Gauss, Lorenz) és annak paramétereivel jellemezhetők. A csúcsok kiszélesedése jelentősebb, ha a kristályszemcsék kisebbek, és ha a rácshibák mennyisége nagyobb [15].

A vonalprofil-analízis lényege, hogy bizonyos feltételezéseket téve, a diffrakciós csúcsok alakjából a szemcseméretre, annak eloszlására, valamint a rácshibák típusára és sűrűségére következtetéseket vonjunk le. A feltevéseinket más, közvetlen vizsgálati módszerekkel meg kell erősíteni (például elektronmikroszkópos felvételek) [16].

Instrumentális korrekció A mikroszerkezeten túl a röntgendiffrakciónál használt berendezés is okoz csúcsszélesedést, amit instrumentális szélesedésnek hívunk. Ezt általában egy nagy szemcseméretű és nagyon kevés rácshibát tartalmazó anyagon (általában LaB_6) méri ki, majd ezzel a szélességgel kell korrigálni a vizsgált anyag diffrakciós csúcsainak szélességét. Ha a profil alakja Gauss görbe, akkor a mért szélesség és a korrekciós tag kvadrátikus különbségét kell képezni, ez lesz a fizikai csúcsszélesség [15].

Vonalprofil-szélesedés A mért intenzitásprofil az instrumentális hatásból, a mérethatásból, és a rácshibákból származó profilok konvolúciója a kinematikus szóráselmélet alapján. Így, az intenzitásprofil Fourier-együtthatói megadhatók a három intenzitásprofil együtthatóinak szorzataként:

$$\begin{aligned} A(L) &= A^S(L) \cdot A^D(L) \cdot A^I(L) \text{ , ahol :} \\ L &= na_3 = n\lambda / (2 \sin \theta_2 - 2 \sin \theta_1) \text{ , } n \in \mathbb{Z} \end{aligned} \quad (9)$$

L a Fourier hossz, λ a hullámhossz, θ_1 és θ_2 pedig a két diffrakciós szög, ami között a csúcsot kiértékeljük [16].

Szemcseméret okozta szélesedés A szemcseméret-hatás A^S Fourier-együtthatóit úgy kapjuk meg, hogy a vizsgált hkl indexű csúcsba reflektáló szemcséket a diffrakciós vektorral párhuzamosan (tehát a hkl indexű rácssíkokra merőlegesen) infinitezimális oszlopokra vágjuk, és vesszük az oszlophossz-eloszlás $p(t)$ sűrűségfüggvényét. Ezt a függvényt a szemcseméret-eloszlás $f(x)$ sűrűségfüggvényével ki lehet fejezni, ha ismerünk a szemcsék alakjától függő $h(t,x)dt$ függvényt, ami azt adja meg, hogy az x méretű szemcsében mi a t és $t + dt$ hosszúság közé eső oszlopok relatív aránya [16].

$$A^S(L) = \frac{1}{\langle t \rangle} \int_L^\infty (t - L)p(t)dt \quad (10)$$

$$p(t) = N \int_0^\infty h(t,x)f(x)dx \quad (11)$$

Itt N egy normálási tényező, $\langle t \rangle$ pedig felfogható egy átlagos oszlophosszként. A szemcseméret-eloszlás és a szemcsén belüli oszlophossz eloszlás $f(x)$ és $h(t,x)$ függvényeit a feltételezéseink szabják meg. A szemcsék alakjára tett feltevés (pl. gömb) megadja a $h(t,x)$ -et, melynek realitását ellenőrizni lehet közvetlen mérésekkel (pl. elektronmikroszkópia alkalmazásával) [16].

A rácshibák által okozott szélesedés A deformációs-hatás A^D Fourier együtthatói függnek az L Fourier-hossztól, és a diffrakciós vektor g hosszától. Az együtthatók közelítő képlete megadható a diffrakciós vektor irányú deformáció négyzetének átlagának

ismeretében($\langle \varepsilon_{g,L}^2 \rangle$):

$$A^2(g, L) = e^{-2\pi^2 L^2 g^2 \langle \varepsilon_{g,L}^2 \rangle} \quad (12)$$

A diffrakciós vektor irányú deformáció négyzetének átlagát úgy kapjuk meg, hogy a rácsdeformáció adott helyre jellemző értékét négyzetre emelve kiátlagoljuk abban a térfogatban, ahonnan az adott hkl indexű csúcsba röntgensugarak szóródnak. A deformáció jellemző értékét adott helyen pedig úgy számolhatjuk ki, hogy vesszük két valódi kristálybeli pont távolságának relatív eltérését attól a távolságtól, amit hibamentes kristályban mérnénk. A két távolságnak csak a diffrakciós vektor irányára vett vetületét kell venni [16].

Amennyiben a rácshibák okozzák a deformációt, akkor a hibasűrűség megjelenik az $\langle \varepsilon_{g,L}^2 \rangle$ -ban, és a vonalprofil-analízis segítségével a sűrűség mérhetővé válik. A ponthibák deformációs tere hamar lecseng, így azok nem okoznak jelentős csúcsszélesedést, a diszlokációk azonban hosszútávú térrel rendelkeznek. Diszlokációk esetén ez a Burgers-vektoruk átlagos hosszától, az átlagos sűrűségüktől, illetve egy levágási és egy kontrasztfaktortól függ. Előbbi a diszlokációk deformációs terének lecsengésére utal, amely az elrendezésüktől függ, ugyanis dipólokba rendeződve a diszlokációk leárnyékolják egymás deformációs terét. A kontrasztfaktor pedig azt fejezi ki, hogy adott diszlokáció elrendezés más és más mértékű kiszélesedését okozza a különböző indexű csúcsoknak [16].

Williamson-Hall módszer A vonalprofilok különböző módszerekkel értékelhetők ki, amik eltérő információt adnak. A Williamson-Hall ábrázolásból megtudható, hogy a szélesedés csupán a szemcseméret hatása-e, vagy van valamilyen rácsdeformáció is az anyagban. Ezt úgy tesszük meg, hogy a csúcsok félértékszélességét ábrázoljuk a diffrakciós vektor hosszának függvényében. A mérethatásból eredő vonalprofil alakja nem függ a $\mathbf{g}$ hosszától, így ha csak ez a hatás lenne jelen, akkor a csúcsok egyforma szélességűek lennének, és egy vízszintes egyenest kapnánk. A deformációs vonalprofil szélessége azonban nő, ahogy a diffrakciós vektor növekszik. Diszlokációk esetén a $\mathbf{g}$ vektor nagysága mellett az irányától is függ a diffrakciós csúcsok szélessége, ezért általában nem monoton viselkedést látunk a Williamson-Hall ábrán [16]. A diffrakciós vektor hosszát és a félértékszélességet a reciprok térben az alábbi egyenletekből lehet kiszámolni [17].

$$g = \sin \theta \cdot \frac{2}{\lambda} \quad (13)$$

$$\text{FWHM} = \cos \theta \cdot \frac{\Delta}{\lambda} \quad (14)$$

A csúcs FWHM félértékszélessége a 2θ pozíciójától és a Δ szélességétől, valamint a sugárzás λ hullámhosszától függ. A diffrakciós vektor g hosszához a csúcs pozícióját és a hullámhosszt kell ismerni.

Konvolúciós teljes profil illesztés A mikroszerkezeti paraméterek meghatározására az egyik legmegbízhatóbb módszer az úgynevezett **konvolúciós teljes profil illesztés** (angolul „*Convolutional Multiple Whole Profile fitting*”, CMWP). Ennél a módszernél az összes profilra egyszerre illesztünk elméleti, a mikroszerkezeti paraméterektől függő függvényeket. A feltételezett mikroszerkezeti modellből kiszámíthatóak az illesztendő függvényalakok (például gömb alakú szemcsék, lognormális szemcseméret-eloszlás, diszlokációk, köbös kristály. . .) [16].

Adott paraméterkombináció esetén minden csúcsra kiszámolja a kiértékelő program a Fourier együtthatókat az instrumentális hatásra, a szemcseméret hatásra, és a rácsdeformáció hatásra, és ezeket összeszorozzuk. Fourier-transzformációval megkapjuk az elméleti

csúcsalakot ehhez a kombinációhoz. Ezt az elméleti alakot kell illeszteni a mért diffraktogramra, amin kijelöljük a háttérrel [16]. Az illesztett paraméterek:

- m (nm), a szemcseméret eloszlás mediánja,
- σ a szemcseméret eloszlás szórása,
- ρ_d ($1/\text{m}^2$) a diszlokációsűrűség,
- R_e^* (nm) a diszlokációk effektív külső levágási sugara,
- q ami a diszlokációk típusára utal (pl.: él, csavar...).

Ezen kívül alacsony rétegződési hibaenergiájú lapcentrált köbös anyagokban a síkhibák (pl. rétegződési hibák és ikerhatárok) valószínűségét is megkapjuk százalékban kifejezve. Például 1% ikerhiba valószínűség azt jelenti, hogy minden századik $\{111\}$ kristálysíkon ikerhatárt találunk a vizsgált anyagban.

A kísérlet során a Debye-Scherrer gyűrűkről készült 2D-s képeket a pyFAI Python csomag [18] segítségével 1D-s vonalprofilokká alakítottuk át. Mivel terhelt állapotban a gyűrűk ellipszisekké torzulnak, nem lehet egyszerűen teljes körben integrálni, és az eredményeket felhasználni a további elemzéshez, mert ez mesterséges csúcshévedést eredményezne. Ezért a vízszintes tengelyek körül $\pm 5^\circ$ fokban valósult meg az integrálás, vagyis két tíz fokos nyílásszögű tortaszeletre. Minden létrehozott diffraktogram tízezer pontból állt. Az így keletkezett egydimenziós intenzitás görbéket a Williamson-Hall vizsgálathoz OriginPro szoftverrel dolgoztuk fel. A falakban keletkezett diszlokációk sűrűségét röntgendiffrakciós vonalprofil-analízissel határoztam meg a konvolúciós teljes profil illesztés módszerével felhasználva a CMWP-fit nevű programot [19–21].

