



Neumann János Egyetem
GAMF Műszaki és Informatikai Kar
Innovatív Járművek és Anyagok Tanszék

Ragasztott kötések vizsgálata a mikro-topográfia és a felületi energia irányított módosításával

Tudományos Diákköri Konferencia Dolgozat

Szerző:

Körömi Benjámin Márk

Témavezető(k):

Dr. Berczeli Miklós

(Adjunktus)

Dr. Weltsch Zoltán

(Zalaegerszegi Innovációs Park - központvezető)

Jelen TDK dolgozat és az elkészítéséhez szükséges kutatás
a 2024-2.1.1-EKÖP-2024-00008 pályázati azonosítószámú projekt
keretében készült.

Kecskemét

2024

TARTALOMJEGYZÉK

1. BEVEZETÉS	4
2. IRODALOMKUTATÁS	5
2.1. RAGASZTOTT KÖTÉSEK ADHÉZIÓJÁT BEFOLYÁSOLÓ TÉNYEZŐK	5
2.1.1. Bevezetés az adhéziós elméletekbe	5
2.1.2. Mechanikai kapcsolódás elmélete	6
2.1.3. Elektrosztatikus (kontaktustöltési) elmélet	7
2.1.4. Diffúziós elmélet	7
2.1.5. Kémiai kötés elmélete	8
2.1.6. Nedvesítés elmélet.....	9
2.1.7. Gyenge határréteg elmélete.....	10
2.2. NEDVESÍTÉSELMÉLETEK ÁTTEKINTÉSE.....	10
2.3. A RELATÍV FELÜLET ARÁNYÁNAK MÉRÉSI METODIKÁJA	13
2.4. A LÉZERSUGARAS SZUBLIMÁCIÓS TECHNOLÓGIÁK ALAPJAI.....	14
2.5. FELÜLET STRUKTURÁLÁS HATÁSÁNAK VIZSGÁLATAI A NEMZETKÖZI CIKKEKBEN	16
3. A KUTATÁSOM CÉLKITŰZÉSEI	19
4. FELHASZNÁLT ANYAGOK ÉS ALKALMAZOTT ESZKÖZÖK, MÓDSZEREK.	20
4.1. A KUTATÁSHOZ HASZNÁLT NÖVELTSZILÁRDSÁGÚ ACÉL	20
4.2. A KUTATÁSHOZ HASZNÁLT RAGASZTÓANYAG.....	20
4.3. ULTRARÖVID IMPULZUSOS FEMTOSZEKUNDUMOS LÉZERRENDSZER	21
4.4. KIALAKÍTOTT FELÜLETI MIKRO-STRUKTÚRÁK.....	22
4.4.1. 100%-os Sdr értékkel rendelkező felületi mikro-struktúrák	23
4.4.2. 75%-os Sdr értékkel rendelkező felületi mikro-struktúrák	23
4.4.3. 50%-os Sdr értékkel rendelkező felületi mikro-struktúrák	24
4.4.4. 25%-os Sdr értékkel rendelkező felületi mikro-struktúrák	24
4.4.5. 6%-os Sdr értékkel rendelkező kontroll felület	25
4.4.6. Ultrahangos felülettisztító eljárás	25
4.4.7. Nyugvócsepp módszeres peremszög mérési rendszer.....	26
4.4.8. Olympus' LEXT 5000 konfokális lézer pásztázó mikroszkóp	27
4.4.9. INSTRON 5900R 4482 univerzális mechanikai anyagvizsgáló gép	27
4.4.10. ISO 4587 Nyírósilárdsági vizsgálatokra, próbatestekre vonatkozó szabvány	28
5. EREDMÉNYEK KIÉRTÉKELÉSE	29
5.1. RAGASZTOTT KÖTÉSEK NYÍRÓSZILÁRDSÁGA A KÜLÖNBÖZŐ IRÁNYÍTOTT MIKRO-STRUKTÚRÁK FÜGGVÉNYÉBEN.....	29
5.2. NYÍRÓSZILÁRDSÁGI EREDMÉNYEK MEGVÁLTOZÁSA A NÉVLEGES RAGASZTOTT TERÜLET ÉRTÉKÉNEK HATÁSÁRA.....	30
5.3. NYÍRÓSZILÁRDSÁGI EREDMÉNYEK MEGVÁLTOZÁSA A VALÓS RAGASZTOTT TERÜLET ÉRTÉKÉNEK HATÁSÁRA.....	32

5.4.	STRUKTÚRÁLT FELÜLETEK MAKRO SZINTŰ NEDVESÍTŐKÉPESSÉGE.....	33
5.4.1.	<i>Kontroll felületek esetében</i>	34
5.4.2.	<i>„A” típusú mikro-struktúrák esetében.....</i>	34
5.4.3.	<i>„B” típusú mikro-struktúrák esetében.....</i>	35
5.4.4.	<i>„C” típusú mikro-struktúrák esetében</i>	36
5.5.	A STRUKTÚRÁLÁSI FOLYAMATOKAT KÖVETŐ ULTRAHANGOS TISZTÍTÁS HATÁSA A FELÜLETEK NEDVESÍTHETŐSÉGRE	37
5.6.	A KUTATÁSI EREDMÉNYEIM MÖGÖTT ÁLLÓ LEHETSÉGES TUDOMÁNYOS MAGYARÁZATOK MEGVITATÁSA.....	38
5.7.	STRUKTÚRÁK MIKRO-NEDVESÍTÉSI VIZSGÁLATÁNAK KIFEJLESZTÉSE	39
5.7.1.	<i>Mikro-nedvesítés a nemzetközi irodalomban</i>	40
5.7.2.	<i>Kutatótevékenységemhez kapcsolódó mikroszintű nedvesítésmérés kifejlesztése</i>	42
6.	EREDMÉNYEK ÖSSZEHASONLÍTÁSA AZ IRODALOMMAL.....	44
7.	ÖSSZEFOGLALÁS.....	45
8.	KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS	46
9.	IRODALOMJEGYZÉK.....	47

1. BEVEZETÉS

Az adhéziós és ragasztástechnológiai eljárások az elmúlt évtizedekben jelentős fejlődésen mentek keresztül, melynek eredményeként ma már meghatározó szerepet töltenek be a kötéstechológiák terén. Az ezen a szakterületen tevékenykedő mérnökök és kutatók olyan anyagpárosítások megtervezésén és kifejlesztésén dolgoznak, melyek esetében különböző anyagok felhasználásával hozható létre a kötés. A hibrid anyagpárosítások ragasztástechnológiája és fejlesztése a következő 5-10 évben kiemelt figyelmet fog kapni, különös tekintettel a csavarozás, szegecselés, hegesztés és más kötési eljárásokhoz képest.

Az adhéziós kötések, mint kötéstechológiai eljárások nagymértékben függenek a ragasztó- és a kötőanyag kémiai összetételétől. Továbbá fontos megemlíteni, hogy egy adhéziós kötés milyenségét és minőségét a legnagyobb mértékben a felületi adhézió, a felületi tapadás jelensége befolyásolja. Anyagtudományi szempontból vizsgálva a felületi adhéziót, a felületi nedvesítés és a felületi energia nagysága jellemzi. Emellett a kötés kialakulásában kiemelkedő szerepet játszanak a mikro-topográfiák és egyéb geometriai jellemzők [1].

Ha nem megfelelően optimalizáljuk a különböző fémek, polimerek, kerámiák vagy kompozitok felületét, a ragasztóanyag egyszerűen csak leválik a felületről, akár merev-, szerkezeti- vagy tömítő ragasztásról legyen szó. Ebben az esetben a ragasztóanyag nem képes megfelelően kitölteni a ragasztandó területet vagy struktúrákat, és nem jön létre megfelelő erőátviteli kapcsolat a felület és a ragasztó között, amely gyenge kötést vagy hibás adhéziót eredményez [1].

Kutatásom során az említett jelenségeket szeretném vizsgálni különböző járműipari alapanyagokon, mint például acélok és egyéb anyagok. Kutatásaim során ezen anyagok felületén, elsősorban impulzuslézer- és hideg plazma sugaras felületkezelési eljárásokkal szeretnék irányított mikro- és nano-topográfiákat létrehozni. A felületi struktúrák, csatornák, mintázatok kialakítását követően vizsgálom a felületi nedvesítés változását mind makro, mind mikro szinten is. Továbbá elemezni kívánom a ragasztóanyagok mikro-topográfiát kitöltő képességét, azaz, hogy milyen mértékben és milyen módon képesek a ragasztóanyagok kitölteni a mikroszintű geometriákat és struktúrákat. Ennek segítségével összefüggéseket szeretnék keresni a ragasztott kötések szilárdsága és a mikro-topográfia alaksajátossága között, mind felületaktívált és felületaktívatlan állapotokban is.

2. IRODALOMKUTATÁS

Ebben a fejezetben a kutatómunkám kezdeti szakaszában elvégzett irodalomkutatás eredményeit foglalom össze, amely során a vizsgálataim szempontjából releváns tématerületek szakirodalmát dolgoztam fel. Célom, hogy átfogó képet nyújtsak a témában eddig elért eredményekről, valamint a legfontosabb elméleti és gyakorlati megközelítésekről, amelyek alapul szolgálnak a saját kutatótevékenységemhez.

2.1. Ragasztott kötések adhézióját befolyásoló tényezők

2.1.1. Bevezetés az adhéziós elméletekbe

Napjainkban a ragasztás, mint adhéziós eljárás az egyik legalkalmazottabb, a kötéstechológiai fejlesztések középpontjában álló technológia. Ennek ellenére a mai napig sincs egyezményes megállapodás sem a nemzetközi kutatócsapatok, sem a ragasztóanyagokat gyártó cégek között, hogy melyek azok a kölcsönhatások, folyamatok és tényezők, amelyek legnagyobb mértékben befolyásolják a ragasztott kötések adhézióját. Erre kiváló példa a 2023-ban, Portóban megtartott AB ragasztástechnológiai konferencia, melyen vita alakult ki a plenáris előadók között, hogy a felületi topográfia vagy a nedvesítés fontosabb a ragasztott kötések kialakítása, vizsgálata során.

A legtöbb esetben nehéz egy adott elméletet kizárólagosan felelőssé tenni, valószínűsíthetőbb, hogy egy ragasztott kötés adhézióját egyszerre több mechanizmus is befolyásolja. Azonban fontos megemlíteni, hogy ezen mechanizmusok szerepe, behatása különböző mértékben érvényesülhet az egyes ragasztási eljárások esetében, mint például az eltérő felületelőkészítések, ragasztóanyagtipusok és egyéb tényezők [1,2].

A ragasztott kötések adhézióját befolyásoló mechanizmusok, elméletek csoportosítását az alábbi 1. táblázat szemlélteti.

1. táblázat: Az adhéziós elméletek csoportosításának szemléltetése [1]

Adhéziós elméletek csoportosítása		
Hagyományos megközelítés	Újabb megközelítés	Hatás lokalizációja
Mechanikai kapcsolódás	Mechanikai kapcsolódás	Mikroszkopikus
Elektrosztatikus	Elektrosztatikus	Makroszkopikus
Diffúzió	Diffúzió	Molekuláris
Adszorpció/felületi adhézió	Nedvesíthetőség	Molekuláris
	Kémiai kötések	Atomi
	Sav-bázis reakciók	Molekuláris
	Határréteg minősége	Molekuláris

Az adhézios kötések során a ragasztó és a felület között kialakuló kölcsönhatások jellemzően atomos és molekuláris szinten zajlanak. A mechanikai kapcsolódás esetében kiemelt fontosságú a ragasztóanyag és az alapanyag érintkezési felületének nagysága. Ennek pontos mérésére és vizsgálatára terjedt el a fajlagos felület (SSA), amely az alapanyag egységnyi tömegére jutó teljes felületet jelenti. Egyes feltételezések szerint a felületi érdesség nagymértékben hozzájárulhat a kapcsolódási mechanizmusok kialakulásához, melynek feltérképezésére optikai- vagy elektron-, esetleg atomerőmikroszkópos eljárásokat szokás alkalmazni. Az elektrosztatikus vagy kontakt töltési mechanizmusnál a felületi töltés jelenik meg makroszkopikus tényezőként. A diffúzió elmélete a molekuláris és atomi szinten létrejövő kölcsönhatásokat veszi figyelembe, és különösen fontos olyan rendszerekben, ahol az anyagok képesek molekuláris elmozdulásra. Az adszorpcióra, illetve felületi adhéziora vonatkozó elméletek különböző kölcsönhatási mechanizmusok szerint csoportosíthatók. A kémiai kötés esetében atomi szintű mechanizmusokról beszélhetünk, melyek az adhézios kötések egyik legerősebb típusát képviselik. Ebben az esetben az adhéziorért felelős molekulák kémiai reakcióba lépnek egymással, amely stabil és tartós kapcsolatot hoz létre a ragasztó és az alapanyag felülete között. A sav-bázis reakciók molekuláris szinten játszódnak le, és az adhézios kapcsolatok kialakítása során különösen fontosak lehetnek a polarizálható felületek esetén. Ez a kölcsönhatás fokozza a tapadást, mivel elősegíti a kémiai összekapcsolódást a ragasztó és a felület között. A határréteg minőségével kapcsolatos elmélet esetében szintén molekuláris szinten kell vizsgálni. A határréteg minősége közvetlenül befolyásolja a kötés erősségét, mivel az egyenletes és tiszta felületi réteg elősegíti a molekuláris szintű kölcsönhatások kialakulását. Bármilyen szennyeződés vagy gyenge minőségű határréteg jelenléte csökkentheti az adhézios kötés erejét, mivel ezek gátolják a megfelelő molekuláris érintkezést. Ennek eredményeként alacsony szilárdsággal rendelkező ragasztott kötések kapunk vagy egyáltalán nem jön létre ragasztott kötés [1-3].

2.1.2. Mechanikai kapcsolódás elmélete

A mechanikai kapcsolódás elmélete alapján a ragasztóanyag a felületen található pórusokba, üregekbe és egyéb egyenetlenségekbe való behatolása révén hoz létre adhézios kapcsolatot. Ezen feltételezésre alapozva az a következtetés vonható le, hogy a ragasztóanyag, amely behatol a két összekapcsolandó felület egyenetlenségeibe, képes alakzáró kötést létrehozni közöttük. Ennek a jelenségnek köszönhetően növelhető a ragasztott kötések szilárdsága. A ragasztott kötések szilárdsága jellemzően nagyobb, porózus, érdesített felületek esetében, ez az elmélet azonban nem minden esetben alkalmazható, hiszen jó adhézio sima, kezeletlen felületek között is létrejöhet.

A ragasztani kívánt felületek érdesítése után tapasztalható megnövekedett szilárdság oka lehet: (a) a felületek mechanikus kapcsolódása, (b) a tiszta, minimális oxidréteggel rendelkező felület, (c) a kezelés hatására megváltozott felületi energia értéke és (d) a kontaktfelület növekedése. Jelenleg sem tisztázott, hogy a mechanikai kapcsolódásnak köszönhetőek az erős kötések, vagy a kezelés eredményeként megnövelt érintkezési felületnek.