4. Kísérleti eredmények és azok diszkussziója

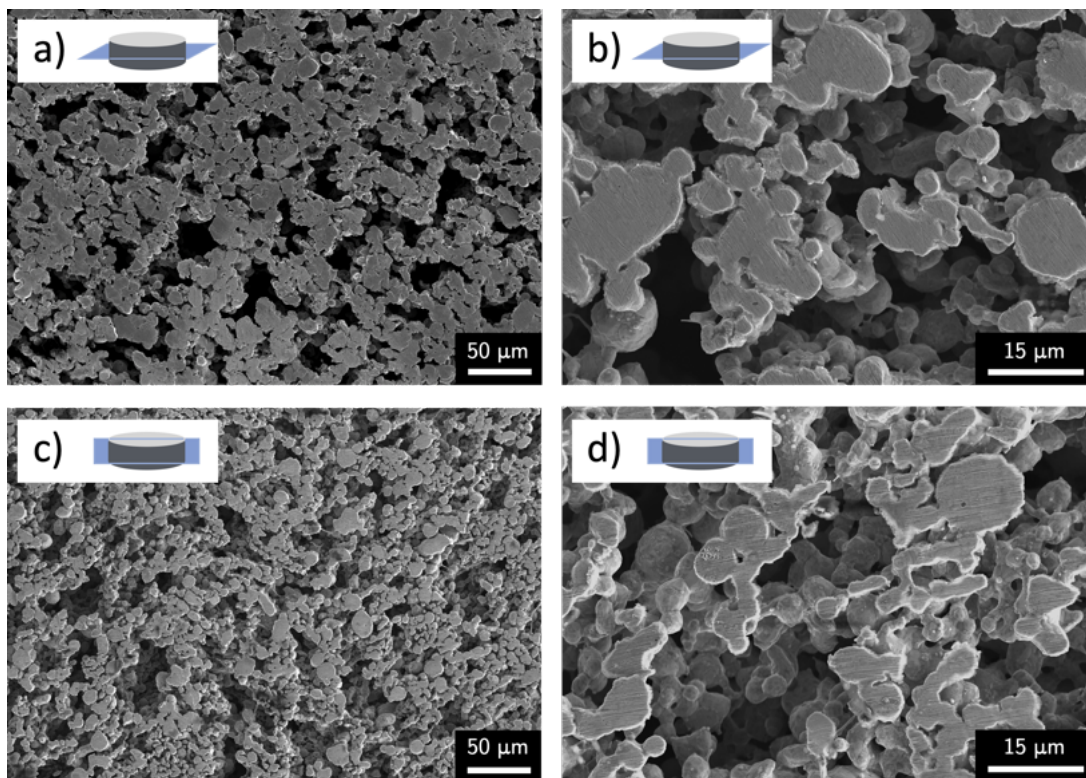
4.1. A habok szerkezete a deformációt megelőzően

A pásztázó elektronmikroszkópos képek segítségével megállapítható, hogy a kialakult pórusszerkezet izotróp vonásokat mutat minden relatív sűrűségnél (11. és 12. ábra). A freeze-casting eljárással készülő haboknál gyakran kialakulnak a hőmérséklet gradienssel párhuzamosan hosszúkas pórusok (vö. a 4. ábrával), de ilyeneket a mintáinknál nem tapasztaltunk. A felvételekről a minták nyílt cellás jellege, valamint a habok közti porozitásbeli különbségek is jól megfigyelhetők. A 13. ábrán látható nagyobb nagyítású SEM kép a 0,23 relatív sűrűségű hab maratott felületéről készült, ahol a kristályszemcse-határok világos vonalakként jelennek meg a hab falát alkotó gömbszerű szemcséken belül. Megállapítható, hogy a részecskében tíz alatti számú kristályszemcse van, amelyek 5-10 mikrométer nagyságúak.

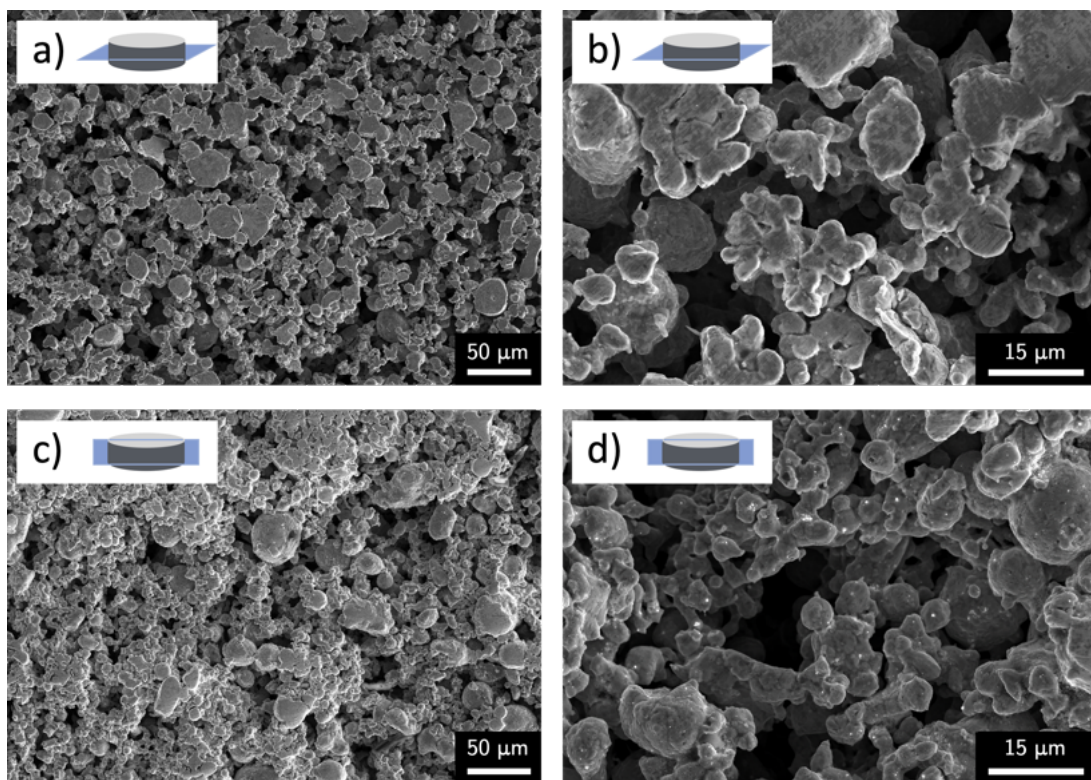
A habok kémiai összetételükbe is betekintést nyerhetünk; ahogy a 2. táblázatból kiolvasható, a leggyakoribb elem természetesen a vas, és mellette jelentős mennyiségben található az anyagban króm és nikkel. Csak a fémes elemek egymáshoz képesti arányát tüntettem fel a táblázatban, mivel alacsony rendszámú elemek, mint például az oxigén, vagy a szén a levegőből, kézzel és a készítéshez és a polírozáshoz használt anyagokból kerülhettek a mintákra. A vizsgált felületeken a könnyű elemek atomjainak átlagos aránya 31,8% volt.

Elem	átlagos mennyiség
Vas (Fe)	65,9%
Króm (Cr)	19,8%
Nikkel (Ni)	12,7%
Molibdén (Mo)	1,2%
Mangán (Mn)	0,4%

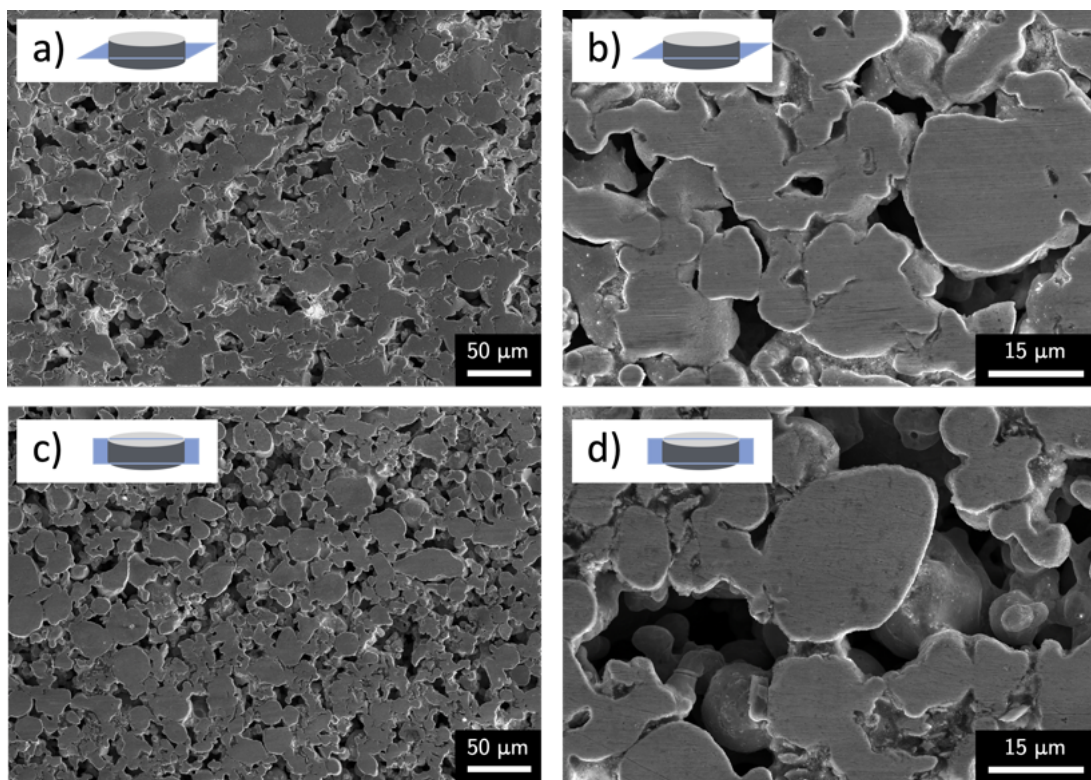
2. táblázat. A három minta átlagolt kémiai összetétele. Az egyes fémes alkotóelemek százalékos aránya van feltüntetve az összes fémes atomok mennyiségéhez képest.