Egyes nemzetközi irodalmakban a kötés szilárdságát és tartósságát a felületi érdesség növekedésével hozzák összefüggésbe, ugyanakkor léteznek olyan publikációk is, amelyek szerint a növekvő érdesség csökkentheti a ragasztott kötések szilárdságát [1,3,4].

2.1.3. Elektrosztatikus (kontaktustöltési) elmélet

Az elektrosztatikus elmélet szerint, az adhézió milyenségét a ragasztó és az alapanyag felülete között kialakuló kontaktustöltési hatások befolyásolják. A folyamat során elektronátadás történik a ragasztó és a felület között. A feltételezések alapján, ezek az elektrosztatikus erők felelősek a ragasztott kötések külső igénybevétellel szembeni ellenállóképességükért. Ezen elméletet hivatott bizonyítani az a megfigyelés is, mely során elektromos kisüléseket figyeltek meg, miközben egy ragasztót lefejtettek a hozzá kapcsolódó felületről [5].

Számos esetben vizsgálták az elektronikus mechanizmusok hatását a tapadásra és az eredmények azt mutatták, hogy ezek mértéke elhanyagolható a többi tényezővel szemben, ebből kifolyólag kutatótevékenységem során én sem vizsgálom [6].

2.1.4. Diffúziós elmélet

A diffúziós elmélet szerint, az adhézió a ragasztó és a felület közötti molekulák kölcsönös diffúziója révén alakul ki. A diffúziós elmélet elsősorban akkor alkalmazható, ha mind a ragasztóanyag, mind a polimer alapanyag hosszú láncmolekulákkal rendelkezik, amelyek képesek a megfelelő mértékű elmozdulásra. Ez esetben az interdiffúziós réteg vastagsága hozzávetőlegesen 10 és 1000 Å (1–100 nm) között van [1,5].

Az elmélet bizonyítására egy jó példa a polietilén és a polipropilén adhéziója a butilgumival. Amennyiben a két polimert a poliolefin olvadáspontja alatti hőmérsékleten ragasztják össze, a kötés szilárdsága alacsony marad. Ezzel szemben, ha a ragasztást a polietilén (135°C) és a polipropilén (175°C) olvadáspontja feletti hőmérsékleten végzik, a kötés szilárdsága jelentős mértékben megnő. Egyes feltételezések alapján a magasabb hőmérsékleten fokozódik az interdiffúzió a poliolefinnek és a butilgumi között, mely erősebb kötéshez vezethet [7].

2.1.5. Kémiai kötés elmélete

A kémiai kötés elmélete alapján az adhéziós kötés kialakulása a felszíni kémiai erőknek tulajdonítható. A ragasztó és a felületek között létrejövő hidrogén-, kovalens és ionos kötések erősebbek, mint a diszperziós vonzóerők.

A kémiai kötés négy alapvető kölcsönhatást foglal magába, a kovalens kötések, a hidrogénkötések, a Lifshitz–van der Waals-erőket, valamint a sav-bázis kölcsönhatásokat. Ezek pontos jellege és erőssége nagymértékben függ a ragasztási kötés határfelületének kémiai összetételétől, vagyis attól, hogy milyen kémiai csoportok vannak jelen az érintkező felületeken. A kémiai kötés létrejöttét támogató erősebb kötések, mint a kovalens és ionos kötések (2. táblázat) jelentősen nagyobb tapadási erőt biztosítanak, mint az úgynevezett másodlagos kötések [1–3].

2. táblázat: A Lifshitz-van der Waals kölcsönhatások és a kémiai kötések energiájának táblázatos összefoglalása [1]

Típus	Példa	E (kJ/mol)
Kovalens	Ca-C	350
Ion-ion	Na ⁺ ... Cl ⁻	450
Ion-dipólus	Na ⁺ ... CF ₃ H	33
Dipólus-dipólus	CF ₃ H ... CF ₃ H	2
London diszperzió	CF ₄ ... CF ₄	2
Hidrogénkötés	H ₂ O ... H ₂ O	24

A másodlagos kötések gyengébb fizikai erőkön alapulnak, például a hidrogénkötések, amelyek jellemzően poláris molekulákban fordulnak elő, ahol funkciós csoportok találhatók.

Az intermolekuláris kölcsönhatások vizsgálatát megelőzően fontos tisztázni néhány alapvető fogalmat. A dipólus egy olyan poláris molekulát jelent, amelynek töltéseloszlása két elkülönült, pozitív és negatív töltést alkot. A dipólus-dipólus kölcsönhatások során a poláris molekulák úgy rendeződnek el, hogy az egyik molekula pozitív vége a másik molekula negatív végéhez közel helyezkedjen el, mely vonzó erőt eredményez. A hidrogénkötés egy speciális dipólus-dipólus kölcsönhatás, amely akkor alakul ki, ha egy hidrogénatom egy erősen elektronegatív atomhoz kapcsolódik, és vonzódik egy másik molekula magányos elektronpárjaihoz. A London diszperziós erők kis, pillanatnyi dipólusokból keletkeznek, amelyek az elektronok véletlenszerű mozgása során jönnek létre.

A kovalens kötések kulcsfontosságú szerepet töltenek be az erős és tartós ragasztott kötések létrehozásában, mivel ezek a kötések áthatolhatnak a határfelületen és nagyszámban

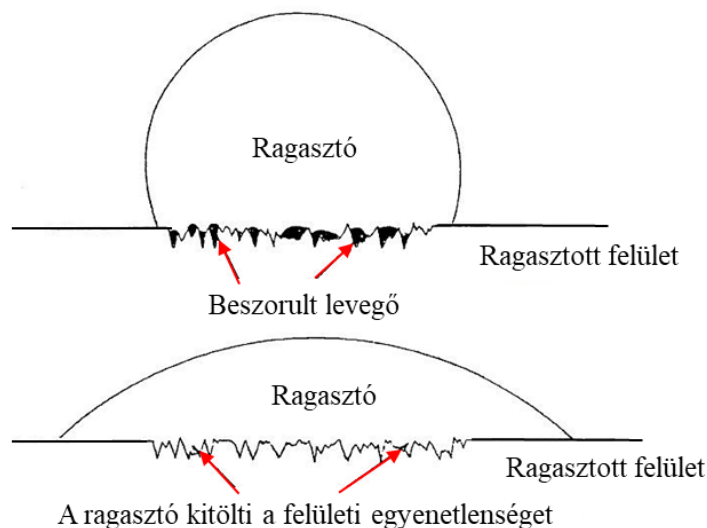
fordulnak elő térhálósított ragasztókban, illetve hőre keményedő bevonatokban. Az ilyen kötéstípus kialakulásához azonban nélkülözhetetlen, hogy a ragasztani kívánt felületeken egymással reakcióképes kémiai csoportok legyenek jelen. Például egyes, előzetesen kezelt felületek olyan funkciós csoportokat tartalmaznak, amelyek megfelelő körülmények között képesek kémiai kötést létrehozni a ragasztóanyaggal [1,3,4].

2.1.6. Nedvesítés elmélet

A nedvesítés elmélet kimondja, hogy az adhézió, két anyag molekuláris érintkezéséből és a kialakuló felületi erőkből ered. Azt a folyamatot, amely során folytonos kapcsolat jön létre a ragasztó és a felület között, nedvesítésnek nevezik. Ahhoz, hogy a ragasztó megfelelően nedvesítsen és elterüljön a szilárd felületen, a ragasztóanyagnak alacsonyabb felületi feszültséggel kell rendelkeznie, mint a szilárd anyag felületi feszültsége.

A Van der Waals-erők rendkívül érzékenyek a molekulák közötti távolságra (r), mivel hatásuk a távolság hetedik hatványával ($1/r^7$) csökken, míg a felületek közötti távolság esetében ez a csökkenés a köbhatvány ($1/r^3$) mértékével megy végbe [1,4].

Ahogy azt az 1. ábra is szemlélteti, ideális esetben jó nedvesítés akkor történik, amikor a ragasztó kitölti az alapanyag felületének egyenetlenségeit, például a völgyeket és struktúrákat. Ezzel szemben, ha a nedvesítés nem megfelelő, a ragasztó hidat képez ezek felett, ezáltal csökkentve a tényleges érintkezési felületet az alapanyag és a ragasztó között, mely a kötési szilárdság csökkenését eredményezi [1,8].



1. ábra: Szemléltető ábra a ragasztásnak kedvezőtlen (felső) és kedvező (alsó) nedvesítésről [8]

A szerves ragasztók az esetek többségében jól nedvesítik a fém alapú felületeket. Ezzel szemben számos felület alacsonyabb felületi feszültséggel rendelkezik, mint a hagyományos ragasztóanyagok. Annak érdekében, hogy jó nedvesedés alakuljon ki, nélkülözhetetlen, hogy a ragasztó felületi feszültsége alacsonyabb legyen, mint az alapfelületé. Ennek a

hatásnak köszönhető, hogy a szerves ragasztók, például az epoxigyanták kiválóan tapadnak fémekhez, viszont kevésbé hatékonyak kezeletlen polimer alapú anyagok, mint a polietilén, polipropilén és fluoroplasztok esetén [2,8].

2.1.7. Gyenge határréteg elmélete

A gyenge határréteg elméletét először Bikerman írta le, melyben az állította, hogy a kötés meghibásodása a ragasztóanyag és az alapanyag kapcsolódásánál megy végbe és egy kohéziós törés, vagy egy gyenge határréteg miatt következik be [9]. A gyenge határrétegek származhatnak a ragasztóanyagból, az alapanyag felületéből, a környezetből, vagy ezek bármelyikének kombinációjából, ha például egy szennyeződés koncentrálódik a ragasztási felület közelében, mely gyenge kötést eredményez. Abban az esetben, ha a ragasztott kötésben jelen van az említett gyenge határréteg, akkor a kötés tönkremenetele esetén, ez a gyenge határréteg szakad el, bár a meghibásodás látszólag a ragasztó–felület találkozásánál történik.

Egyes fém-oxidok köztudottan gyengén kapcsolódnak az alapfémhez, az ilyen felületekből létrehozott ragasztott kötések kohéziós tönkremenetele az oxidrétegen belül következik be. Azonban némely oxid, például az alumínium-oxid rendkívül erősen kapcsolódik az alapfémhez, ebből kifolyólag jelentős mértékben nem rontja a ragasztott kötések szilárdságát.

A polietilénben és a fém-oxidokban található gyenge határrétegek különféle felületkezelésekkel eltávolíthatók vagy megerősíthetők. Ha nem képes a ragasztó megfelelően nedvesíteni a felületet, kis levegő buborékok szorulhatnak be a ragasztandó felület érdességi profiljába, mely a kötési szilárdság csökkenését eredményezi (1. ábra) [1,3,9,10].

Kutatásom szempontjából rendkívül fontos a ragasztott kötések adhézióját befolyásoló tényezők alapos ismerte, melynek egyik sarokpontja a felületek nedvesítőképessége és a hozzájuk tartozó nedvesítéselméletek. A továbbiakban ezen elméletek részletes bemutatását végzem el, illetve kísérletem során mérem és értékelem is.

2.2. Nedvesítéselméletek áttekintése

Az elmúlt közel három évtizedben a szilárd anyagok nedveséggel szembeni viselkedésének feltérképezése az adhéziós technológiákkal kapcsolatos kutatások középpontját képezték.

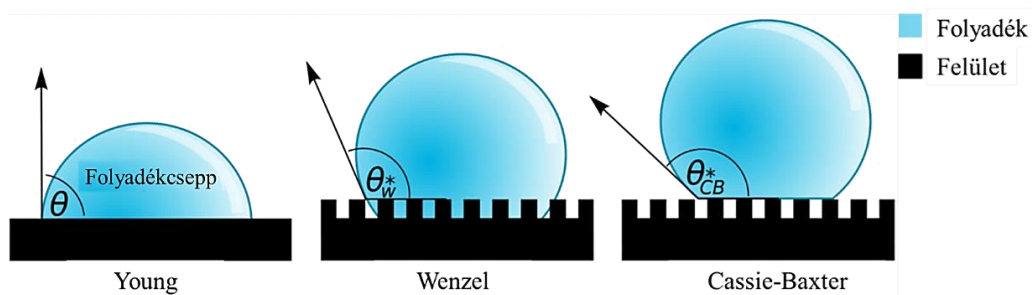
A kutatási eredmények alapján kijelenthető, hogy a felületi struktúra és a felületi energia alapvető szerepet játszanak a nedvesíthetőség mértékének befolyásolásában. A felületi energia szoros kapcsolatban áll a felületek kémiai jellemzőivel és nagyban függ az adott anyagon található kémiai kötések típusától. Bár a szilárd anyagok felületi energiájának

közvetlen meghatározása kihívás elé állítja a kutatókat, azonban közvetetten meghatározható a felületen lévő folyadékcseppek érintkezési szögének mérésével [11,12].

A magas felületi energiával rendelkező felületek általában hidrofílek, tehát a vízcseppek érintkezési szöge 90° alatti értéket vesz fel. Ezzel szemben az alacsony felületi energiájú felületek többnyire hidrofób tulajdonságot mutatnak, ez esetben a vízcseppek érintkezési szöge meghaladja a 90° feletti értéket. Az érintkezési szög értékét azonban a felületek összetétele mellett, a folyadék tulajdonságai, például pH-ja, a felület és/vagy a folyadék hőmérséklete is befolyásolhatják [13–15].

Az említett megközelítés kiváló lehetőséget ad arra, hogy pontosabb képet kapjunk a különböző anyagok nedvesíthetőségéről, amely kulcsfontosságú az adhézión technológiák, valamint a különböző felületi kölcsönhatások tanulmányozása során.

A nedvesedési jelenségek leírására három különböző elméletet is létezik, melyek közül az egyik legalapvetőbb a Young-modell (2. ábra).



2. ábra: A vizsgált nedvesítélméletek sematikus ábrázolása

A Young-elmélet a szilárd anyagok nedvesíthetőségének leírására támaszkodik, amely figyelembe veszi a szilárd-levegő határfelületi feszültséget (γ_{SA}), valamint annak kapcsolatát a szilárd-folyadék határfelületi feszültséggel (γ_{SL}) és a folyadék-levegő határfelületi feszültséggel (γ_{LA}). Továbbá feltételezi, hogy a jelenségek mindegyike egy ideálisan sima, nem deformált, szilárd felületen, a folyadékcsepp és a levegő határfelületén hat. Azonban tökéletesen sima felület nem létezik, a Young-féle nedvesedési vizsgálatokban is általában közelítőleg sima felületeket használnak [16,17].

Young egyenlete (1)

$$\cos\theta_E = \frac{\gamma_{SA} - \gamma_{SL}}{\gamma_{LA}} \quad (1)$$

ahol θ_E a Young-féle peremszög nagysága a folyadék és a szilárd test kontaktpontjában, γ_{SA} a szilárd-levegő határfelületi feszültsége, γ_{SL} a szilárd-folyadék határfelületi feszültsége, γ_{LA} a folyadék felületi feszültsége.