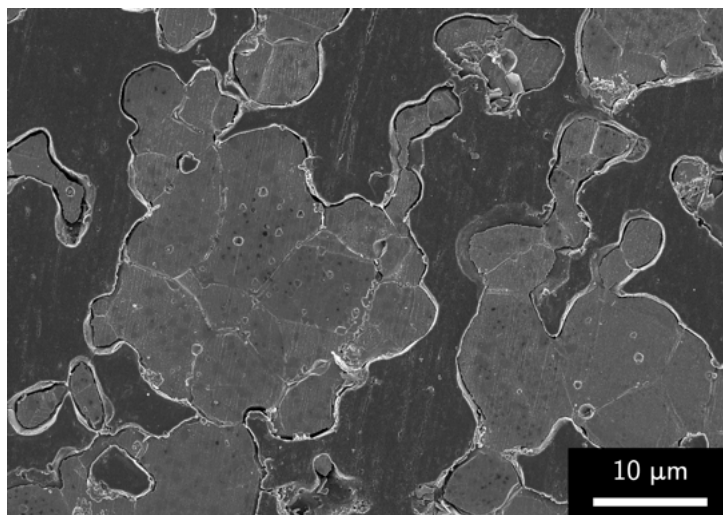
10. ábra. A 0,23 relatív sűrűségű hab párhuzamos mintájának pásztázó elektronmikroszkópos felvétele. Nem láthatók jelentős morfológiai különbségek a freeze-casting során alkalmazott hőmérséklet gradiensre merőleges (a-b) és az azzal párhuzamos (c-d) keresztmetszetben készült képeken.



11. ábra. Az ábrán a 0,3 relatív sűrűségű hab párhuzamos mintájáról készült SEM felvételek láthatók.



12. ábra. 0,43 relatív sűrűségű hab párhuzamos mintája SEM felvételeken. Továbbra sem láthatók morfológiai különbségek a két keresztmetszet közt.



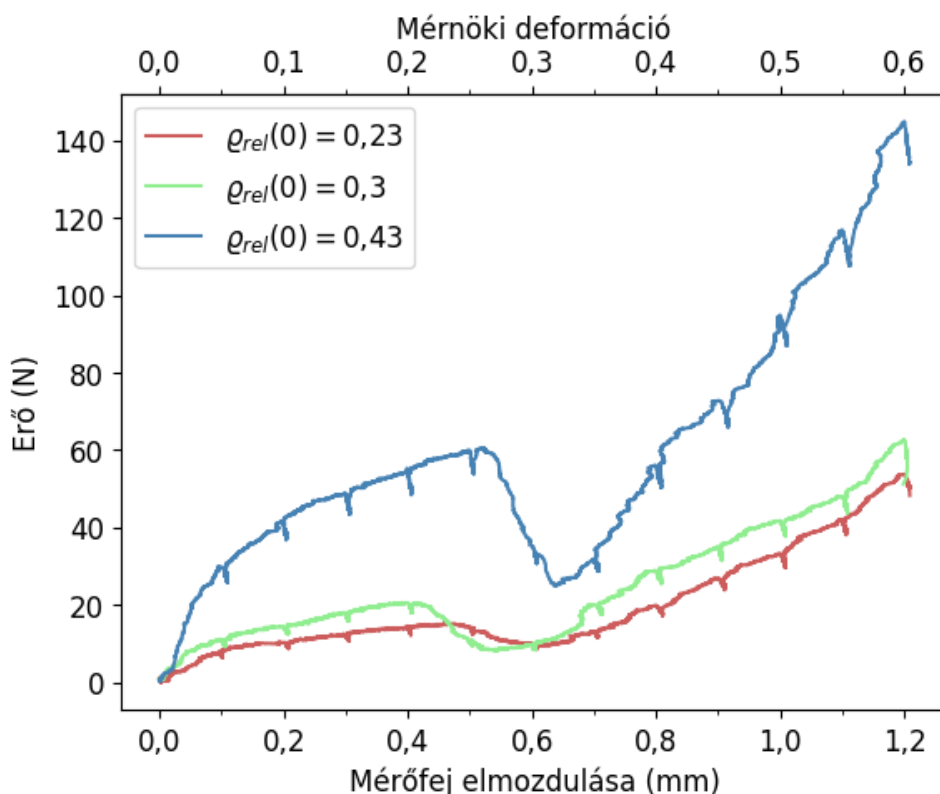
13. ábra. A 0,23 relatív sűrűségű hab párhuzamos mintájának maratott felületéről készült pásztázó elektronmikroszkópos felvétel. A kristályszemcsék határai világos, fehér színű határai jól láthatók a nagyobb szemcséken belül.

4.2. Erő-elmozdulás görbe vizsgálata

A 14. ábrán az összenyomás során kapott elmozdulás-erő görbék láthatók. Mindhárom hab esetén két-két párhuzamos mintán történt mérés, amelyek nagyon hasonlóak voltak, így az ábrán csak egy-egy látható ezekből. Mivel a minták mindegyike 2 mm magas hasáb volt kezdetben, definiálhatjuk a ε dimenziótlan számot, mely a mérőfej elmozdulásának a kiindulási magassággal normált értéke, és nominális vagy mérnöki deformációnak hívhatjuk. A 14. ábra felső vízszintes tengelyén a ez mennyiség szerepel, és a továbbiakban a deformáció mértékének jellemzésére használok. Tekintve, hogy a minta keresztmetszete kezdetben nagyjából 1 mm^2 volt, ezzel visszaosztva az erőt feszültség dimenziójú mennyiséghez juthatunk (mérnöki feszültség), így ez első közelítésben egy feszültség-deformáció ábrája is a haboknak, ha a függőleges tengelyen a mértékegységet N-ről MPa-ra cseréljük. Azonban mivel egy hab összenyomásánál általában a keresztmetszet változik, ezért a valódi feszültség-deformáció görbe eltérne ettől. Ezt a keresztmetszet-változást a diszkrét lépésekben készült tomográfiás felvételekből meghatároztuk. Példaként a 15. ábrán láthatók a kiinduláskor 0,43 relatív sűrűségű hab 3D tomográfiás felvételei különböző deformációs lépéseknél.

A 14. ábrán észrevehetőek visszaesések az erőben azoknál a deformáció értékeknél, ahol diffrakciós és tomográfiás mérések történtek. A mérések ideje alatt a mintában az összenyomás hatására ébredő feszültségek relaxálódni tudtak, visszaesést eredményezve a konstans elmozduláshoz szükséges erőben.

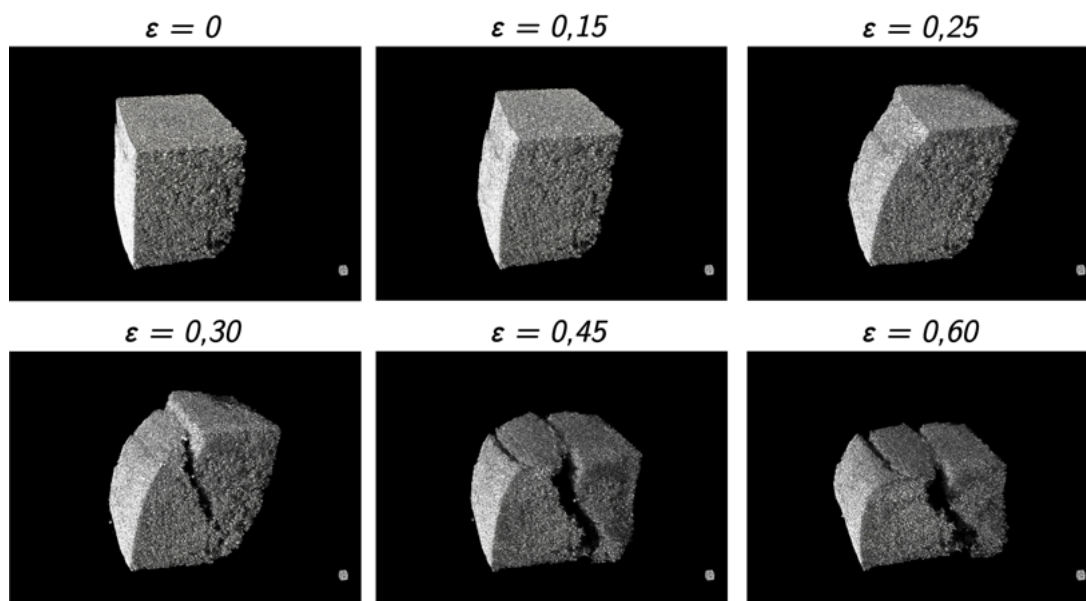
A görbe a habok tipikus viselkedését mutatja, vagyis három szakaszra osztható. Az első szakaszban keményedés figyelhető meg, nő a feszültség. Mindegyik mintánál található egy olyan deformáció, ahol a feszültség platózik, majd jelentős esés következik be. Ez a második szakasz, és a jelenség a tomográfiával kapott képek vizsgálatával válik megmagyarázhatóvá. Ahogy a 15. ábrán a legalacsonyabb kiindulási porozitású minta esetén látható, a leesés akkor történik, amikor a mintán negyvenöt fokban hasadás jelenik meg. A harmadik szakaszban a feszültség ismét emelkedni kezd a hab tömörödése miatt. A feszültség növekedésének üteme nagyobb a harmadik szakaszban, mint az elsőben.



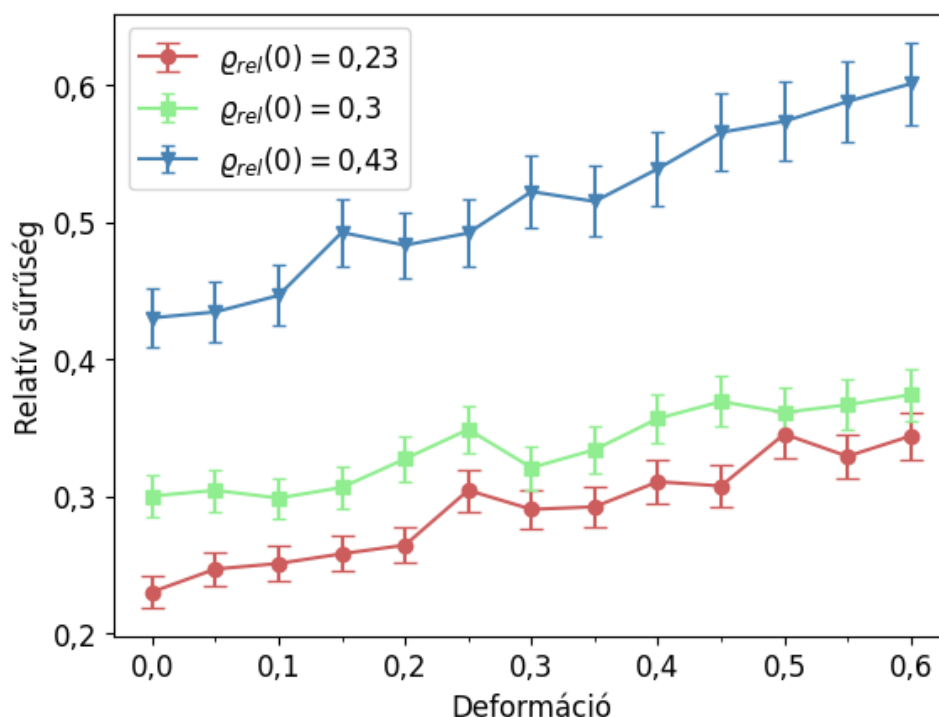
14. ábra. A mintákra kifejtett erő a mozgó befogópofa elmozdulásának függvényében. Az ε mérnöki deformáció a kiindulási mérethez (2 mm) viszonyított elmozdulás.

4.3. A tomográfiás mérésekből származó eredmények

A tomográfiás felvételek alapján a minták relatív sűrűsége és változó keresztmetszete meghatározásra került a deformáció függvényében. Hangsúlyozandó, hogy nagy kiterjedésű, repedésekből és hasadékokból álló „gigapórusok” térfogati és területi járuléka egyikbe sem lett beleszámolva. Az első nagy repedés megjelenéséig, azaz a feszültség leeséséig fogom megvizsgálni a relatív feszültség és a relatív sűrűség kapcsolatát. Ehhez szerettem volna minél realisabban kiszámolni a feszültséget. Ezért a tomográfiás felvételekből meghatároztuk a terhelésre merőleges keresztmetszetek átlagát minden egyes vizsgált deformációnál a feszültség leeséséig. Ez 0,2-0,25 maximális deformációt jelent. Ezután a névleges feszültséget az erő és a tomográfiából kapott átlagos keresztmetszet hányadosaként számoltam ki. A relatív sűrűség változása a 16. ábrán látható, az eredmények relatív bizonytalanságát 5%-ra becsültük. Mivel a megjelenő nagy repedések járuléka ki lett hagyva a pórustérfogat számolásából, az előzetes elvárás szerint a habok tömörödnek, azaz a relatív sűrűség folyamatosan nő a 16. ábrán.



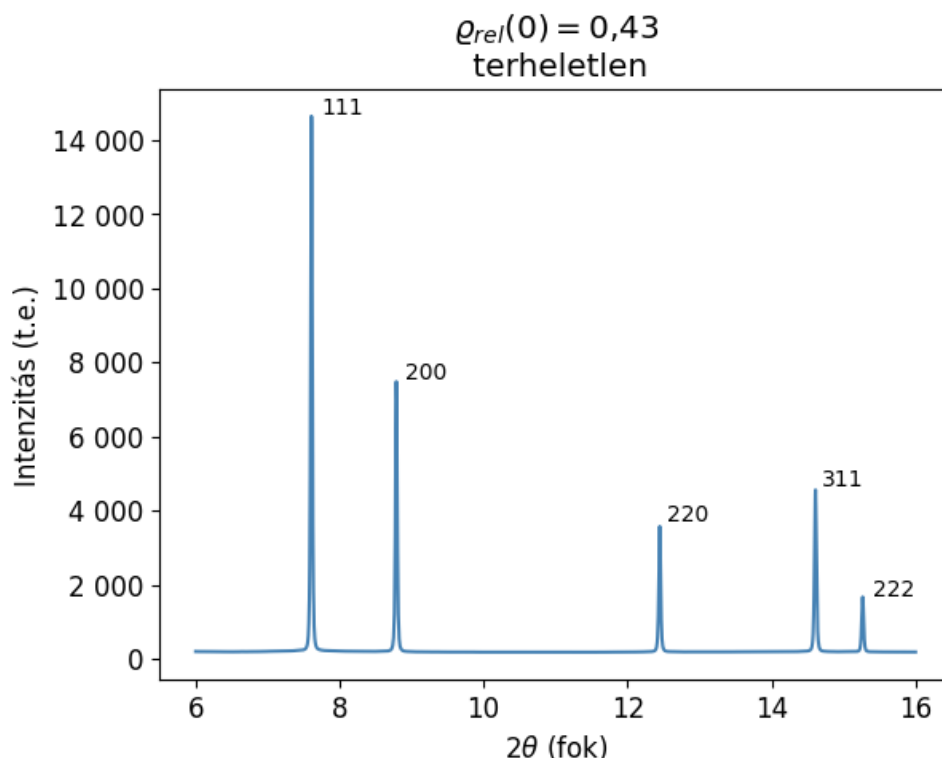
15. ábra. A kiinduláskor 43% relatív sűrűségű hab 3D tomográfiás felvétele különböző deformációknál. A minta deformálatlan mérete kb. $1\text{ mm} \times 1\text{ mm} \times 2\text{ mm}$ volt.



16. ábra. A három minta relatív sűrűségének változása a deformáció függvényében a tomográfiás eredmények alapján.

4.4. A vonalprofil-analízis eredményei

A minták kiindulási állapotának diffraktogramját (ld. 17. ábra) megtekintve beazonosíthatóvá válik az acélhab lapcentrált köbös (angolul „*Face-Centred Cubic*, FCC”) kristályszerkezete. Acélok esetében tércentrált köbös szerkezet is előfordulhatna, ennek azonban nem látható nyoma a diffraktogramokon. A csúcsokat elláttam a megfelelő indexekkel.



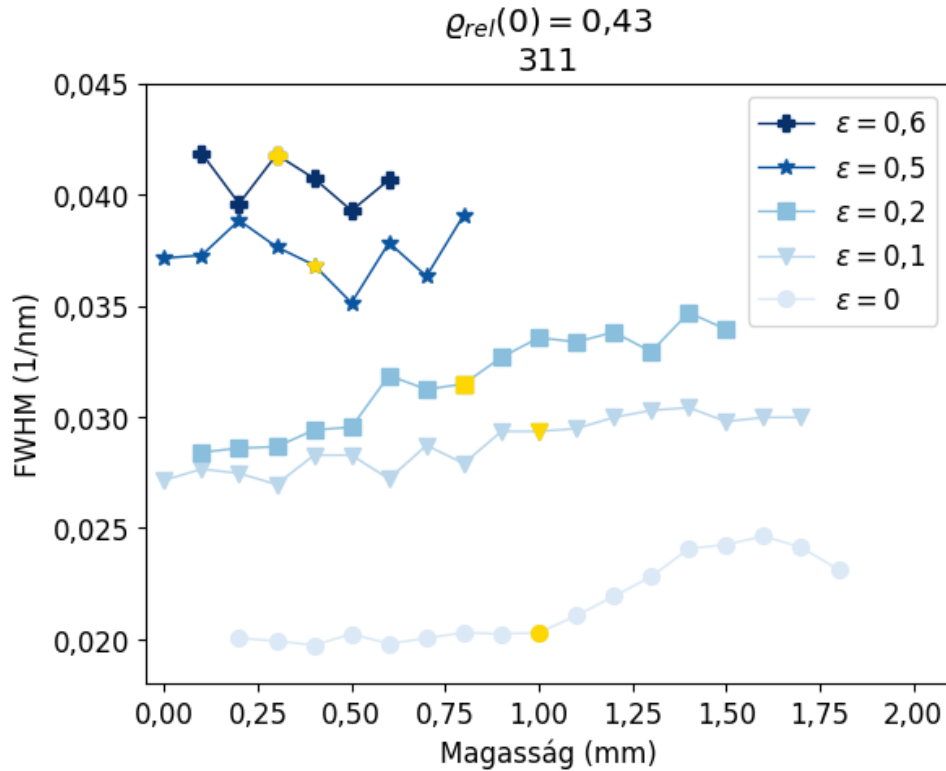
17. ábra. A legnagyobb relatív sűrűségű hab kiindulási diffraktogramja. Jól beazonosítható az öt darab FCC csúcs.

A deformáció hatását a csúcsok szélességére adott magasságnál vizsgáltuk minden mintára és terhelésre. Ehhez az egyes csúcsok félértékszélességét a minta aljától mért magasság függvényében meghatároztam, majd a szélső mérésekhez tartozó pontokat - ahol a befogófej valamilyen mértékben belelóg a nyalábba - elvetve kerestem meg a minta közepét, és a közvetlen közelében egy nem kiugróan viselkedő pont választottam. Ez az ábra látható a legnagyobb relatív sűrűségű minta 311 indexű csúcsára a 18. ábrán. Ezt a folyamatot minden mintára és terhelésre elvégezve mintánként egy kiértékelendő diffraktogramhoz jutottam.