Fontos megemlíteni, hogy Young elmélete nem veszi figyelembe a felületi érdesség hatását, ezért modellje kevésbé alkalmas az érdes felületek nedvesedési viselkedésének pontos vizsgálatára. Wenzel és Cassie-Baxter kiterjedt kutatásokat végeztek az érdesség

hatásáról a szilárd felületek nedvesíthetőségére, ezek eredményeként módosították Young modelljét, ezáltal a valós felületek érdességi és heterogenitási hatásai mellett is vizsgálható a felületek nedvesedési képessége.

A Wenzel-modell homogén nedvesedési állapotot feltételez, amelyben a folyadék egyaránt kitölti az szilárd felület struktúrájának, érdességének csúcsait és völgyeit is (2. ábra) [16].

Wenzel egyenlete (2)

$$\cos\theta_W = r * \frac{\gamma_{SA} - \gamma_{SL}}{\gamma_{LA}} \quad (2)$$

ahol θ_W a Wenzel-féle peremszög nagysága a folyadék és a szilárd test kontaktpontjában, r a szilárd anyag tényleges felületének és a vetített felületének aránya, γ_{SA} a szilárd-levegő határfelületi feszültsége, γ_{SL} a szilárd-folyadék határfelületi feszültsége, γ_{LA} a folyadék felületi feszültsége.

A Wenzel elmélet alapján, amennyiben egy felület hidrofíli viselkedést mutat, vagyis az érintkezési szöge kisebb, mint 90° ($\theta < 90^\circ$), az esetben az érdes felületen meghatározott peremszög értéke kisebb lesz (θ_W), a sima felületen mérténél (θ_E). Ezzel ellentétben, ha egy felület hidrofób viselkedésű ($\theta > 90^\circ$), akkor a Wenzel-modell alapján az érdes felületen mért érintkezési szög (θ_W) nagyobb lesz a sima felületen mért értéknél (θ_E). A Wenzel-egyenletben szereplő „ r ” tényező kizárólag a felület fizikai érdességét jellemzi, ugyanakkor ennek növekedése bizonyos mértékben befolyásolhatja a felületi energiát is, így hatással lehet a nedvesedési tulajdonságokra [11,13,16].

A Cassie-Baxter elmélet alapján a folyadékcseppek a heterogén felületeken, az érdes felület csúcsaira ülnek fel, miközben az alatta lévő völgyeket más anyagok, például levegő tölti ki. Így a cseppek egyszerre érintkeznek a szilárd felület és a levegő által alkotott összetett határfelületekkel (2. ábra) [11,18].

Cassie-Baxter egyenlete (3)

$$\cos\theta_C = \varphi_S \cos\theta_E + (1 - \varphi_S) \cos\theta_a \quad (3)$$

ahol θ_C a Cassie-Baxter féle peremszög nagysága a folyadék és a szilárd test kontaktpontjában, φ_S és $(1 - \varphi_S)$ a szilárd felületnek a folyadékkal érintkező része, illetve a levegőnek a folyadékkal érintkező része, θ_E a Young-féle egyensúlyi érintkezési szög, θ_a a levegő rész érintkezési szöge.

Ebben az esetben tehát a folyadék mind a szilárd anyaggal, mind a levegővel határfelületet képez, ami speciális nedvesítési tulajdonságokat eredményez [18].

Összegezve az ismertett elméleteket, a felületek nedvesítésének vizsgálata során három különböző felületi jelenség is felléphet, melyek befolyásolhatják a mért eredmények értékét. A Young jelenség során a felületre cseppentett folyadék a felületen felveszi az ott

elhelyezkedő energiakomponenseknek megfelelő szögben elhelyezkedő felületi csepp formáját. A Wenzel nedvesítési jelenség esetében a vizsgálat során a folyadékcsepp a kezelt felület érdességi völgyeibe is beleül és ennek függvényében veszi fel a felülethez megfelelő peremszögű csepp formáját. A Cassie-Baxter nedvesítési jelenség során a cseppentett folyadék a kezelt felület érdességi csúcsaira ül ki és ennek megfelelő értékű peremszöget eredményez [11,16,18].

2.3. A relatív felület arányának mérési metodikája

A relatív felület arányának (másképpen Sdr érték) mérése egy kulcsfontosságú paraméter, amely a felületi struktúra komplexitásának és érdességének pontos jellemzésére szolgál. Az Sdr érték a felület valós és elméleti (sík) területe közötti különbséget határozza meg, arányszámban vagy százalékban kifejezve (3. ábra) [19].

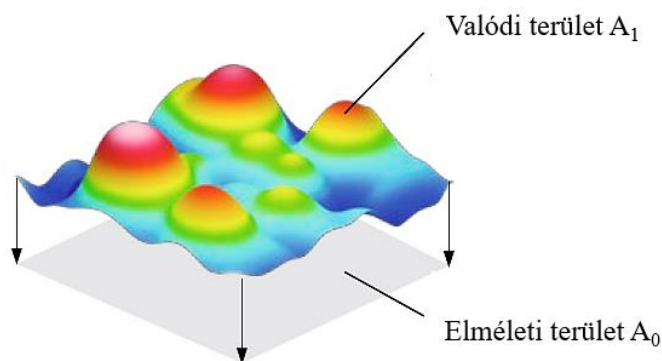
Egyenlet a relatív felület arányának meghatározására (4)

$$S_{dr} = \frac{1}{A} \left[\iint_A \left(\sqrt{1 + \left(\frac{\partial z(x,y)}{\partial x} \right)^2 + \left(\frac{\partial z(x,y)}{\partial y} \right)^2} - 1 \right) dx dy \right] \quad (4)$$

A relatív felület arányának százalékos meghatározási módja (5)

$$S_{dr} = \frac{A_{valós} - A_{elméleti}}{A_{elméleti}} \cdot 100 \quad (5)$$

Egy tökéletesen sima felület (sík) esetében az Sdr értéke nulla, míg egy komplexebb, durvább felület Sdr értéke ennél magasabb, ezzel kifejezve a felület érdességéből adódó többletterületet (3. ábra). Az Sdr mértéke tehát a felületnövekményt tükrözi, mely a felületi textúra, struktúra finom részleteit is figyelembe veszi, ami az alapanyagok ipari és tudományos alkalmazásaiban egy rendkívül hasznos, mégis kevésbé elterjedt mérőszám [19,20].



3. ábra: Az Sdr értékek meghatározásának alap gondolatmenetének és összetevőinek szemléltetése [19]

Az Sdr-érték mérési módszere az ISO 25178 szabványban rögzített, amely előírja, hogy skálakorlátozott felületen kell mérést végezni, tehát a mikroszkopikus érdességeket el kell távolítani a vizsgálat során. Ennek eredményeként az Sdr-érték az alapvető felületi

struktúrák komplexitását tükrözi, megszüntetve a kisebb léptékű egyenetlenségek befolyásoló hatását. A mérés pontosságát az alkalmazott műszer térbeli felbontása határozza meg, amely függ a mérési pontok közötti x és y irányú távolságoktól és a szenzor egyéb metrológiai jellemzőitől. Minél nagyobb a mérőműszer felbontása, annál részletesebb és pontosabb képet kapunk a felületi struktúráról [20].

Az Sdr mérésének egyik legfőbb előnye, hogy lehetővé teszi a felületek amplitúdóalapú, érdességi paramétereitől független jellemzését. Ez azt jelenti, hogy ezzel a mérési módszerrel olyan felületek is jellemezhetőek, amelyek hasonló átlagos érdességgel rendelkeznek, de különböző textúrájúak. Így az Sdr lehetőséget biztosít a felületek differenciált megértésére, mivel figyelembe veszi a textúrák finomságát és a térbeli periodicitások eloszlását. Például egy hosszabb hullámhosszú, magasabb amplitúdójú felület akár alacsonyabb Sdr-értékkel is rendelkezhet, mint egy rövidebb hullámhosszú, alacsonyabb amplitúdójú felület. Ez az összefüggés rendkívül fontos olyan esetekben, amikor a felületi tapadást vagy a folyadékokkal történő kölcsönhatásokat szeretnénk vizsgálni, mivel a finomabb struktúrák gyakran nagyobb felületi energiát és jobb tapadást eredményeznek. Emellett ipari folyamatok esetében is alkalmazható, annak érdekében, hogy átfogó vizsgálatot tehessünk a felületi textúrák hatásáról az egyes kenőanyagok és egyéb üzemanyagok viselkedésére. A relatív felület nagyságának aránya tehát nemcsak a felületi érdességet jellemzi, hanem a felületi energiával és nedvesedési tulajdonságokkal kapcsolatos tulajdonságokat is, ami különösen hasznos lehet olyan alkalmazásokban, rendszerekben, ahol a felület és a közeg kölcsönhatása meghatározó szerepet tölt be [19–21].

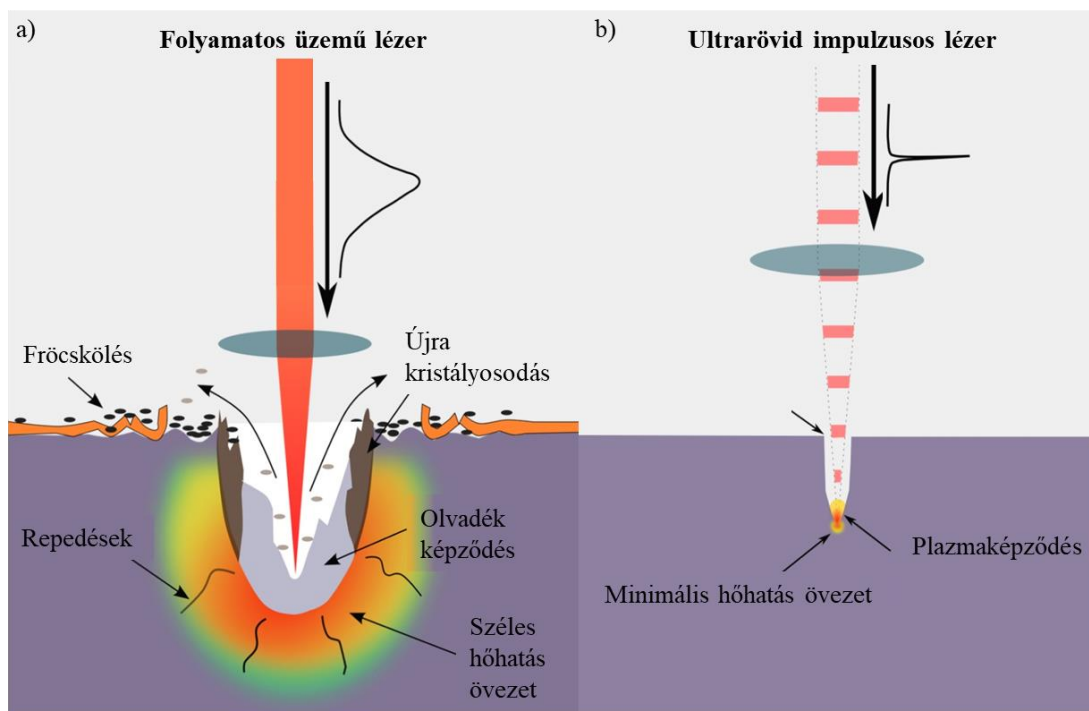
A felületi elméletek és jellemzők ismertetése után, dolgozatomban célja ezek tudatos módosítása, így a lézersugaras szublimációs és felületkezelési technológiák tanulmányozásával folytatom az irodalomkutatási fejezetem.

2.4. A lézersugaras szublimációs technológiák alapjai

A lézersugaras szublimációs technológiák kiemelt szerepet töltenek be a lézersugaras anyagmegmunkálási eljárások között, mivel olyan speciális, érintésmentes megmunkálási lehetőségeket kínálnak, amelyekkel különösen a furatok- és struktúrák kialakítása rendkívül gazdaságos. Ezek a technológiák kiválóan alkalmazhatók számos kemény, rideg, vagy kémiai ellenálló anyag, mint például kerámiák, gyémánt és szénszálas kompozitok megmunkálására, mivel a lézersugár nem kopik el, és nincs hatással rá az anyag sűrűsége, szilárdsága vagy hőállósága. Az iparban a szublimációs technológia már a tömegtermelés részévé vált, hiszen olyan sebességgel képes furatokat, struktúrákat és egyéb sajátosságokat létrehozni, mellyel nagymértékben növelhető a termelékenység.

A lézersugaras anyageltávolítás a sugár energiájának az anyagba történő bevezetésével kezdődik. Az anyag elnyeli a lézersugarat, aminek hatására hő fejlődik, amely az anyag gyors felmelegedését, majd szublimációját okozza. Fémek esetében a lézeres anyageltávolításnál a behatolási mélység igen kicsi (néhány nanométer). A folyamat során az anyag rétegei a lézer intenzitásától és az impulzus időtartamától függően szilárdból előbb folyékony-, majd gázhalmazállapotba kerülnek. A szublimációs eljárás a rövid lézerimpulzusokkal történő gyors anyageltávolításra összpontosít, amely során a visszamaradt anyag eltávolítása is szükséges, mivel a további lézerimpulzusok csökkenthetik az elérhető pontosságot [22–25].

Az abszorbeált lézerenergia hatására a felületi atomok hőenergiája növekszik, ahol először olvadás, majd gyors párolgás vagy szublimáció következik be. Az anyag elpárolgásával nagy energiájú atomok és molekulák távoznak a felületről, mely gyors tágulást eredményez. Ez a gőznyomás, amely a lézer teljesítményével arányosan nő, nyomáshullámot hoz létre, mely az anyagot az eltávolítás irányába préseli, növelve annak hatékonyságát. Az eltávolított anyag halmazállapota a lézer teljesítményétől függően eltérő lehet. Az ultrarövid lézerimpulzusok (pikoszekundum és femtoszekundum tartományban) egyedülálló hatást fejtenek ki az anyagon, mivel a foton- és elektronkölsönhatások az anyag szerkezetében hőgerjesztést idéznek elő. Az energia szinte azonnal szétoszlik az elektronok között, termikus energiát létrehozva. Ezzel egyidejűleg a kristályszerkezet is megbomlik, és elérve az olvadáspontot, az anyag szétesik (4. ábra) [24].



4. ábra: Lézersugár elnyelődése kapcsán fellépő jelenségek összehasonlítása:
a) folyamatos üzemi és b) ultrarövid impulzusos lézer esetén [8]

A lézersugár által kiváltott intenzív hőhatás hatására a felületre juttatott energia ionizálja a gázokat és fémgőzőket, ennek következtében plazma keletkezik. Ez az ionizált állapot visszahat a lézersugárra, ami az abszorpció és a szórás révén befolyásolja annak terjedését, sőt akár le is árnyékolhatja azt. A plazma elnyelése attól függ, hogy mekkora a hőmérséklet és az elektronok sűrűsége, amely a lézerimpulzus intenzitásával szabályozható. Az így létrejövő plazma a lézersugaras szublimációs technológiák hatékonyságát közvetlenül befolyásolja. A lézersugaras szublimáció során keletkező plazma és gőznyomás hatására lökéshullám képződik, amely nagy sebességgel terjed kifelé a kezelt anyag felületéről. Ez a lökéshullám további anyageltávolítást végezhet, és a munkadarab belsejébe is hatással lehet, ami esetenként akár károsodást is okozhat, különösen rideg anyagoknál. Két fő mechanizmust különböztetünk meg, a Laser Supported Combustion (LSC) esetén az energia közvetlenül a felületen adódik át, míg a Laser Supported Detonation (LSD) esetében az energia nagyobb része a lökéshullám mögötti tartományban nyelődik el, részben leárnyékolva ezzel a munkadarabot. Ezek a mechanizmusok az impulzus hullámhosszától függően befolyásolják a lökéshullám irányát és erősségét. Tehát az ultrarövid impulzusok nagy teljesítménysűrűsége miatt a szilárd anyag jellemzően közvetlenül plazmává alakul és hiperszublimáció következik be, elhanyagolható hőhatásövezettel (4. ábra) [22,24].

A nemzetközi irodalomban, Baumgart és munkatársai Nd:YLF nanoszekundumos lézert alkalmaztak mikro-struktúrák kialakítása érdekében a mágneses lemez meghajtók felületén, hogy ezzel javítsák a tribológiai teljesítményt [26]. Geyer és kollégái excimer lézerimpulzusokkal hoztak létre mikro-struktúrákat a kerámia munkadarabok tribológiai tulajdonságainak javítása érdekében [27]. Ibatan és munkatársai különböző mechanikai tömítések hatékonyságát növelték lézerrel létrehozott mikro-struktúrák segítségével [28].

Ebben a fejezetben ismertettem a lézersugaras szublimációs-, felületkezelési technológiák elméleti hátterét. Irodalomkutatásom következő lépéseként ezek gyakorlati alkalmazásait és jelentőségét vizsgálom a kutatási tevékenységekben, nemzetközi publikációk elemzésén keresztül.

2.5. Felület strukturálás hatásának vizsgálatai a nemzetközi cikkekben

Masaki Omiya és csapata kutatótevékenységének középpontjában a réz és az ezüst alapú polimerek közötti adhéziónak szilárdság növelése állt, amelyhez femtoszekundumos lézeres felületkezeléssel kialakított mikro- és nano-szerkezeteket alkalmaztak. A felületi struktúrák hatásait numerikus szimulációkkal elemezték, majd a tapadási szilárdságot nyírési tesztekkel validálták. A vizsgálatok során a mikro-struktúrák mélységének és osztásközének optimális aránya körülbelül 1,5-2,5 érték között volt, amely az úgynevezett "horgonyhatás" révén jelentős tapadási erősödést biztosított. Kutatásuk egyik kimagasló eredménye, hogy az egyes

felületi struktúrákkal több, mint 3-szoros növekedést értek el a nyírási szilárdságban az eredeti kontroll felülethez képest. A szimulációs modellek kimutatták, hogy a LIPSS struktúrák elhelyezkedése kiemelt fontosságú az adhézió növelésében. Például, ha ezek a mintázatok a mikro-struktúrák csúcsain jöttek létre, akkor az adhéziós szilárdság jelentős javulását tapasztalták a kontroll felülethez képest. Ellenben a struktúrák völgyeiben kialakított LIPSS kevésbé volt hatékony az adhézió növelésében. A kutatási eredményeikből megállapítható, hogy a kötések szilárdsága, a mikro-struktúrák mélységének és a vonaltávolságok optimális megválasztásával széleskörben befolyásolhatóak, amely nemcsak a mechanikai kapcsolódást segíti elő, hanem a felületen végbemenő kémiai kölcsönhatások javításával is hozzájárul a megnövekedett adhézióhoz [29].

Shangyu Liu és kutatócsapata a femtoszekundumos lézersugár által indukált mikro-struktúrák hatásainak részletes vizsgálatát végezte el, különös tekintettel a nikkelalapú ötvözetek mélységi-felületi szerkezetének változásaira, melyek kiemelt jelentőségűek a turbinalapátok felületének bevonatolása esetén. A kialakított mikro-struktúrákon pásztázó elektronmikroszkóppal (SEM) és konfokális lézerpásztázó mikroszkóppal (CLSM) vizsgálták a felületi szerkezet mélységi változásait és az érdesítési hatások mértékét. A kutatók két különböző hőmérsékletalapú modell alkalmazásával szimulálták a lézersugaras kezelés során keletkező hőátadási folyamatokat, így képesek voltak megfigyeléseket tenni az anyagban kialakult mikro-struktúrák mélységéről a különböző pozíciókban az impulzusbeállítások mellett. A szimulációk során meghatározták a mikro-struktúrák mélységének változását, amely összhangban volt a kísérleti eredményekkel, igazolva, hogy a lézeres pásztázási sebesség és a fókuszpozíció jelentős hatással van a mikro-struktúrák kialakulására. A kutatási eredményeik alapján elmondható, hogy a femtoszekundumos lézerrel kialakított mikro-struktúrák jelentősen befolyásolják a felületi érdességet, mely hozzájárul a bevonat tapadási és kopásállósági tulajdonságainak javításához. Ez a megfigyelés rendkívül fontos a nikkelalapú ötvözetek szélsőséges hőmérséklet-ellenállást igénylő alkalmazásaira nézve, mint például a repülőgép-turbinák lapátjain, ahol a bevonatok minősége közvetlenül befolyásolja a lapátok élettartamát és teljesítményét [30].

Mario Mora és társai kutatásuk során a réz felületek és az epoxi ragasztóanyag közötti kötések erősségének növelésére és a hővezetési tulajdonságok javítására összpontosítottak, különös tekintettel az elektromos szigetelőképeség megtartására mellet, amely rendkívül fontos követelmény a szupervezető tekercsek alkalmazásánál. A vizsgálataikhoz Loctite Stycast 2850FT epoxi ragasztóanyagot alkalmaztak, amely alumínium-oxid részecskékkel volt megerősítve, ezáltal növelve a kötés hővezető képességét. A réz felületi struktúrájának megváltoztatása érdekében lézeres mikro- és nano-mintázatokat hoztak létre, melyeknek

elsődleges célja a ragasztott kötések szilárdságának megnövelése volt. A vizsgálat során a kutatók a különböző lézerparaméterek, például impulzus ismétlési frekvencia és impulzus szélesség változtatásával is kísérleteztek, majd a felület mikro-struktúráját pásztázó elektronmikroszkóppal (SEM) elemezték, míg a felületi érdességet pedig konfokális lézerpásztázó mikroszkóppal mérték. A lézeres felületkezelés jelentős mértékben növelte a kötési szilárdságot, a lézerrel struktúrált réz-epoxi kötések maximális nyírószilárdsága elérte a 30-32 MPa értéket, mely sokkal nagyobb volt, mint a kontroll felületek esetében mért eredményeik. A kutatók ezen kívül ciklikus hőterhelésnek (-196°C – 25°C között) vetették alá a ragasztott kötések és megállapították, hogy a lézerrel struktúrált felületek adhéziós szilárdsága alig változott az igénybevétel hatására. Végül a termikus ellenállási mérések azt igazolták, hogy a réz-epoxi kötések hőellenállása elsősorban az epoxi anyag hővezető képességétől és vastagságától függ, míg a réz felületén lévő oxidréteg hatása elenyésző, különösen szobahőmérsékleten [31].

Az irodalomkutatásom eredményeként megállapítható, hogy a kezelési paraméterek hatását a kialakuló mikro-struktúrára komplex, több szempontú megközelítéssel kell vizsgálni. Fontos figyelembe venni, hogy a mikro-struktúra változásai jelentős hatással vannak a ragasztott kötések szilárdságára is. Ugyanakkor a folyamatok pontos mechanizmusa még nem teljesen tisztázott, és az is kulcsfontosságú kérdés, hogy különböző alapanyagok és ragasztók eltérő módon reagálnak-e a felületkezelések hatásaira. Ennek eredményeként minden egyes esetben alapos és részletes vizsgálatokra van szükség, hogy a különböző tényezők közötti kölcsönhatásokat minél jobban megértsük és a rendszert optimálisan tudjuk alkalmazni.

3. A KUTATÁSOM CÉLKITŰZÉSEI

Jelen fejezetben az irodalomkutatásom során szerzett tapasztalatokat és az abból felállított kutatási projekttervem ismertetem. Az irodalomkutatásom során többek között tanulmányoztam a ragasztott kötések adhézióját befolyásoló tényezőket, valamint a nedvesítés elméletek alapjait. Továbbá betekintést nyertem a relatív felület nagyságának mérési metodikájába, valamint a lézersugaras felület struktúrálás technológiájába és hatásának vizsgálatairól szóló publikációkba is.

Irodalomkutatásom végeztével kijelenthetem, hogy a mai napig sincs egyezményes megállapodás, sem a kutatócsapatok, sem a ragasztóanyagokat gyártó cégek között, arról a kérdésről, hogy mi befolyásolja legnagyobb mértékben egy ragasztott kötés minőségét, adhézióját, szilárdságát. Erre az irodalomkutatásom során is felfedezett és a nemzetközi konferenciákon is tapasztalt tudományos hiányra hivatkozva fogalmazom meg a kutatásom célkitűzéseit.

Kutatótevékenységem fő célkitűzése, hogy összefüggést találják a makro- és mikro nedvesítés, a felületi topográfia és az adhézió nagysága között.

Vizsgálni szeretném, hogy a felületen kialakított struktúrák vagy a felület nedvesíthetősége befolyásolja-e nagyobb mértékben egy ragasztott kötés szilárdságát. Kutatásom során az említett kettő tényezőnek kívánom vizsgálni a ragasztott kötések szilárdságára gyakorolt hatását, mind felületaktívált, mind felületaktívatlan állapotokban is.

Feltevésem, hogy a megfelelően megválasztott felületi struktúra- és a beállított felületi energiával képesek lehetünk maximalizálni egy ragasztott kötés szilárdságát. Míg ennek ismeretével, szükség esetén ellenkező hatást is el lehet érni.

Kutatási eredményeimmal jelentős előre lépéseket érhetünk el mind a jármű-, gép-, mind a műanyagfeldolgozó- és más iparágakban, ahol fontos szerepet játszanak az adhéziós és formakitöltő alkalmazások és technológiák.

4. FELHASZNÁLT ANYAGOK ÉS ALKALMAZOTT ESZKÖZÖK, MÓDSZEREK

4.1. A kutatáshoz használt növeltszilárdságú acél

A kutatás során felhasznált acéllemezek anyagösszetételének vizsgálatát egy Oxford Instruments Foundry Master Pro optikai emissziós spektrométerrel végeztem el. A mérést megelőzően a spektrométert kalibrálásnak vettem alá az optimális teljesítmény és a megfelelő felbontás biztosítása érdekében. Az alkalmazott spektrométer képes a kiválasztott kémiai elemek értékeinek pontosan meghatározására a 0,01-0,0001-es tartományon belül. Kutatásomhoz DP600 típusú ferrit martenzites növeltszilárdságú járműipari acélt használtam a ragasztott kötések alapanyagaként. A DP600-as acél spektroszkópiai vizsgálatából meghatározott anyagösszetételt az alábbi 3. táblázat tartalmazza. A kapott eredmények tömegszázalékban (wt%) értendők.

3. táblázat: Az alkalmazott acéllemez anyagösszetétele tömegszázalékban (wt%)

C	Si	Mn	P	S	Cr
0,07	0,185	0,934	0,015	0,0035	0,02
Mo	Ni	V	Ti	Al	Cu
0,002	0,0314	0,0043	0,004	0,04	0,007

A vizsgált acél jellemző anyagtulajdonsága, vagyis a széntartalma 0,07%-os, melyen kívül további elemeket is tartalmaz: 0,185% szilíciumot, 0,934% mangánt, 0,02% krómot, 0,0314% nikkelt és 0,0043% vanádiumot az egyéb összetevők mellett. Az acél alapvető jellemzője a ferrit és martenzit kettős fázisszerkezete, ami egyszerre biztosítja a kiváló alakíthatóságot és a nagy szilárdságot.

Felhasználását tekintve a DP600 acél elsősorban autóiipari alkalmazásokban népszerű, ahol a nagy szilárdság és energiaelnyelő képesség elengedhetetlen tényező, például karosszériaelemek, ajtógerendák és vázszerkezetek esetében. Az anyagra jellemző folyáshatár 340-370 MPa, míg szakítószilárdsága a 600 MPa-t is eléri. A DP600 acél alakíthatósága lehetővé teszi a mélyhúzási és más formázási technológiák alkalmazását, ami hozzájárul a komplex alkatrészek gyártásához. Továbbá különféle formákban is elérhető, így például lemez és tekercs formájában is, ezzel kielégítve az autóiipari és egyéb gyártási igényeket.

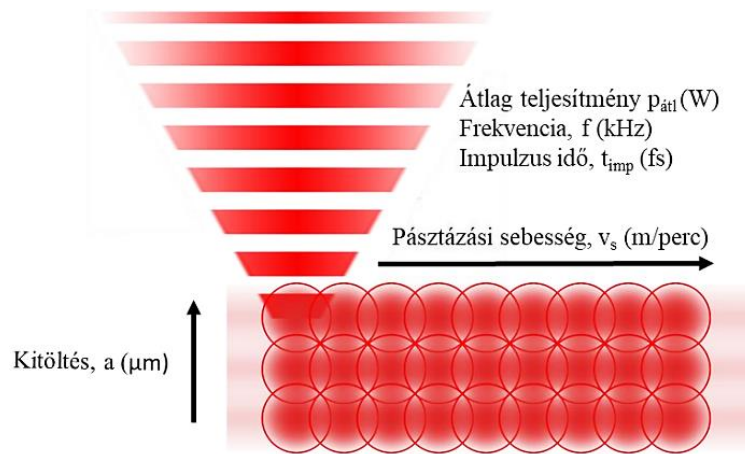
4.2. A kutatáshoz használt ragasztóanyag

A kutatás során vizsgált ragasztott kötések elkészítéséhez a Henkel Magyarország Kft. által forgalmazott Loctite® EA 9466 – 2K epoxi szerkezeti ragasztóanyagot használtam.