A minta alján és tetején egy-egy pontot leszámítva a félértékszélesség nagyjából azonosnak mondható (*a 18. ábrán az y tengely nem nulláról indul!*). Az ábrából látható, hogy a kiválasztott középső ponthoz tartozó félértékszélességtől a többi pont FWHM értéke csak legfeljebb 10%-kal tér el, ami azt jelzi, hogy van értelme egy jellegzetes pontnál (jelenleg a mindenkorin minta közepén) vizsgálni a deformáció hatását a diffrakciós csúcsok szélességére illetve az abból meghatározható rácshibasűrűsége.

A kiválasztott diffraktogramokon Williamson-Hall módszerrel meghatároztam a félértékszélesség függését a $\mathbf{g}$ diffrakciós vektor g hosszától, melyeket a 13-14. egyenletekkel számoltam ki. A 19. ábrán a legnagyobb relatív sűrűségű kiindulási habra és különböző deformáció értékekig alakított állapotaira kapott Williamson-Hall ábrákat láthatjuk. Az ábrán az instrumentális szélesedésnek megfelelő FWHM értékeket is feltüntettem. Megállapítható, hogy a diffrakciós vektor hosszának növekedésével a csúcsok szélessége nő, ami rácshibák jelenlétére utal.

Konvolúciós teljes profil illesztés során az instrumentális korrekció elvégzéséhez minden csúcshoz a legközelebbi kalibrációs csúcsot használtam. Ezeket a Williamson-Hall ábra segítségével határoztam meg. Általánosan jól illeszkedett az elméleti profil a mért



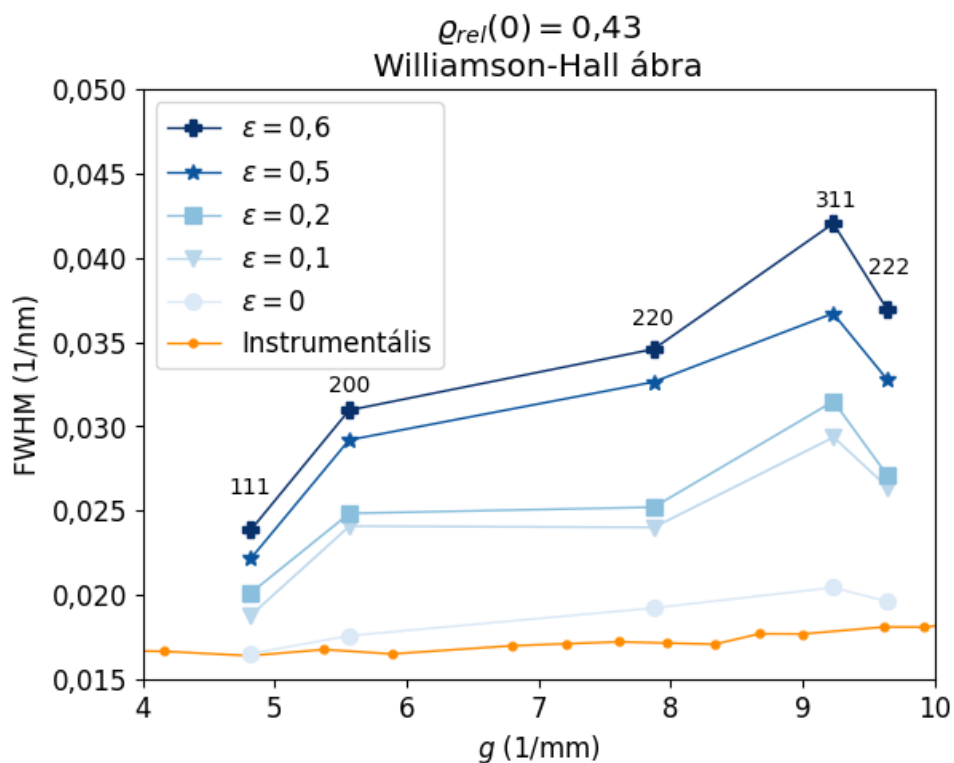
18. ábra. A 311 indexű diffrakciós csúcs félértékszélessége (FWHM) a minta hossz tengelye mentén mért pozíció függvényében a legnagyobb sűrűségű kiindulási minta esetén öt különböző deformáció értéknél. Különböző deformációk esetén arany színnel van jelölve az a pont, amelyet kiválasztottunk az aktuális minta közepén, hogy ott vonalprofil-analízist végezzünk.

adatokra. A 20. ábrán a mért adatok mellett az illesztett függvény és az egyes pontokban azok eltérése szerepel a teljes vizsgált szögtartományon, illetve egy csúcsra felnagyítva. A teljes szögtartomány ábráján a jobb áttekinthetőség kedvéért a mérési pontok közül csak minden harmadik pont került ábrázolásra.

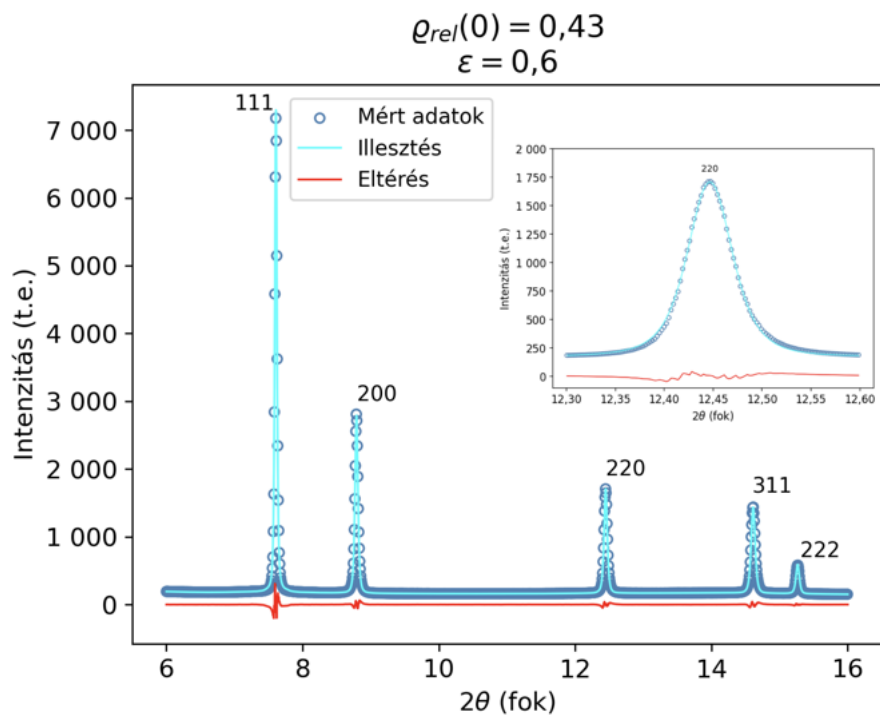
A CMWP illesztés paraméterei vizsgálhatók a deformáció függvényében. Egyik kiindulási mintánál sem volt kimutatható mennyiségű rétegződési hiba vagy ikerhatár. A deformáció növekedésével az ikerhatár-gyakoriság lassan növekedett és 60%-os deformációnál 0,2-0,4%-ot ért el, ami nem nagy érték.

A szemcseméret okozta csúcscsélesedés elhanyagolható volt, ami több mikrométeres vagy még annál is nagyobb szemcséket jelez, ez a SEM vizsgálatok eredményeivel egybevág. Ez nem változott a deformáció növekedésével. A szemcseméret hozzájárulása a falak anyagának keményedéséhez elhanyagolható, mivel a járuléka a Hall-Petch egyenlet alapján a szemcseméret gyökével fordítottan arányos.

A 22.a ábrán látható a diszlokációsűrűség változása a deformáció függvényében a három különböző kiindulási relatív sűrűségű habra, mely paraméter becsült relatív hibája 10%. A kiindulási mintákban a diszlokációsűrűség $(2-3) \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ a kezdeti porozitástól függetlenül, ami 60%-os deformáció után $(14-17) \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ értékre nő. A diszlokációsűrűség változását csak elhanyagolható mértékben befolyásolja a kezdeti porozitás. Érdeemes megjegyezni, hogy a nagy repedések keletkezésekor (deformáció: 0,2-0,25) a diszlokációsűrűség növekedése megtorpan, amit a külső terhelés csökkenése indokol (ld. 14. ábra).



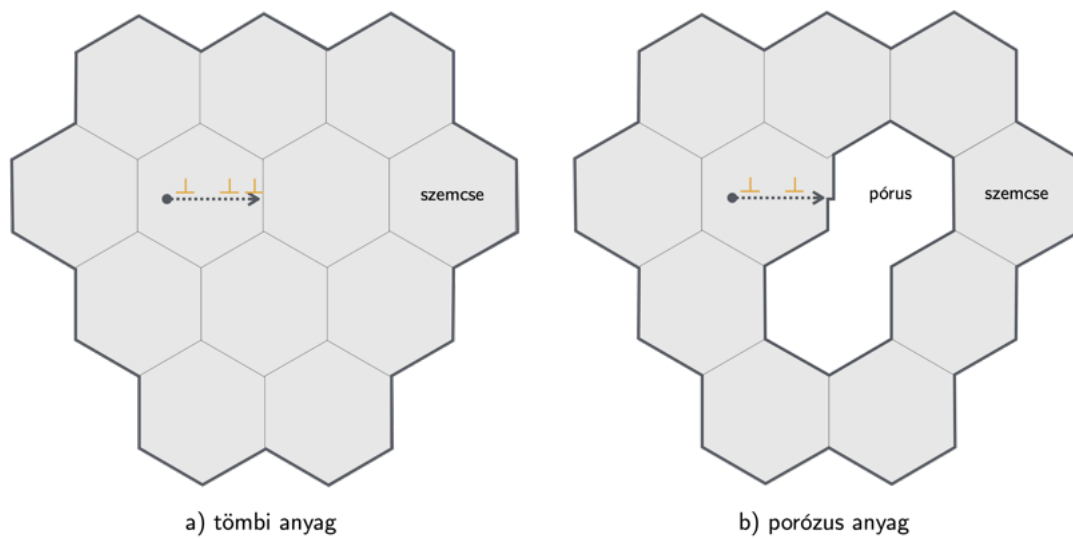
19. ábra. Példa a Williamson-Hall ábrázolásra, amely mutatja a csúcsok szélesedését a deformáció növekedésével. Az instrumentális félértékszélesség értékei narancssárgával láthatók.