A Loctite® EA 9466 egy kemény, ipari minőségű két komponensű epoxi ragasztóanyag, mely a jármű- és elektronika iparban, illetve az építőiparban használatos, nagyobb méretű funkcionális alkatrészek és modulok konstrukciós ragasztásához lett kifejlesztve. A Loctite® EA 9466 típusú ragasztóanyag legfőbb előnyeihez tartozik a magas szilárdsága lefejtéssel szemben, valamint a nagy szilárdsága a nyíró igénybevételekkel szemben, illetve a kiváló elektromos szigetelőképesége. A ragasztóanyag alkalmas a különböző módon kezelt acél-, alumínium-, polikarbonát-, nylon-, fa-, GRP- és ABS felületek ragasztására. A ragasztóanyag a két komponens összekeveredése által beindított kémiai reakció útján térhálósodik ki, melynél kiemelt fontosságú a 2:1 keverési arány (gyanta:térhálósító komponens). A kikeményedési reakció sebességét befolyásolja a rendszerben/vizsgálati helyiségben lévő levegő hőmérséklete. Amíg 22°C-on 72 óra alatt éri el a kötés a szilárdságának 100%-át, addig 80°C-on akár 1 óra elteltével képes teljes mértékben kikeményedni. A Loctite® EA 9466 kiválóan ellenáll a legtöbb ipari vegyszernek, különösen a motorolajoknak, üzem- és hajtóanyagoknak (pl.: benzin), sós ködnek, acetonnak és az izopropanolnak, melyek esetében a kötés gyakorlatilag teljesen megtartja a kezdeti szilárdságát, vagy akár növekedhet is az idő előrehaladtával. Azonban közepes-/mérsékelt ellenállóképességgel rendelkezik a víz/glicol (50/50 wt%) keverékkel, a kondenzálódó nedvességgel és a magas páratartalommal (98%-os) szemben. Rendkívül fontos, hogy a ragasztás megkezdése előtt az alapfelület legyen tiszta, száraz és zsírtól, olajtól, portól, szennyeződésektől mentes. A gyártó által biztosított adatlap alapján, a ragasztó szakadási nyúlása 3% (ISO 527-3 szabvány alapján vizsgálva), rugalmassági modulusza 1718 MPa (ISO 527-3 szabvány alapján vizsgálva), illetve nyírószilárdsága homokfűjt acél esetében 37 MPa, míg a csiszolt alumínium esetében 26 MPa (ISO 4587 alapján vizsgálva). A ragasztott kötés 20-25°C körül biztosítja szilárdságának 100%-át, mely 40°C környékén 50%-ra csökken, illetve 60-120°C között tovább csökken egészen a maximális szilárdság 10%-áig [32].

4.3. Ultrarövid impulzusos femtoszekundumos lézerrendszer

A lézersugaras felület strukturálási eljárások során egy Coherent Monaco lézert alkalmaztam, mely femtoszekundumos impulzus üzemmódban működik, 1035 nm hullámhosszon. A rendszerrel kibocsátható maximális teljesítmény 60 W, az impulzusok hossza 277 és 10,000 femtoszekundum között, míg frekvenciatartománya 188 kHz és 50 MHz között szabadon változtatható (5. ábra). A lézersugarak pásztázó fejbe való irányítása tükrök segítségével kivitelezett, ahol a mozgatható tükrök alkalmazásával irányítható a lézersugár a megfelelő pontba. A lézersugár megvezetése, irányítása egy Scanlab F-theta lencsés pásztázó rendszer segítségével kivitelezett.



5. ábra: Az impulzus üzemű femtoszekundumos lézerrendszerek munkakörnyezete [8]

A kutatás során alkalmazott pásztázási és felület strukturálási paramétereket a Scanlab programozási környezetében állítottam be. A felület strukturálása során 24 W teljesítményt, 10 μ s impulzushosszt, 750 kHz frekvenciát és 80 μ J impulzusonkénti energia értékeket alkalmaztam.

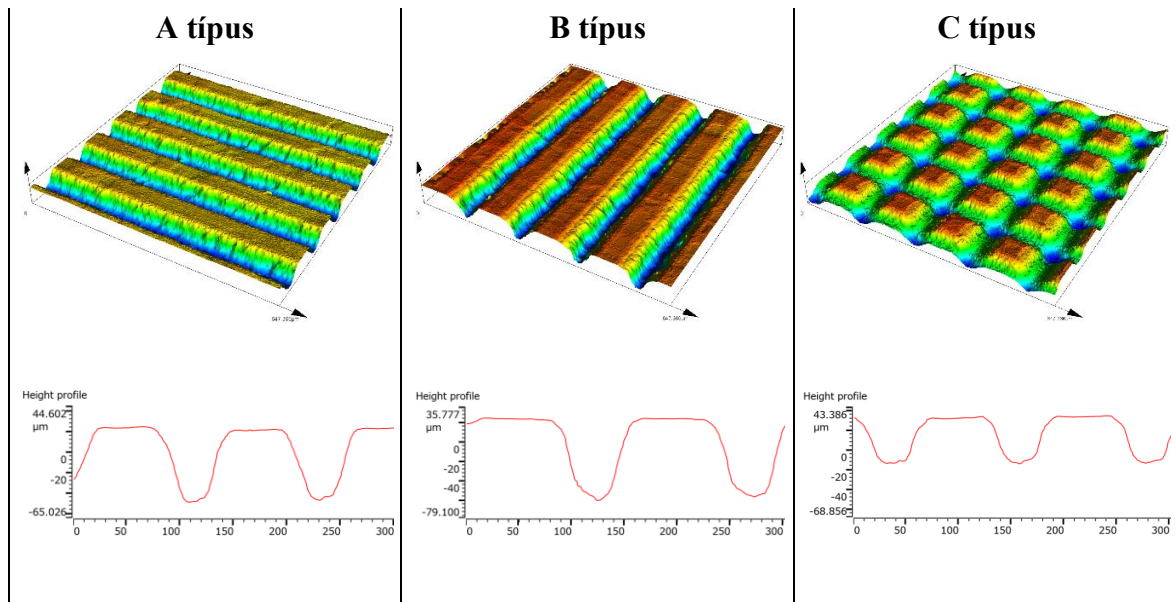
4.4. Kialakított felületi mikro-struktúrák

Jelen alfejezetben a kutatásom során kikísérletezett és vizsgált irányított mikro-struktúrákat mutatom be. A kutatás során 3 különböző típusú, lézersugárral strukturált felületet (A, B, C típus) vizsgáltam meg. Az „A” típus esetében a mintázatot vízszintes, a későbbi nyírószilárdsági vizsgálatok irányára merőleges elrendeződésben alakítottam ki. Ellenben a „B” típusú struktúrák függőleges, a nyírószilárdsági vizsgálatok irányával párhuzamos elrendezésűek voltak. Míg a „C” típusú mintázatok az előző két eset kombinációjával, tehát négyzethálós elrendezéssel rendelkeztek. Az előre meghatározott Sdr értékeket (100%, 75%, 50%, 25%) minden esetben az adott típusú kezelés mélységének célzott változtatásával állítottam elő. A struktúrák meghatározott mélységét, pedig a lézersugaras kezelés impulzus ismétlésszámának módosításával állítottam be. Az „A” típusú felület esetében a lézersugár által nem kezelt (struktúra felső egyenes felületei) és kezelt részek (völgyek) egyaránt 67 ± 2 μ m szélességgel rendelkeztek. A „B” típusú topográfiát a lineáris polarizáció jelensége miatt az „A” típusától eltérő, 79 ± 2 μ m szélességi értékekkel állítottam elő (lézersugár által kezelt és kezeletlen részek esetében egyaránt). Valamint a „C” típusú struktúrák esetében az „A” típusúval megegyező irányú kezelt részeket 67 ± 2 μ m-, a kezeletlen részeket 79 ± 2 μ m szélességgel állítottam elő. Míg a „B” típusúval megegyező irányú, kezelt és kezeletlen részeket egyaránt 79 ± 2 μ m szélességgel készítettem el. Az alábbiakban az adott mikro-struktúrák elkészítési-, alak- és méretbeli sajátosságainak bemutatását végzem el a különböző Sdr-értékek függvényében.

4.4.1. 100%-os Sdr értékkel rendelkező felületi mikro-struktúrák

Az „A” típusú, 100%-os Sdr-értékkel rendelkező felületeken lévő struktúrák mélysége $67 \pm 2 \mu\text{m}$ volt, melyet 620 lézerimpulzus ismétléssel állítottam elő, míg a „B” típusú felület esetében a $79 \pm 2 \mu\text{m}$ mélység kialakításához 850 impulzusismétlést alkalmaztam. A négyzethálósan struktúrált („C” típusú) felületeken $360 + 40$ impulzusismétlés (vízszintes irányban) és $441 + 20$ impulzusismétlés (függőleges irányban) alkalmazásával értem el az átlagos $44 \pm 3 \mu\text{m}$ mélységet (4. táblázat).

4. táblázat: 100% Sdr értékkel rendelkező felületek struktúráinak szemléltetése

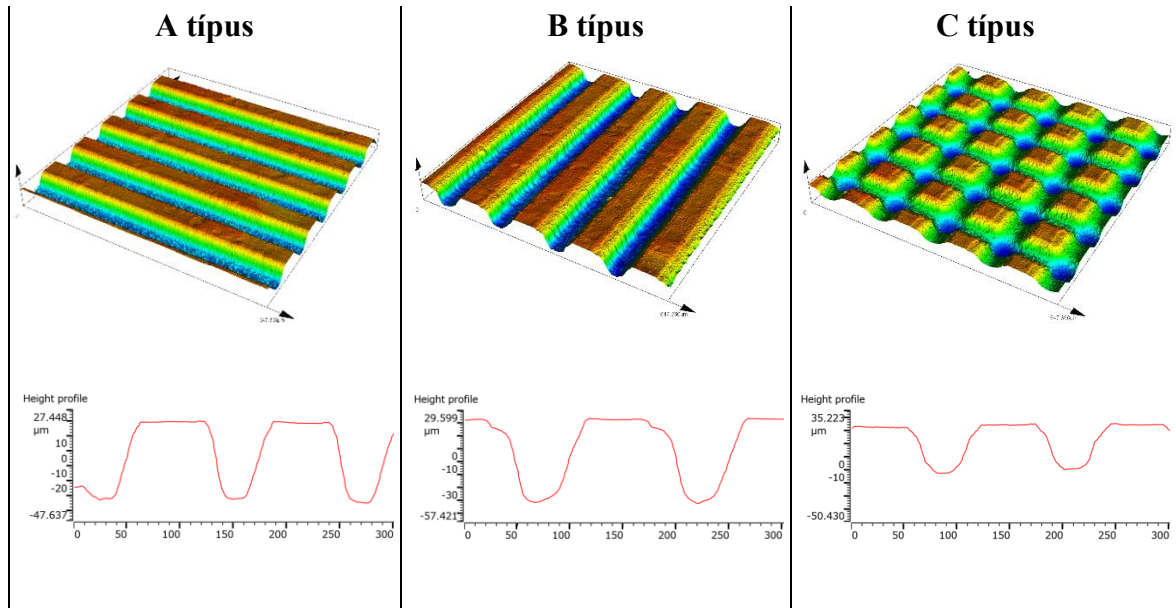


Az összetettebb geometriából és az egymásra merőlegesen elvégzett kezelésekből fakadóan egyenetlenebb topográfiát tapasztaltam a négyzethálós felületek esetében. Ebből kifolyólag a kezelés végén kisebb számú ($+40$ és $+20$) impulzusismétlést vezettem be, annak simító hatása miatt, ezáltal egy simább és egyenetlesebb struktúrát létrehozva.

4.4.2. 75%-os Sdr értékkel rendelkező felületi mikro-struktúrák

A 75%-os Sdr értékkel rendelkező felületek előállításának érdekében csökkentettem az előző fejezetben ismertetett (4.4.1) lézersugaras impulzusismétlések számát. Ennek eredményeként a vízszintes struktúrák („A” típus) mélysége $52 \pm 2 \mu\text{m}$ -, a függőlegeseké („B” típus) $62 \pm 2 \mu\text{m}$ -, illetve a négyzethálósoké („C” típus) $33 \pm 3 \mu\text{m}$ értékre változott (5. táblázat). Az „A” esetben 465-, a „B” esetben 720- és a „C” esetben pedig $260 + 40$ - és $326 + 20$ impulzusismétlést alkalmaztam.

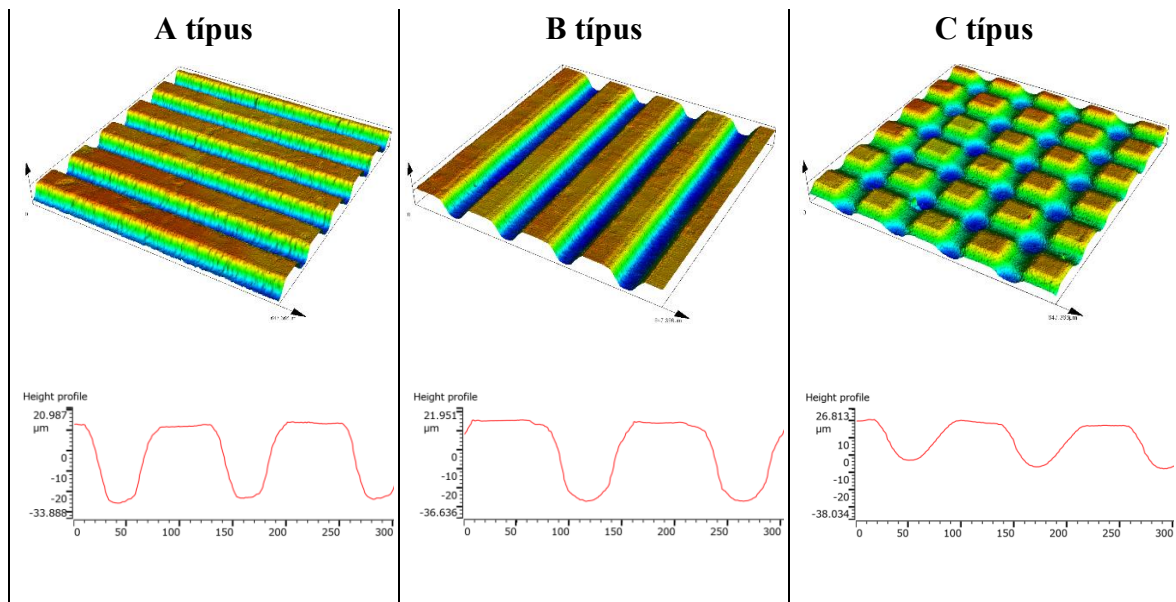
5. táblázat: 75% Sdr értékkel rendelkező felületek struktúráinak szemléltetése



4.4.3. 50%-os Sdr értékkel rendelkező felületi mikro-struktúrák

Az 50%-os Sdr értékek elérésének céljából, amíg az „A” típusú mintázatot 310 impulzusismétléssel (36 ± 2 μm mélység), a „B” típusút 425 impulzusismétléssel (36 ± 2 μm mélység), addig a „C” típusú struktúrát 160+40 és 211+20 ismétléssel (22 ± 3 μm mélység) alakítottam ki. A 6. táblázat a jelen fejezetben ismertetett paraméterekkel kialakított struktúrákat szemlélteti.