20. ábra. A 0,6 deformációig összenyomott legnagyobb relatív sűrűségű mintán mért diffraktogram illesztése CMWP módszerrel.

Korábbi, tömbi 316L acélon végzett hasonló mérések azt mutatják, hogy azonos deformáció értékig (0,25) összenyomott tömbi mintában nagyobb diszlokációsűrűség alakult ki ($25 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$), mint a habban ($(6-9) \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$) [22]. Ennek okát a következő bekezdésben ismertetem.

A Frank-Read forrásban keletkező diszlokációk a csúszósíkban mozognak a szemcsehatár eléréséig, ahol feltorlódhatnak (ld. 21.a ábra). Feszültségterük a szomszédos szemcsében esetleg kelthet további diszlokációkat, de ez az effektus nem csökkenti a számukat. Ugyanakkor szabad felülettel találkozva annihilálódnak, egy atomnyi lépcsőt létrehozva a határon. Habokban, a pórusok miatt a levegővel érintkező szemcsék aránya sokkal nagyobb, mint tömbi anyagokban, ahol a szabad felület szinte elhanyagolható. Ezért lehetséges, hogy a diszlokációk keletkezése megegyezik a két morfológiájú anyagban, viszont könnyebben annihilálódnak a habokban (vö. 21.a és b.). Ennek következtében ugyanakkora mérnöki deformáció esetén a habban kisebb a diszlokációsűrűség.

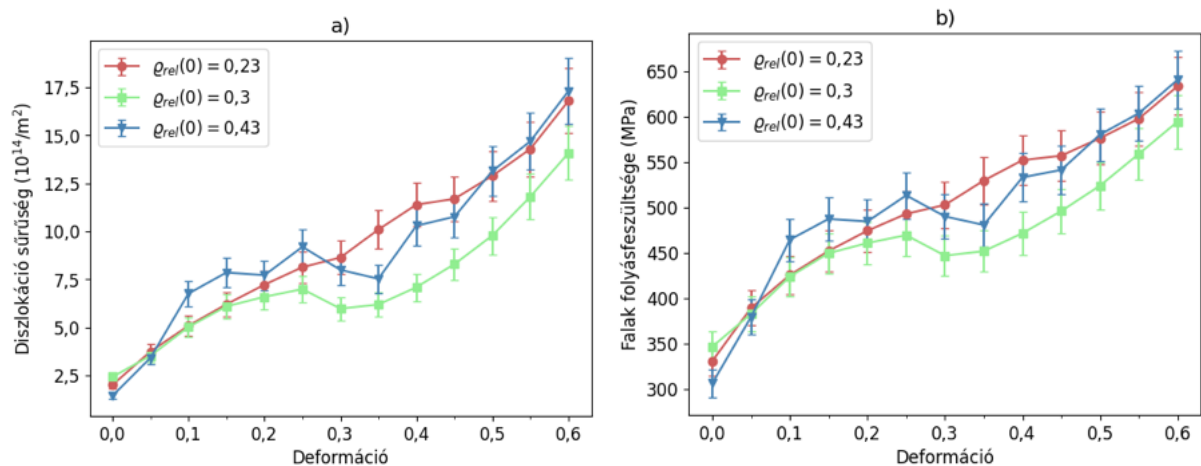


21. ábra. Diszlokációk feltorlódása szemcsehatáron és megszűnése szabad felülettel találkozáskor tömbi (a) illetve celluláris (b) anyagokban.

A diszlokációk okozta keményedést a hab falában a Taylor formulával szokták leírni [23]:

$$\sigma_{fal} = \sigma_0 + cbG\sqrt{\rho_d} \quad (15)$$

ahol σ_{fal} a fal folyásfeszültsége, σ_0 a diszlokációk csúsztatásához szükséges küszöbfeszültség, ha azok mozgását más diszlokációk nem akadályozzák. b a diszlokáció Burgersvektorának hosszát, G a nyírási moduluszt, ρ_d a diszlokációsűrűséget jelenti (c konstans). Az egyenletben a paraméterek használt értéke: $c = 0,6$, $b = 0,2546 \text{ nm}$, $G = 74 \text{ GPa}$ [23], $\sigma_0 = 170 \text{ MPa}$ [24]. A 22.b ábra mutatja a Taylor formulával kapott folyásfeszültség változást a falakban a deformáció függvényében. A folyásfeszültség bizonytalanságát 5%-ként tüntettem fel, hibaterjedés alapján a Taylor formulából, a diszlokációsűrűségen kívül az egyenletben szereplő paraméterek értékeinek bizonytalanságát elhanyagoltam. Jelentős különbséget nem lehet észrevenni a különböző kiindulási porozitású minták között. Mind-egyiknél hasonlóan változott a falakban a diszlokációk okozta átlagos folyásfeszültség. Nevezetesen a kiindulási kb. 300 MPa-os értékről 60%-os deformációnál kb. 600 MPa-ra növekedett.



22. ábra. A diszlokáció sűrűség változása a deformáció függvényében (a) és a Taylor-reláció segítségével számolt folyásfeszültség a falakban szintén a deformáció függvényében (b).

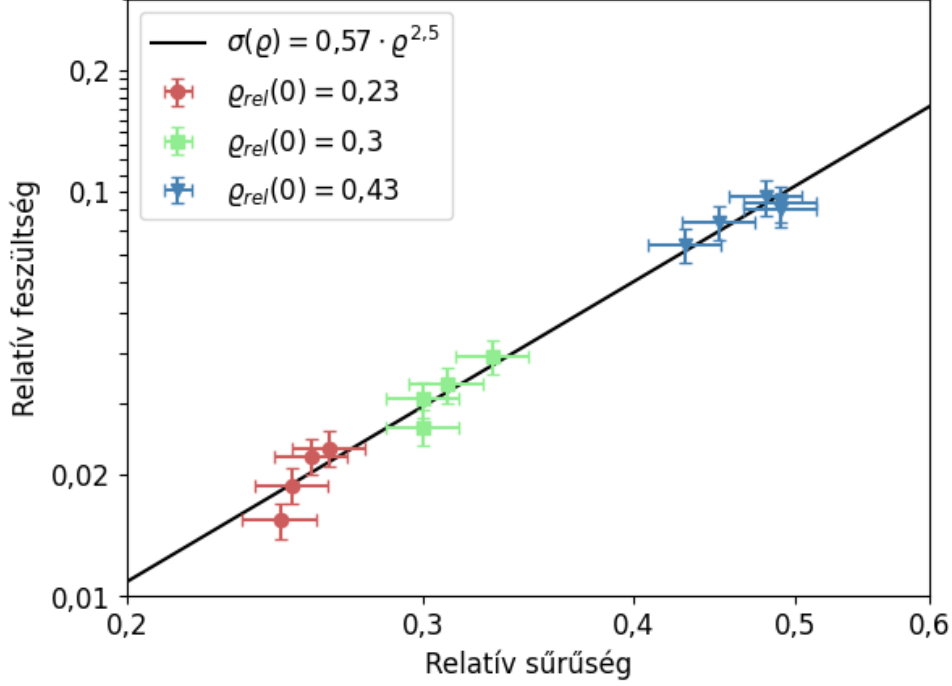
4.5. Relatív feszültség és relatív sűrűség kapcsolatának vizsgálata

Fémhabmodellek a relatív feszültséget a relatív sűrűség függvényében hatványfüggvénnyel írják le. A relatív feszültség a deformáció során mért névleges folyásfeszültségnek (ld. 4.3. szakasz), és a falakban lévő acél 15. egyenlet alapján számolt feszültségének hányadosa.

A két mennyiség közötti kapcsolat analízisét a vizsgált habok esetében elvégeztem addig az állapotig, amíg a feszültség elérte a maximumát, azaz amíg nagy repedések nem keletkeztek (kb. 20-25%-os deformáció értékig). A kiindulási állapotra ugyan meghatároztuk a relatív sűrűséget és a diszlokációsűrűséget, de a plasztikus deformáció kezdetéhez tartozó feszültség értéke nagyon bizonytalan, ezért ez az állapot nem szerepel a 23. ábra pontjai között. Tehát csak az 5%-os deformációtól kezdődően, és mintától függően 20%-25% deformációig terjedő alakítási tartományban kapott adatokat értékeltük ki. Az adatpontok logaritmusára a egyenest illesztettem. Az eredeti adatokra illő 6. egyenlet szerinti hatványfüggvény paramétereit az illesztett paraméterekből meghatároztam. Eredményként a következő kapcsolatot kaptam a relatív feszültség és relatív sűrűség között (a paraméterek bizonytalanságát a kovariancia mátrix diagonális elemeinek négyzetgyökével becsültem):

$$\sigma_{rel}(\varrho_{rel}) = (0,57 \pm 0,04) \cdot \varrho_{rel}^{2,5 \pm 0,1}. \quad (16)$$

Az illesztett függvény kitevője a modellek által jóslott értékektől hibahatáron túl különbözik (vö. 23. ábra és 1. táblázat). Ennek lehetséges magyarázata, hogy a fémhab modellekben a cellákat állandó keresztmetszetű rudak kötik össze, az elektronmikroszkópos felvételek tanúsága szerint a freeze-castinggal készült minták gömbölyded szemcséi rövid nyakakkal kapcsolódnak egymáshoz, ahogy a 11. és 12. ábrákon kivehető.



23. ábra. A relatív feszültség függése a relatív sűrűségtől a három habra a maximális terhelés eléréséig. Az adatok mindkét tengelyen logaritmus skálán vannak ábrázolva. A fekete színű egyenes a pontokra illesztett egyenest mutatja.

4.6. A hab keményedését okozó folyamatok analízise

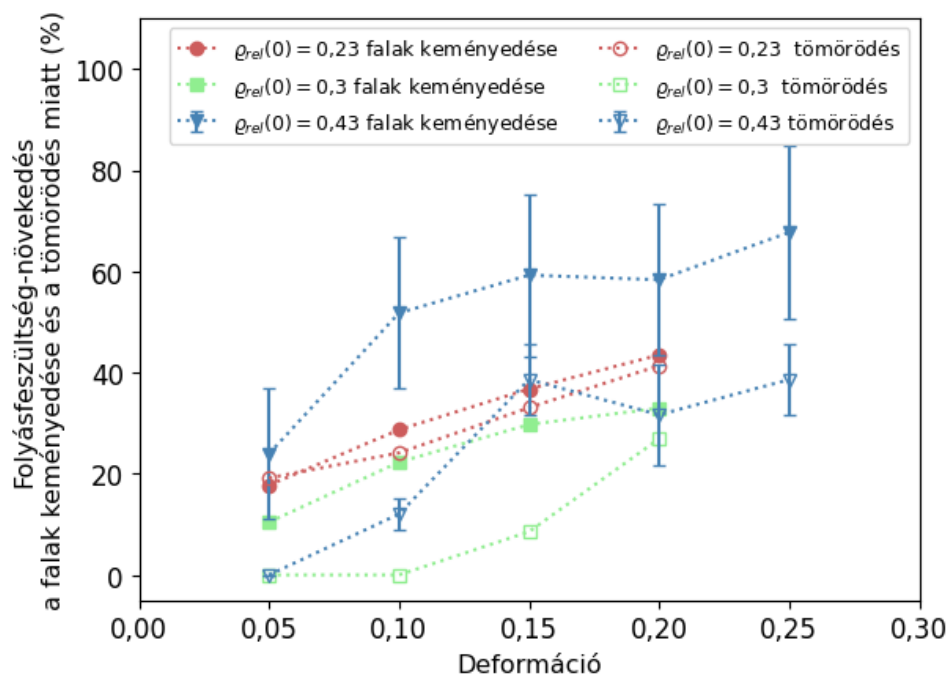
A habok szilárdsága a deformáció során növekszik, mielőtt a cellák összeroppannak. Ez a keményedés a tömörödés és a falkeményedés következtében valósul meg. A tömörödés a porozitás csökkenéséből származik, míg a falak keményedése a diszlokációsűrűség változásának következménye.

A 16. egyenlet alapján a relatív feszültség - ami a hab σ_{hab} folyásfeszültségének és a falakat alkotó anyag σ_{fal} folyásfeszültségének hányadosa - a deformáció függvényében a relatív sűrűség hatványfüggvényeként írható fel. Az egyenlet mindkét oldalát elosztva a deformálatlan ($\varepsilon = 0$) állapotra felírt egyenlettel, majd behelyettesítve a σ_{fal} 15. egyenlet alapján felírt alakját arra jutunk, hogy a σ_{hab} relatív megváltozása két tag szorzata, az egyik csak a diszlokációsűrűség megváltozásán (ρ_d) keresztül, a másik csak a relatív sűrűség változásán (ρ_{rel}) keresztül függ a deformáció mértékétől.

$$\begin{aligned}
 \sigma_{hab}(\varepsilon) &= \sigma_{fal}(\varepsilon) \cdot 0,57 \cdot (\rho_{rel}(\varepsilon))^{2,5} & / : \sigma_{hab}(0) \\
 \frac{\sigma_{hab}(\varepsilon)}{\sigma_{hab}(0)} &= \frac{\sigma_{fal}(\varepsilon) \cdot 0,57 \cdot (\rho_{rel}(\varepsilon))^{2,5}}{\sigma_{fal}(0) \cdot 0,57 \cdot (\rho_{rel}(0))^{2,5}} & \implies \\
 \frac{\sigma_{hab}(\varepsilon)}{\sigma_{hab}(0)} &= \frac{\sigma_{fal}(\varepsilon)}{\sigma_{fal}(0)} \cdot \left(\frac{\rho_{rel}(\varepsilon)}{\rho_{rel}(0)} \right)^{2,5} & \stackrel{(15)}{\implies} \\
 \frac{\sigma_{hab}(\varepsilon)}{\sigma_{hab}(0)} &= \frac{\sigma_0 + cbG\sqrt{\rho_d(\varepsilon)}}{\sigma_0 + cbG\sqrt{\rho_d(0)}} \cdot \left(\frac{\rho_{rel}(\varepsilon)}{\rho_{rel}(0)} \right)^{2,5} & (17)
 \end{aligned}$$

Az egyenlet jobb oldalának első tagjában a diszlokációsűrűség szerepel, így az a falak keményedését írja le, a második, relatív sűrűséget tartalmazó tag pedig a tömörödést.

Érdemes megvizsgálni a két hatás egymáshoz képesti viszonyát, vagyis, hogy melyik milyen mértékben járul hozzá a folyásfeszültség növekedéséhez a deformáció függvényében. Külön-külön meghatároztam a hatások járulékát a deformáció függvényében, és megváltozásukat százalékban kifejezve ábrázoltam a 24. ábrán. A tényezőkhöz bizonytalanságot is társítottam hibaterjedés alapján a fenti 17. egyenletből, azonban ha ezt minden pont-ra feltüntettem volna, nem lett volna jól áttekinthető az ábra, ezért csak a legnagyobb kezdeti relatív sűrűségű hab adatpontjaira tettem hibásávokat.



24. ábra. A falak keményedésének és a porozitás csökkenésének hatása a habok folyásfeszültségére a deformáció függvényében.

A 24. ábrán jól látható, hogy a falak keményedéséből, tehát a diszlokációkból származó tag hatása minden mintára hasonló, vagy nagyobb, mint a tömörödésből származó faktoré. Ha a többi hab adatpontjaihoz is hasonló mértékű bizonytalanságot képzelünk, nincs jelentős különbség a különböző kiindulási relatív sűrűségű habok között.

5. Összefoglalás

Kutatásaim során arra kerestem a választ, hogy 316L rozsdamentes acélhaboknál összenyomás során milyen arányban vesz részt a tömörödés és a falak diszlokációk általi felkeményedése a hab folyásfeszültségének növekedésében. A vizsgálatokat szinkrotron röntgensugárzás felhasználásával tomográfia és diffrakciós vonalprofil analízis kombinálásával három különböző kiindulási porozitású habon végeztem el. Az áttekintett irodalom alapján - legjobb tudásom szerint - fémhabok deformációját ilyen komplex módon még nem vizsgálták. Ráadásul a kutatást egy felhasználás szempontjából is fontos anyagon végeztük el. Az alábbi következtetésekre jutottam:

- A három különböző porozitású 316L acélhab feszültség-deformáció görbéje hasonló jelleget mutatott. Az első szakaszban az anyag keményedett 0,2-0,25 deformáció értékig. Ezután a feszültség 40-60 százaléka esett le repedések keletkezése miatt (2. szakasz). $\varepsilon = 0,3$ deformáció értéktől kezdve a feszültség ismét növekedni kezdett, és ebben a 3. szakaszban az anyag gyorsabban keményedett, mint az első szakaszban a hab tömörödése miatt.
- A kiindulási porozitástól függetlenül a diszlokációsűrűség változása a deformáció függvényében hasonló volt. A kiindulási $(2 - 3) \cdot 10^{14} \text{ 1/m}^2$ értékről $(14 - 17) \cdot 10^{14} \text{ 1/m}^2$ értékre növekedett a 0,6 deformációig alakított mintákban. Ebből arra következtethetünk, hogy a három különböző relatív sűrűségű habban a falak keményedése hasonló volt az összenyomás során, és a folyásfeszültségek közötti különbséget elsősorban az eltérő porozitás okozta.
- Az első alakítási szakasz végén (kb. 25%-os deformáció) a diszlokáció sűrűség $(6 - 9) \cdot 10^{14} \text{ 1/m}^2$, ami jóval kisebb, mint amit tömbi 316L acélban mértek hasonló mértékű összenyomás esetén ($25 \cdot 10^{14} \text{ 1/m}^2$). Feltételezhetően ennek oka a habok nagy belső szabad felülete, ami diszlokációnyelőként szolgál.
- A relatív feszültség - relatív sűrűség kapcsolat a $\sigma_{rel}(\varrho_{rel}) = 0,57 \cdot \varrho_{rel}^{2,5}$ függvénnyel írható le, amely eltér a szokásosan használt modellek által adott formuláktól. Ennek oka valószínűleg az, hogy a modellekben egyenletes keresztmetszetű lécek alkotják a hab szilárd anyagát, míg a jelenleg vizsgált haboknál a falak gömbszerű részecskékből állnak.
- Jelen vizsgálatok kimutatták, hogy összenyomás során a diszlokációsűrűség növekedése miatti falkeményedés hasonló vagy nagyobb mértékben szilárdítja a 316L acélhabokat, mint a porozitás csökkenése.