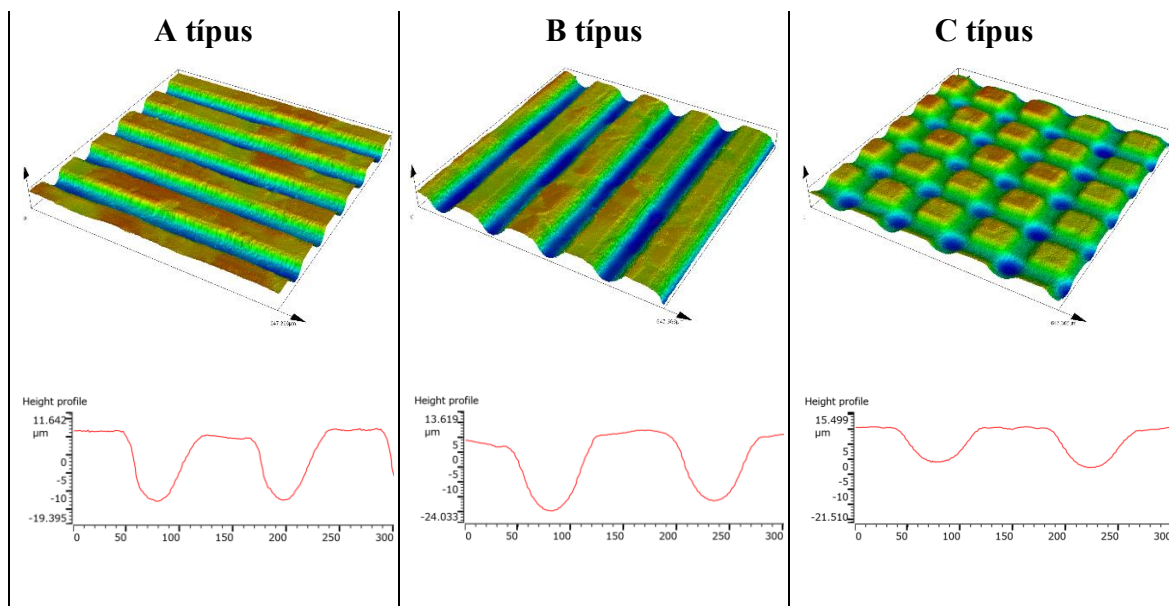
6. táblázat: 50% Sdr értékkel rendelkező felületek struktúráinak szemléltetése



4.4.4. 25%-os Sdr értékkel rendelkező felületi mikro-struktúrák

A 25%-os Sdr értékkel rendelkező vízszintes struktúrák („A” típus) mélysége 18 ± 2 μm, a függőlegeseké („B” típus) 18 ± 2 μm-, illetve a négyzethálósoké („C” típus) 11 ± 3 μm értékű volt (7. táblázat). Az „A” esetben 155-, a „B” esetben 213- és a „C” esetben pedig 60+40- és 95+20 impulzusismétlést alkalmaztam.

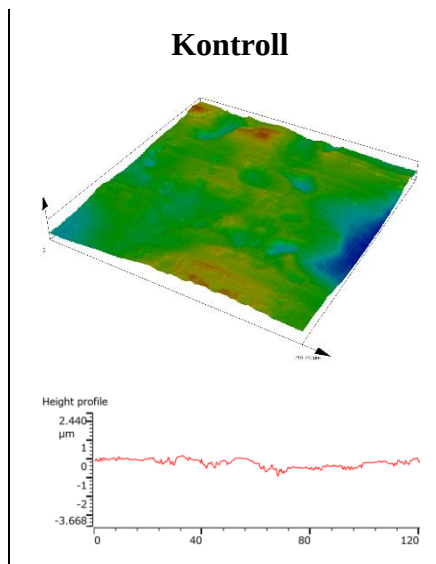
7. táblázat: 25% Sdr értékkel rendelkező felületek struktúráinak szemléltetése



4.4.5. 6%-os Sdr értékkel rendelkező kontroll felület

A kontroll felületek esetében a mintadarabokat alkoholos tisztításnak vettem alá, melyet követően a felületükön elvégeztem a szükséges vizsgálatokat és tesztek, majd elkészítettem a ragasztott próbatesteket. A kontroll mintadarabok felületi vizsgálata során átlagosan $Sdr=6\%$ -os értékeket, valamint a gyártási technológiából származó kevesebb, mint $2\text{ }\mu\text{m}$ felületi egyenetlenséget mértem (8. táblázat).

8. táblázat: 6% Sdr értékkel rendelkező kontroll felület szemléltetése



4.5. Ultrahangos felülettisztító eljárás

A kutatás során minden egyes próbatestet a lézersugaras felület struktúrállást követően, de a ragasztott kötések elkészítését megelőzően, ultrahangos tisztításnak vettem alá. Az eljárás során a mintadarabokat 10 percig, 40°C -os metanolban és 40 kHz-es frekvenciával kezeltem. Az ultrahangos tisztítás bevezetésére és alkalmazására kettő okból kifolyólag is

szükség volt. Egyrészt a lézersugaras felület struktúrázás hatására a topográfiába belsejében az abláció következtében ott maradt szemcsék, anyagmaradványok eltávolítása érdekében. Másrészt pedig a felületi energia értékének, a felület nedvesíthetőségének kiinduló, alap szintre való visszaállítása céljából, annak érdekében, hogy kizárólag a mikro-struktúrák hatását vizsgálhassam a ragasztott kötések szilárdságára. Kutatásom során megvizsgáltam az ultrahangos tisztítóval való nedvesítőképesség alaphelyzetbe történő visszaállításnak hatásosságát, melynek eredményei az 5.5 fejezetben olvashatók.

4.6. Nyugvócsepp módszeres peremszög mérési rendszer

Közvetlen az elvégzett felület struktúrázási- és egyes esetekben az ultrahangos tisztítási eljárásokat követően, a kezelt mintadarabokon nedvesítési peremszögeket mértem a nyugvócsepp módszerrel. Az eljárás során a folyadékot ráhelyeztem, hozzáérintettem a vizsgált felülethez, így a kapott eredmények a felület nedvesedési képességét tükrözték anélkül, hogy a dinamikusan rácseppenő folyadék hatásai befolyásolták volna. A mérési rendszer kialakításakor kiemelt figyelmet fordítottam arra, hogy a fényképezőgép, a fényforrás és a vizsgálni kívánt csepp egy vonalba helyezkedjen el, továbbá a fókuszpontban egy állítható magasságú tárgyasztalt helyeztem el, melyre a mintákat helyeztem. A vizsgált felületek fölé egy manuális adagolású pipettát helyeztem el, amelynek tengelye merőleges volt a mintadarabokra. A rendszer részeként egy fényforrást is alkalmaztam, amely az objektív irányába világított, így lehetővé tette a folyadékcsepp profiljának-, éles kontúrvonalának meghatározását (6. ábra).



6. ábra: A felületen kialakított struktúrák nedvesítőképességének meghatározásához alkalmazott nyugvó csepp módszeres peremszög mérési rendszer

A mérések során 5 µl-es cseppeket adagoltam a pipetta segítségével. Kétféle folyadékot alkalmaztam a Fowkes elmélet alapján: desztillált vizet és $\geq 99\%$ tisztaságú etilén-glikolt ($C_2H_6O_2$). A desztillált víz felületi feszültségének poláris és diszperziós komponensei $20^\circ C$ -on: 51 mN/m és 21,8 mN/m, míg az etilén-glikolé 19 mN/m és 29 mN/m volt.

A felvételek elkészítéséhez egy Nikon D5300 digitális tükörreflexes fényképezőgépet használtam, melyhez egy Tokina AT-X AF 100mm f/2.8 makró objektívet csatlakoztattam. Az objektívet a legkisebb fókusz távolságra állítottam be, mely 1:1-es nagyítást biztosított, ezáltal garantálva a maximális részletgazdagságot. A beállítások közül a záridő és a rekesznyílás változtatása állt rendelkezésemre, a mélységélességet a rekesz beállításával szabályoztam, míg a záridővel a beérkező fény mennyiségét határoztam meg. A legjobb eredményeket 1/100-as záridővel és f/10-es rekesznyílással értem el, amely optimális élességet és fényerőt biztosított. Az elkészült fényképeket egy számítógépes peremszögmérő szoftverbe importáltam, ahol megjelöltem a vizsgált felület és a folyadékcsepp jobb és bal oldali kontaktpontjait. Ezzel meghatároztam azt a síkot, amelyben a folyadékcsepp profilja elemezhető és mérhető. A kontaktpontok kijelölését követően érintőket húztam a csepp burkológörbéjéhez, majd kiszámoltattam a jobb és bal oldali nedvesítési peremszögeket.

A mért peremszögek értékeit átlagoltam, az így kapott átlagértékekből kiszámítottam a határfelületi energia értékeit. A Fowkes tételeknek megfelelően egy Excel program segítségével számoltam tovább.

4.7. Olympus' LEXT 5000 konfokális lézer pásztázó mikroszkóp

Az Olympus' LEXT 500 konfokális lézer pásztázó mikroszkóp egy anyagtudományi mikroszkóp, mely képes nagy felbontású, nagy sebességgel készített felvételek készítésére. Továbbá alkalmas az érintésmentes 3D vizsgálatok és mérések elvégzésére akár 10 nanométeres pontossággal is. Kétféle fényforrással rendelkezik, egy fehér fényforrással, mely a színekkel kapcsolatos adatok gyűjtésére hivatott és egy 405 nm hullámhosszon működő diódalézeres fényforrással, mely pedig a magassági és egyéb méretek, sajátosságok rögzítésére alkalmas. A mikroszkóppal 5X-, 10X-, 20X-, 50X-, 100X nagyításokban készíthetők el a különböző felvételek és felületi mérések. Legnagyobb előnyei közé tartozik, hogy használatához nem szükséges bonyolult, időigényes mintaelőkészítések elvégzése.

Kutatásom során a DP600 acél felületén kialakított mikro-struktúrákról készített mérések és felvételek készítése, valamint a lézersugaras paraméterek hatásvizsgálata során használtam az Olympus' LEXT 500 konfokális lézer pásztázó mikroszkópot, melyekhez minden esetben 20X nagyítást alkalmaztam.

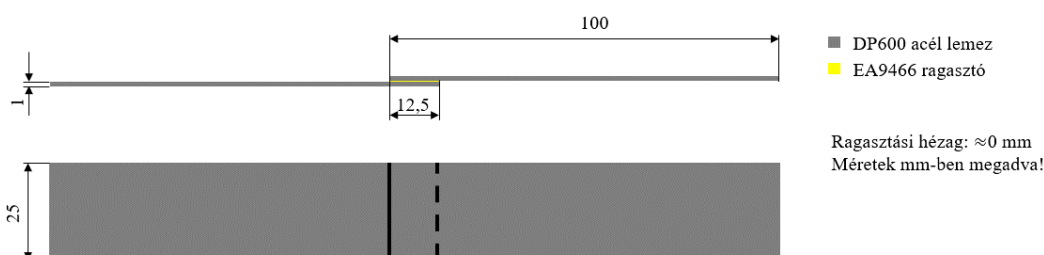
4.8. INSTRON 5900R 4482 univerzális mechanikai anyagvizsgáló gép

A kutatás során a ragasztott kötéseken elvégzett nyírószilárdsági vizsgálatokat egy INSTRON 5900R 4482 univerzális mechanikai anyagvizsgáló gép segítségével készítettem el. A mechanikai anyagvizsgáló gép továbbá alkalmas nyomóvizsgálatok, hajlítóvizsgálatok és ciklusvizsgálatok kivitelezésére. A vizsgálóberendezéssel kifejezhető maximális erő 100 kN. Továbbá a maximális keresztfej elmozdulás sebessége 500 mm/min. A mérések

során kézi szorítású befogó pofákat alkalmaztam a próbadarabok szabályos, roncsolásmentes befogása érdekében. A nyíróvizsgálatok során a külpontos húzás elkerülése érdekében közdarabokat alkalmaztam a megszorítások során, ezáltal a húzás tengelye a ragasztott területtel párhuzamos és egybeeső volt. A kutatás során, a különböző típusú struktúrákból, minden esetben öt darab próbatestet készítettem és nyírtam el az eredmények pontosságának és szórási értékek megbízhatóságának biztosítása érdekében. A nyíróvizsgálatok során egyaránt 10 mm/perc vizsgálati sebességet alkalmaztam.

4.9. ISO 4587 Nyírószilárdsági vizsgálatokra, próbatestekre vonatkozó szabvány

A kutatásom során elkészített egyszeresen átlapolt nyírási vizsgálatnak alávetett mintáimat az ISO 4587-szabványnak megfelelően készítettem el. A szabvány előírja a nyíróvizsgálatnak kitett próbatestek pontos méretét, illetve az átlapolással készített ragasztott terület nagyságát, mely alapján az átlapolt ragasztott területnek $25 \pm 0,25$ mm szélesnek és $12,5 \pm 0,25$ mm hosszúságúnak kell lennie. A szabvány szerint elkészített ragasztott területek nagysága $\approx 312,5 \text{ mm}^2$. A kutatásom során a ragasztóanyag gyártója által is ajánlott 0 mm-es ragasztási hézagot alkalmaztam a ragasztott kötések elkészítése során (7. ábra).



7. ábra: Kutatás során elkészített szabványos nyírószilárdsági vizsgálatok próbatesteinek felépítése, méretei

Továbbá a ragasztott próbatesteket, ahogy a 8. ábra is szemlélteti, a nyírási vizsgálatok során szorítófejek közé fogtam, illetve az egytengelyű igénybevétel biztosítása érdekében közdarabokat alkalmaztam a megszorítások során, majd a bemutatott vizsgálatigép segítségével elvégeztem a szükséges szabványos nyírószilárdsági vizsgálatokat.



8. ábra: A Szabványos nyírószilárdsági vizsgálatot szemléltető ábra

A nyírószilárdsági vizsgálatok során 10 mm/perc nyírási, vizsgálati sebességet alkalmaztam. A szabvány továbbá előírja a próbatestek tönkremenetelének idejét is, melynek 65 ± 20 másodpercnek kell lennie.

5. EREDMÉNYEK KIÉRTÉKELÉSE

Az eredmények kiértékelése fejezetben definiálom és szemléltetem a fentiekben már ismertetett DP600 acéllemezekeken végrehajtott felület strukturalások hatását, illetve a felület strukturalások módosító hatását a különböző vizsgálati eredményekkel bizonyítva.

A kutatótevékenységem során elért eredményeim az alábbi felépítés szerint kívánom bemutatni:

1. Ragasztott kötések nyírószilárdságának értékei a mikro-struktúrák függvényében.
2. Strukturalált felületek makro szintű nedvesítőképességének ismertetése.
3. A kutatásom során alkalmazott ultrahangos tisztítási eljárás hatásának vizsgálata a felületek nedvesíthetőségére.
4. A kutatási eredményeim mögött meghúzódó tudományos magyarázatok megvitatása.
5. Rövid irodalomkutatás egy lehetséges új mérési technológiáról.
6. Beszámoló az általam fejlesztett lehetséges új mérési technológia álláspontjáról.

A dolgozatban a kiértékelt mérési felvételek, illetve diagrammok átlagát jelenítem meg. Minden esetben 5 db mérést végeztem el.