6. Köszönetnyilvánítás

Elsősorban témavezetőmnek, Gubicza Jenő tanár úrnak tartozok köszönettel a sok segítségért és mentorálásért, amit nyújtott. A mintaelőállításért és az elektronmikroszkópos mérésekért Chaehee Hant és Heeman Choe-t (Kookmin Egyetem, Szöul, Koreai Köztársaság) illeti köszönet. A szinkrotronos mérések koordinálásáért és elvégzéséért köszönettel tartozok Hegedűs Zoltánnak (DESY, Hamburg, Németország) valamint Nagy Péternek (ELTE), aki a diffrakciós mérések kiértékelésében is sok segítséget nyújtott. Köszönöm Indrajeet Tambe és Johan Hektor (Malmöi Egyetem, Svédország) munkáját a tomográfiai adatok kiértékeléséért.

A. Saját Eredmények

A jelen kutatás egy nemzetközi együttműködés keretében valósult meg koreai, svéd, német és magyar hozzájárulással. A kutatócsoport többi tagjának eredményeinek összefoglalása, rendszerbe szedése, és az irodalom feldolgozása mellett az alábbi kiértékelési módszereket alkalmaztam saját magam:

- Egyik fő hozzájárulásom a kutatáshoz a vonalprofilok kiértékelése volt, az eredmények részletesen a 4.4. szakaszban olvashatók. A csúcsok félértékszélességét meghatároztam a pozíció függvényében. Az eredmények lehetővé tették, hogy kiválasszak egy reprezentatív magasságot.
- E kiválasztott diffraktogramok Williamson-Hall ábráit is én készítettem el. Megállapítottam, hogy a csúcsok szélesedését a szemcseméret hatás mellett a kristályhibák is okozzák, így tudhatóvá vált, hogy a kristályban előfordulnak diszlokációk, számottevő mértékben.
- Konvolúciós teljes profil illesztés módszerével szert tettem a mikroszerkezeti paraméterekre, mint a szemcseméret-eloszlás, az ikerhatárok valószínűsége, és legfőképp a diszlokációsűrűség a deformáció függvényében. Ebből a falak folyásfeszültségét számoltam ki a 15. egyenlettel, a Taylor-formulával (22.a-b ábrák).
- A svéd partnereinktől kapott tomográfiás eredmények alapján meghatároztam a minták átlagos keresztmetszetét a deformáció függvényében. Az erő és a keresztmetszet hányadosaként névleges feszültséget számoltam, melyet a relatív sűrűség függvényében vizsgáltam a 4.5. szakaszban. Az irodalmi részben ismertetett fém-habmodellek jóslatának megfelelően hatványfüggvény kapcsolatot feltételeztem az összenyomási szakaszban, ez a 23. ábra alapján bizonyossá vált.
- A kutatás újszerűsége, hogy vizsgáltuk a falak folyásfeszültség-változás és a névleges feszültségváltozás a habok keményedésére gyakorolt hatását. Az előbbi, diszlokációkból eredő hatás, és az utóbbi (ami a tömörödés járuléka) tényezők összehasonlítását én végeztem és elemeztem a 4.6. szakaszban. Ez az eredmény alkalmazások szempontjából nagy jelentőséggel bírhat.

Hivatkozások

- [1] W. Csilla, „Fémhabok Szerkezeti és Mechanikai vizsgálata”, dissz., ELTE TTK Anyagfizikai tanszék, 2006.
- [2] C. David C., „Aluminium Foam Production using Calcium Carbonate as a Foaming Agent”, dissz., St. John’s College, 2003. cím: <https://davecurran.blogspot.com/2021/01/metalf foam.html#more>.
- [3] S. Kristen L. és D. David C., „Freeze casting – A review of processing, micro-structure and properties via the open data repository, FreezeCasting.net”, *Progress in Materials Science*, 94. évf., 243–305. old., 2018, ISSN: 0079-6425. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2018.01.001>.
- [4] M. M. Porter, J. Mckittrick és M. A. Meyers, „Biomimetic Materials by Freeze Casting”, *JOM*, 65. évf., 6. sz., 720–727. old., 2013. DOI: 10.1007/s11837-013-0606-3. cím: <https://doi.org/10.1007/s11837-013-0606-3>.
- [5] A. M.F., „The properties of foams and lattices”, *Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 364. évf., 15–30. old., 2005. nov. DOI: <https://doi.org/10.1098/rsta.2005.1678>.
- [6] Z. J. és A. M.F., „The out-of-plane properties of honeycombs”, *International Journal of Mechanical Sciences*, 34. évf., 6. sz., 475–489. old., 1992, ISSN: 0020-7403. DOI: [https://doi.org/10.1016/0020-7403\(92\)90013-7](https://doi.org/10.1016/0020-7403(92)90013-7). cím: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0020740392900137>.
- [7] J. Péter és tsai., „Mechanical behavior of freeze-cast Ti foams with varied porosity [Különböző porozitású freeze-castinggal készült titán habok mechanikai tulajdonságai]”, *Materials Science and Engineering: A*, 855. évf., 143911. old., 2022, ISSN: 0921-5093. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.143911>.
- [8] N. Rosip, S. Ahmad, K. Jamaludin és F. Mat noor, „Production of 316L Stainless Steel (SS316L) Foam via Slurry Method”, *JOURNAL OF MECHANICAL ENGINEERING AND SCIENCES*, 5. évf., 707–712. old., 2013. dec. DOI: 10.15282/jmes.5.2013.17.0068.
- [9] J. Hemant, M. D.P., G. Gaurav, K. Rajeev és S. Shiv, „Synthesis and characterization of 316L stainless steel foam made through two different removal process of space holder method”, *Manufacturing Letters*, 26. évf., 33–36. old., 2020, ISSN: 2213-8463. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.mfglet.2020.09.005>.
- [10] A. C. Kaya, „In situ shear behavior of open-cell austenitic 316L steel foams”, *Materials Chemistry and Physics*, 252. évf., 123303. old., 2020, ISSN: 0254-0584. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2020.123303>. cím: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0254058420306738>.
- [11] H. Zoltán és tsai., „Imaging modalities at the Swedish Materials Science beamline at PETRA III”, *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 580. évf., 1. sz., 12032. old., 2019. DOI: 10.1088/1757-899X/580/1/012032. cím: <https://dx.doi.org/10.1088/1757-899X/580/1/012032>.
- [12] G. Doga, D. C. Francesco, X. Xiao és J. Chris, „TomoPy: a framework for the analysis of synchrotron tomographic data”, en, *J Synchrotron Radiat*, 21. évf., Pt 5. sz., 1188–1193. old., 2014. aug.

- [13] D. Betsy A. és tsai., „Developments in synchrotron x-ray computed microtomography at the National Synchrotron Light Source”, *Developments in X-Ray Tomography II*, U. Bonse, szerk., International Society for Optics és Photonics, 3772. köt., SPIE, 1999, 224–236. old. DOI: 10.1117/12.363725. cím: <https://doi.org/10.1117/12.363725>.
- [14] B. Stuart és tsai., „ilastik: interactive machine learning for (bio)image analysis”, *Nature Methods*, 16. évf., 12. sz., 1226–1232. old., 2019, ISSN: 1548-7105. DOI: 10.1038/s41592-019-0582-9. cím: <https://doi.org/10.1038/s41592-019-0582-9>.
- [15] G. Jenő és Z. Lehel, *Röntgendiffrakció*, laborjegyzet, 2005. cím: <https://gubicza.web.elte.hu/szilfizjegyzet/rontgendiffrakcio.pdf>.
- [16] G. Jenő, *Röntgen vonalprofil analízis*, laborjegyzet, 2005. cím: https://gubicza.web.elte.hu/rontgen_vonalprofil_analizis.pdf.
- [17] G. Jenő, M. Kamilla és K. Megumi, „Nanostructuring of Additively Manufactured 316L Stainless Steel Using High-Pressure Torsion Technique: An X-ray Line Profile Analysis Study”, *Materials*, 17. évf., 2. sz., 2024, ISSN: 1996-1944. DOI: 10.3390/ma17020454. cím: <https://www.mdpi.com/1996-1944/17/2/454>.
- [18] J. Kieffer, V. Valls, N. Blanc és C. Hennig, „New tools for calibrating diffraction setups”, *Journal of Synchrotron Radiation*, 27. évf., 2. sz., 558–566. old., 2020. DOI: 10.1107/S1600577520000776. cím: <https://doi.org/10.1107/S1600577520000776>.
- [19] R. Gábor és U. Tamás, *Convolutional Multiple Whole Profile fitting Main Page*, 1998-2009. cím: <http://csendes.elte.hu/cmwp/>.
- [20] R. Gábor, U. Tamás és G. Jenő, „MWP-fit: A Program for Multiple Whole-Profile Fitting of Diffraction Peak Profiles by ab Initio Theoretical Functions”, *J. Appl. Cryst.*, 34. évf., 669–676. old., 2001. okt. DOI: 10.1107/S0021889801011451.
- [21] R. Gábor, G. Jenő és U. Tamás, „Correlation between strength and microstructure of ball-milled Al–Mg alloys determined by X-ray diffraction”, *Materials Science and Engineering: A*, 387-389. évf., 343–347. old., 2004, 13th International Conference on the Strength of Materials, ISSN: 0921-5093. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.01.089>. cím: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509304005283>.
- [22] M. El-Tahawy és tsai., „Different Evolutions of the Microstructure, Texture, and Mechanical Performance During Tension and Compression of 316L Stainless Steel”, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 51. évf., 7. sz., 3447–3460. old., 2020, ISSN: 1543-1940. DOI: 10.1007/s11661-020-05782-5. cím: <https://doi.org/10.1007/s11661-020-05782-5>.
- [23] L. Dinesh, R. Damodaram, K. Sivaprasad és K. Prashanth, „Microstructural and mechanical behaviour of friction welded SS316L components fabricated by selective laser melting”, *Materials Today Communications*, 37. évf., 107430. old., 2023, ISSN: 2352-4928. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2023.107430>. cím: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2352492823021219>.
- [24] *United Performance Metals*. cím: <https://www.upmet.com/products/stainless-steel/3163161>.