5.1. Ragasztott kötések nyírószilárdsága a különböző irányított mikro-struktúrák függvényében

A ragasztott kötések nyírószilárdságának vizsgálata során a különböző strukturalási eljárásokkal kezelt felületek és az azokból előállított ragasztott kötések nyírószilárdságának bemutatását végzem el. Az ábrákon látható diagramok oszlopainak értékei, a vízszintes tengelyen elhelyezkedő felület strukturalási eljárások, illetve a függőleges tengelyen felvett nyírószilárdságok függvényében vannak feltüntetve (9. ábra, 10. ábra). A feltüntetett nyírószilárdsági értékek minden esetben MPa (N/mm²) mértékegységben értendők.

Kutatási eredményeim bemutatása során két különböző megközelítésből is vizsgálom a ragasztott kötések nyírószilárdságát. Egyrészt a tudományos közéletben is alkalmazott megközelítésből, melynek lényege, hogy a nyírószilárdság az alábbi (6) egyenlet alapján számolandó.

Nyírószilárdságok kiszámítása a névleges ragasztott terület értékével (6)

$$\tau = \frac{F}{A} = \frac{F}{a \cdot b} \text{ [MPa]} \quad (6)$$

ahol „ τ ” a nyírószilárdságot [MPa], „F” a maximális nyíróerőt [N], „A” a nyírt keresztmetszeti területet [mm²] jelöli.

Ezzel szemben az a tudományos felvetésem támadt, hogy a valós ragasztott területek nagyságának figyelembevételével is meg kellene határozni a kötések szilárdságát a pontosabb, tudományos összefüggések meghatározhatóságának érdekében. Felvetésem

elméleti háttérét az képezte, hogy az anyageltávolítással járó felületkezelések hatására bizonyos mértékben megváltozik a ragasztandó területek nagysága. A legtöbb felületkezelés esetén, ennek a terület növekménynek a nagyságát rendkívül nehéz, vagy nem is lehet meghatározni. Másrészt az olyan felületkezelések esetében, melyekkel irányított struktúrákat lehetséges létrehozni szabályozott módon, alkalmazható az alábbi (7) egyenlet, mellyel megismerhetjük ezen felületnövekmények, valós ragasztott területek nagyságának hatását a nyírószilárdsági értékekre.

Nyírószilárdságok kiszámítása a valós ragasztott terület értékével (7)

$$\tau = \frac{F}{A \cdot \text{Sdr}\%} = \frac{F}{(a \cdot b) \cdot \text{Sdr}\%} \text{ [MPa]} \quad (7)$$

ahol „ τ ” a nyírószilárdságot [MPa], „F” a maximális nyíróerőt [N], „A” a nyírt keresztmetszeti területet [mm²], „Sdr%” a relatív felületnövekményt jelöli.

Ezen kettő különböző megközelítésből ismertetem a ragasztott kötések nyírószilárdsági eredményeit az alábbi 5.2 és 5.3 alfejezetekben.

5.2. Nyírószilárdsági eredmények megváltozása a névleges ragasztott terület értékének hatására

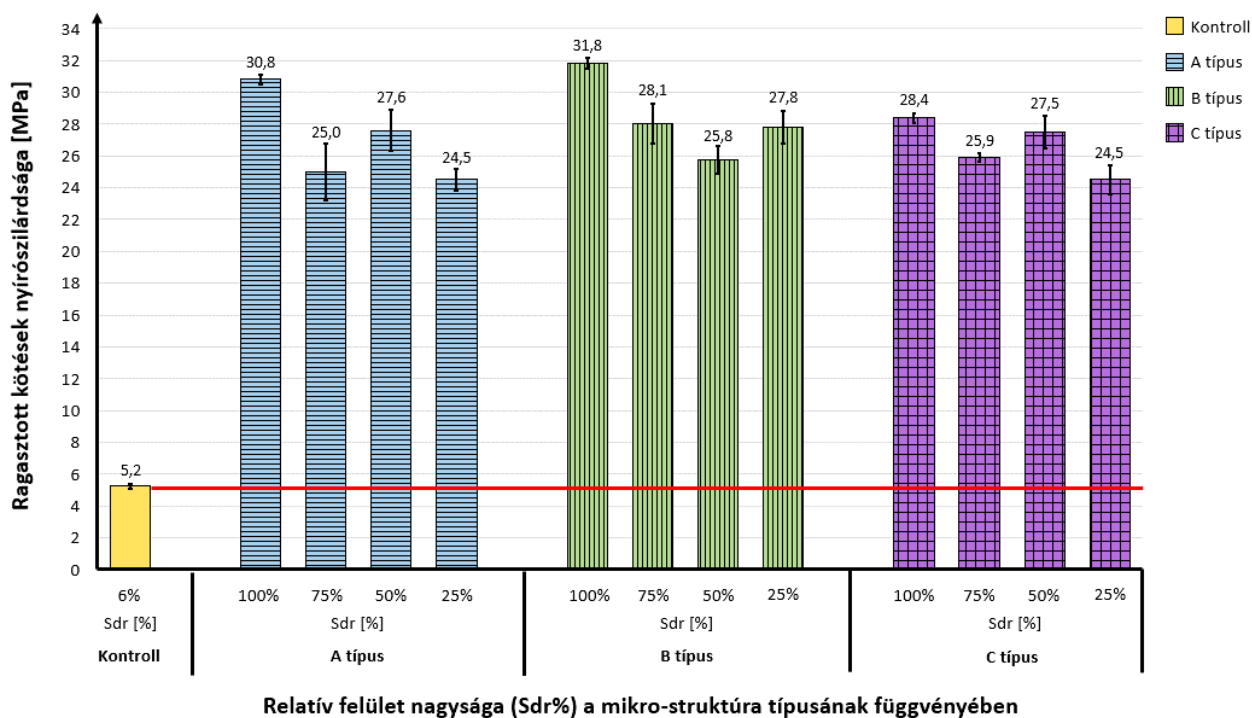
Az elvégzett vizsgálatok során minden esetben a kontroll-, alkohollal tisztított-, kezeletlen felületekből készített ragasztott kötések eredményezték a legalacsonyabb nyírószilárdsági értékeket. Ahogy az alábbi 9. ábra is szemlélteti a kontroll felületű próbatestek átlagos nyírószilárdsága 5,2 MPa volt, melyet a diagrammon piros vonallal jelöltem, mint viszonyítási értéket.

Az „A” típusú struktúrával rendelkező felületek esetében az Sdr=100% értékű próbatestek nyújtották kutatásom egyik legnagyobb szilárdsági eredményét a maguk átlagos 30,8 MPa értékével. A 75%-os Sdr értékkel rendelkező felületek között kialakított ragasztott kötések nyírószilárdsági értéke lecsökkent a 100%-os Sdr értékű próbatestek eredményéhez képest. Ez esetben a ragasztott kötések nyírószilárdsága 25 MPa volt. Ellenben az 50%-os Sdr értékű ragasztott próbatestek növekvő szilárdsági értékeket (27,6 MPa) eredményeztek a kisebb relatív felület ellenére. A 25%-os relatív felülettel rendelkező minták, pedig ismét csökkenő tendenciát mutattak, melyek átlaga ez esetben 24,5 MPa-os szilárdsági értéket eredményezett.

A „B” típusú struktúrával kialakított felületek esetében az Sdr=100% értékű minták eredményezték a szilárdsági vizsgálataim legmagasabb értékeit, esetemben ez 31,8 MPa átlagos nyírószilárdságot jelent. A 75%-os Sdr hatására romlott a ragasztott kötések nyíróigénybevétellel szembeni ellenállóképessége. Ennek eredményeként 28,1 MPa-os átlagértékeket kaptam. Azonban az Sdr=50% esetén, az „A” típusú tendenciával

ellenkezőleg, ez esetben tovább csökkentek a szilárdsági értékek (25,8 MPa), feltehetőleg a kisebb relatív felület és a struktúrák irányultságának megváltozásából kifolyólag. Ellenben az Sdr=25%-os minták, a szilárdsági értékek kismértékű növekedését eredményezték (27,8 MPa).

A „C” típusú struktúrával ellátott felületek szilárdsági értékei között is megfigyelhető, hogy a 100%-os Sdr érték eredményezte a legmagasabb nyírószilárdságot, mely ez esetben 28,4 MPa-t jelentett. Ezt követően az „A” típusú struktúrával ellátott felületekéhez hasonló tendenciát figyeltem meg. Vagyis az Sdr=75%-os minták lecsökkent szilárdságot mutattak (25,9 MPa) az Sdr=100%-os értékekhez képest. Azonban az 50%-os Sdr-rel rendelkező felületekből készített ragasztott kötések szilárdsága, mind a 75%-os, mind a 25%-os Sdr-rel rendelkező próbatestek szilárdsági eredményeihez képest kis mértékben, de javultak, mely ez esetben 27,5 MPa átlagos nyírószilárdságot eredményezett (9. ábra).



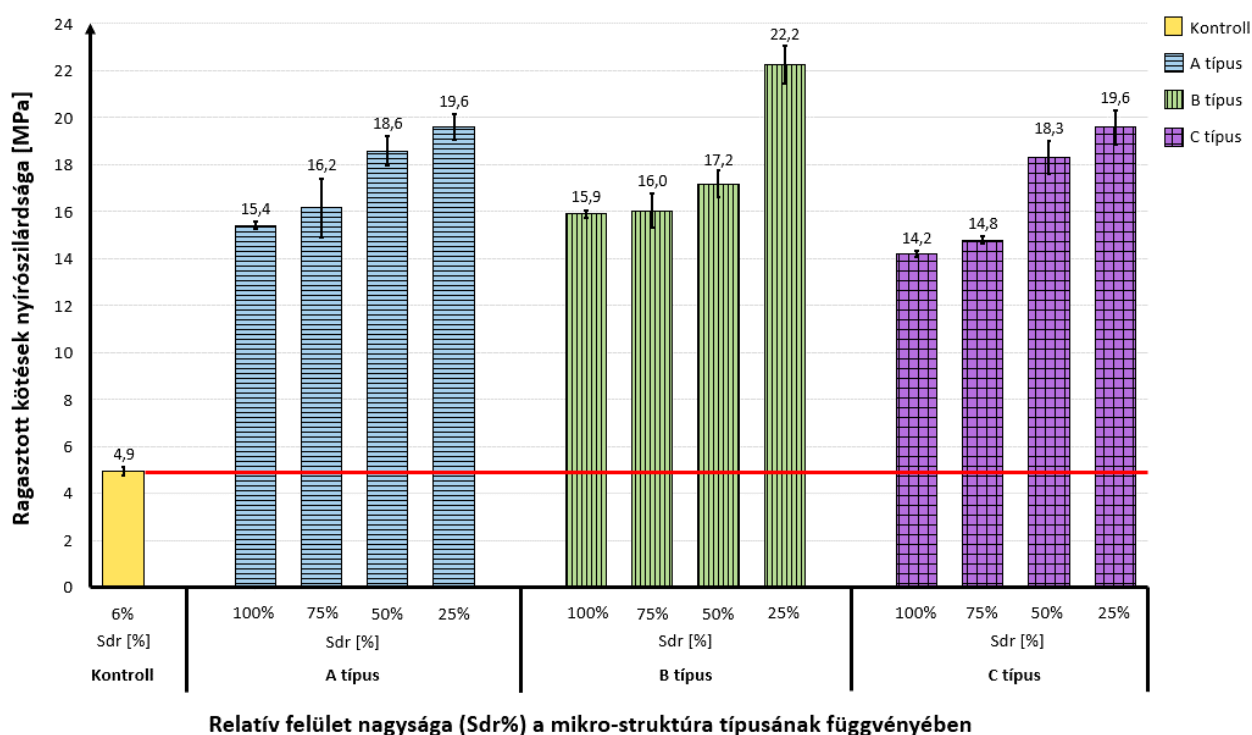
9. ábra: Ragasztott kötések nyírószilárdságának szemléltetése a felület struktúrávási eljárások függvényében (névleges ragasztott területtel való számolás esetén)

Az ismertetett nyírószilárdsági eredmények alapján látszólag a relatív felület nagyságának eltérő értékei jelentős mértékben nem befolyásolták a szilárdsági értékeket. Azonban az is megfigyelhető, hogy a struktúrázás hatására sikerült közel hatszorosára növelnem a szilárdságot a kontroll felületből készített ragasztott kötésekéhez képest. A kapott eredmények további részletes vizsgálatát és a lehetséges tudományos összefüggések ismertetését a dolgozatom végén a 0 fejezetben végzem el.

5.3. Nyírószilárdsági eredmények megváltozása a valós ragasztott terület értékének hatására

Amennyiben a szilárdsági értékek kiszámítása és ábrázolása során figyelembe vettem a struktúrálás hatására bekövetkezett felületnövekmények mértéket, az esetekben az előző fejezetben (5.2) ismertetett eredmények merőben megváltoznak. Ahogy az alábbi 10. ábra is szemlélteti a kontroll-, alapfelület kismértékű relatív felületnövekménnyel rendelkező, ebből kifolyólag a szilárdsági értéke sem változott jelentős mértékben (4,9 MPa).

Azonban az „A”, „B” és „C” típusú felületek esetében szembetűnő változást történt a relatív felületnövekmény beszámítását követően, ugyanis egy jól látható tendencia rajzolódik ki a nyírószilárdsági értékek között (10. ábra).



10. ábra: Ragasztott kötések nyírószilárdságának szemléltetése a felület struktúrálási eljárások függvényében (valós ragasztott területtel való számolás esetén)

Az „A” típusú struktúrával és 100% Sdr értékkel rendelkező felületekből készített ragasztott kötések nyírószilárdsága eredményezte a legalacsonyabb 15,4 MPa-os átlagértékeket. Az Sdr=75%-kal rendelkező minták, a kisebb relatív felület nagyságának ellenére, nagyobb nyírási szilárdságot eredményeztek (16,2 MPa) a valós ragasztási területtel való számolás esetében. Ez a növekvő tendencia figyelhető meg az Sdr=50%-os és az Sdr=25%-os minták esetében is. A legmagasabb, 19,6 MPa-os szilárdságot a legkisebb relatív felületnövekménnyel rendelkező minták eredményezték.

A „B” típusú struktúrával kialakított felületek esetében az Sdr=100% értékű minták 15,9 MPa átlagos nyírószilárdságot eredményeztek. A 75%-os Sdr hatására elhanyagolható

mértékben nőtt a ragasztott kötések nyíróigénybevétellel szembeni ellenállóképessége. Ennek eredményeként 16 MPa-os átlagértékeket kaptam. Az 50%-os Sdr alkalmazása mellett a szilárdsági értékek tovább nőttek, ez esetben 17,2 MPa-ra. Míg a jelen fejezetben ismertetett legmagasabb eredményt a 25%-os Sdr értékkel rendelkező próbatestek biztosították a 22,2 MPa-os átlag nyírószilárdsággal.

A „C” típusú struktúrával ellátott felületek szilárdsági értékei között is megfigyelhető, hogy a 100%-os Sdr érték eredményezte a legalacsonyabb nyírószilárdságot, mely ez esetben 14,2 MPa-t jelentett. Ezt követően az „A” és a „B” típusú struktúrával ellátott felületekhez hasonló tendenciát figyeltem meg. Vagyis az Sdr=75%-os minták növekvő szilárdságot mutattak (14,8 MPa) az Sdr=100%-os értékekhez képest. Azonban a 25%-os Sdr értékkel rendelkező felületekből készített ragasztott kötések szilárdsága, mind az 50%-os, mind a 75%-os Sdr-rel rendelkező próbatestek szilárdsági eredményeihez képest tovább emelkedtek, mely 19,6 MPa átlagos nyírószilárdságot eredményezett.

A bemutatásra került alfejezetek (5.2 és 5.3) kiváló szemléltetőeszközei annak, hogy mekkora mértékű változás állhat be az egyes eredményekben, csupán a nézőpont és a kiértékelési mód alapján. Az eredmények ismertetésének jelen szakaszában nehéz lenne megmondani, hogy a fentiekben bemutatott két különböző módszer közül melyik fedheti le teljes mértékben a valóságot. Ennek felkutatása érdekében méréseket végeztem a felületek makro-szintű nedvesíthetőségéről, melynek eredményeit a következő fejezetben szemléltetem és ismertetem (5.4).

Az eredmények tudományos magyarázata érdekében rendkívül fontosnak tartom, hogy az általam javasolt elmélet alapján, figyelembe vegyük az Sdr értékeket, minden olyan adhéziós, ragasztási folyamat vizsgálata során, ahol a mikro-topográfia változása jelentős szerepet játszik. Ezt hivatott bizonyítani a 10. ábra tendenciája is, mely lineáris összefüggést mutat a relatív felületi értékek nagysága és a ragasztott kötések szilárdsága között.

5.4. Struktúrált felületek makro szintű nedvesítőképessége

Ahogy azt a kutatásom célkitűzéseiről szóló fejeztemben (3) is ismertettem, összefüggést szeretnék találni a makro- és mikro nedvesítés, a felületi topográfia és az adhézió milyensége között. Mindezek mellett vizsgálom, hogy a felületen kialakított struktúrák vagy a felületek nedvesíthetősége befolyásolja nagyobb mértékben a ragasztott kötések szilárdságát. Ezt az említett tényezők mérésével és vizsgálatával kívánom elvégezni, mind felületaktívált, mind felületaktívatlan állapotokban is.

A kialakított struktúrák nedvesíthetőségét a nyugvó csepp módszeres peremszög mérési rendszerrel vizsgáltam, mind felületaktívált és felületaktívatlan állapotokban is. A nyugvó csepp módszeres vizsgálatok során desztillált vizet alkalmaztam a cseppek anyagaként.

Rendkívül fontos megjegyezni, hogy a felületek nedvesíthetőségének vizsgálata során a cseppek a kialakított struktúrák hatására minden esetben irányfüggő viselkedést mutattak. A cseppek irányfüggő viselkedésének esetében nem lehetséges a kontaktszögek megmérése, ezáltal sem a felületi energia, sem annak komponenseinek értéke nem határozható meg. Ebből kifolyólag a struktúrák makro szintű nedvesíthetőségi eredményeinek ismertetését számértékek hiányában, a cseppekről készített felvételek alapján végzem el.

5.4.1. Kontroll felületek esetében

A felületaktiválatlan állapotú kontroll minták esetében a nedvesíthetőség, vagyis a cseppek és a felületek közötti kontaktszögek, egy átlagosnak mondható értéket, hozzávetőlegesen 70° -os peremszöget képviseltek. Továbbá a kontroll mintákon elvégzett mérések során irányultságot nem tapasztaltam (9. táblázat).

9. táblázat: A kontroll felület és a csepp közötti kontaktszög szemléltetése

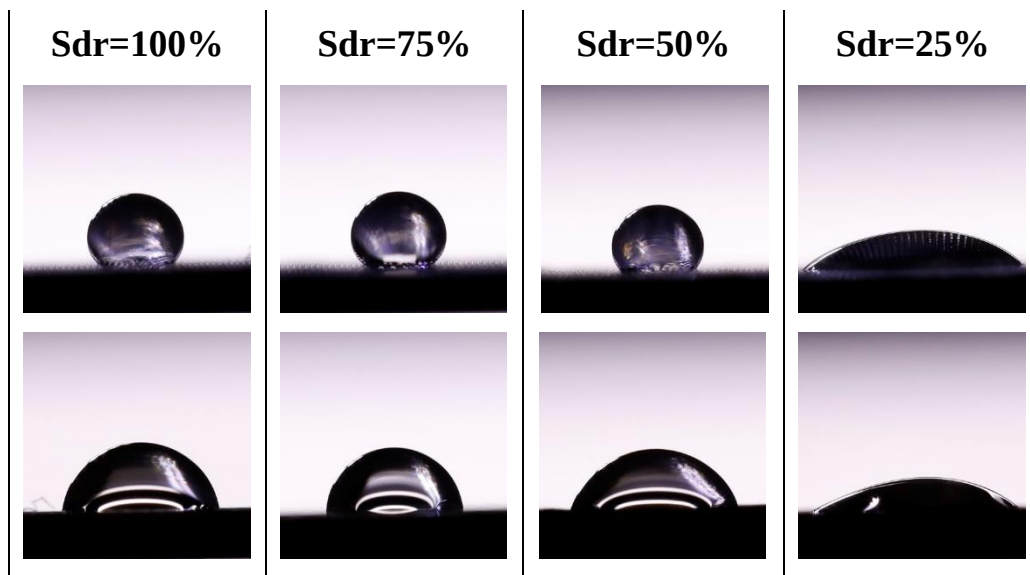


5.4.2. „A” típusú mikro-struktúrák esetében

Az „A” típusú felületaktivált állapotú (lézersugaras kezelés által aktiválva) minták szuperhidrofil viselkedést mutattak, vagyis a cseppek teljes mértékben szétterültek a felületen, ezáltal a peremszögek értéke minden esetben 5° alatt volt. A lézersugárral struktúrált, majd ultrahangos tisztítóban kezelt (a felületaktiválatlan állapot visszaállítása céljából) minták egyes esetekben hidrofób és a felületi topográfiának megfelelő irányultságú viselkedést, aszimmetrikus elrendeződést mutattak, ezért két egymásra merőleges irányból is készítettem felvételeket a cseppekről.

Az ultrahangos tisztítást követően, a 100%-os, 75%-os és 50%-os Sdr értékkel rendelkező felületeken elvégzett nedvesítésmérési vizsgálatok esetében hidrofób viselkedés figyelhető meg. A 25%-os Sdr értékkel rendelkező felület megváltozott nedvesítési viselkedést és peremszög értékeket eredményezett. Vagyis hidrofil viselkedést és csökkenő kontaktusszög értékeket tapasztaltam. A felvételek további elemzése során megállapítható a cseppek irányfüggő viselkedése, mely eltérő kontaktusszögeket eredményezett az előlnézeti, illetve az oldalnézeti irányokban (10. táblázat).

10. táblázat: Az „A” típusú struktúrával rendelkező felületek és a cseppek közötti kontaktszögek előlnézeti (felső sor) és oldalnézeti (alsó sor) szemléltetése az Sdr értékek függvényében.



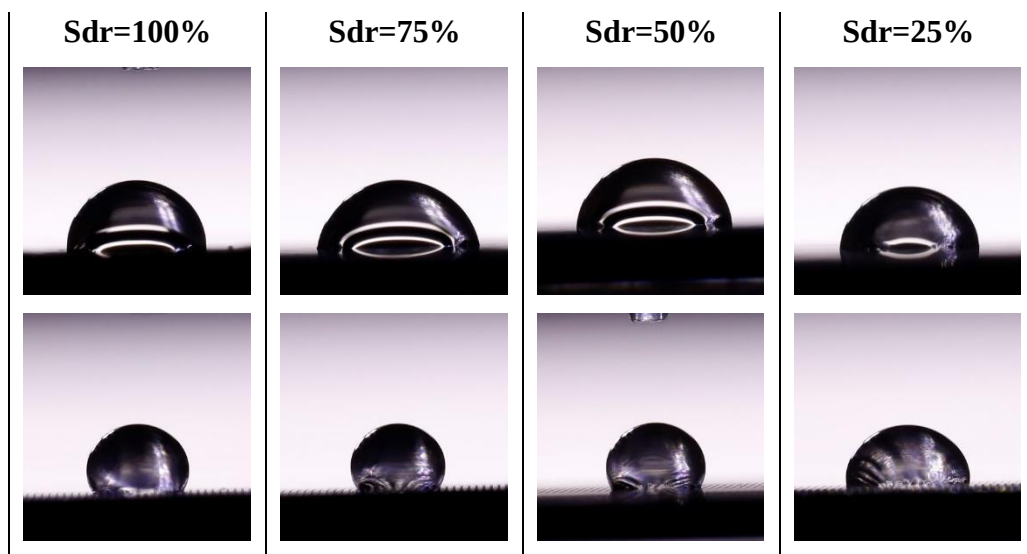
Feltételezéseim szerint, az első három esetben az irodalomkutatásomban is ismertetett Cassie-Baxter nedvesítési elmélet érvényesül, ez esetben a csepp felül a struktúra csúcsaira miközben az alatta lévő völgyeket levegő tölti ki. Így a cseppek egyszerre érintkeznek a szilárd felület és a levegő által alkotott összetett határfelületekkel, mely a cseppek hidrofób viselkedéséhez vezet. Továbbá, véleményem szerint az Sdr=25%-os felületek esetében a Wenzel nedvesítési elmélet érvényesült, ez esetben a csepp egyaránt kitöltötte (beleült) a felület struktúrájának csúcsait és völgyeit is. Feltehetőleg a 25%-os Sdr értékkel rendelkező minták esetében a struktúrák mélysége elég kicsi volt ahhoz, hogy a folyadék bele tudjon folyni a völgyekbe, míg az afeletti Sdr értékkel rendelkező felületek struktúrái túl mélyek voltak, így a folyadék nem tudta legyőzni a völgyeket kitöltő levegő kvázi „taszító” erejét.

5.4.3. „B” típusú mikro-struktúrák esetében

A „B” típusú felületaktívált állapotú (lézersugaras struktúrálás hatására aktiválva) minták is szuperhidrofil viselkedést mutattak, vagyis a cseppek teljes mértékben szétterültek a felületen, ezáltal a peremszögek értéke minden esetben 5° alatt volt. A lézersugárral struktúrált, majd ultrahangos tisztítóban kezelt (a felületaktiválatlan állapot visszaállítása céljából) minták egyes esetekben hidrofób és a felületi topográfiának megfelelő irányultságú viselkedést mutattak.

A „B” típusú struktúrák esetében is megfigyelhető, hogy a 100%-os, 75%-os és 50%-os Sdr értékekkel rendelkező felületek hidrofób viselkedést, míg az Sdr=25%-kal rendelkező felület szintén hidrofób volt, de kisebb peremszög érték mellett. Ahogy a 11. táblázat is szemlélteti, a cseppek irányfüggő viselkedését tapasztaltam, ami eltérő kontaktusszög értékeket eredményezett az előlnézeti és az oldalnézeti irányokban (11. táblázat).

11. táblázat: A „B” típusú struktúrával rendelkező felületek és a cseppek közötti kontaktszögek előlnézeti (felső sor) és oldalnézeti (alsó sor) szemléltetése az Sdr értékek függvényében.

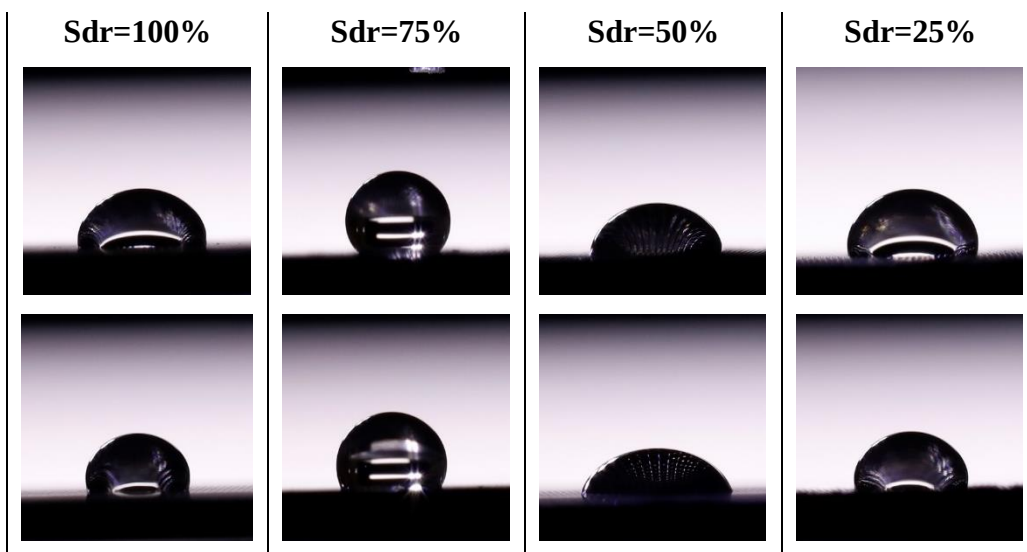


Feltételezésem szerint, a „B” típusú struktúrák esetében is a Cassie-Baxter-, valamint a Wenzel-nedvesítési elméletek alkalmazhatók a hidrofób viselkedés és a peremszögektől közötti összefüggések magyarázatára. Vagyis a 25%-os Sdr érték esetében a nedvesedési viselkedés elsősorban a Wenzel-elmélet szerint írható le, míg a 100%, 75% és 50%-os Sdr értékeknél a Cassie-Baxter modell nyújt pontosabb leírást a megfigyelt jelenségekre.

5.4.4. „C” típusú mikro-struktúrák esetében

A „C” típusú négyzethálós mikro-struktúrákon végzett nedvesítési vizsgálatok során a cseppek viselkedését, a felület komplexitása és a cseppentés eltérő helye jelentősen befolyásolta. A cseppek két egymásra merőleges irányban orientálódtak, és négyzet alapú formákat vettek fel (12. táblázat).

12. táblázat: A „C” típusú struktúrával rendelkező felületek és a cseppek közötti peremszögek előlnézetben (felső sor) és oldalnézetben (alsó sor) az Sdr értékek függvényében.

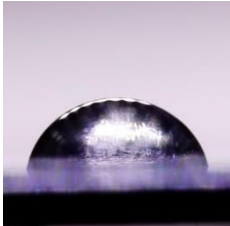
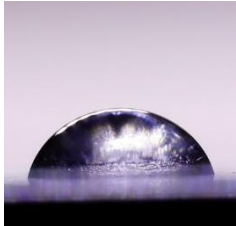


A képeken látható eltérő viselkedési jelenségek miatt jelen esetben csak következtetni tudok az egyes típusok nedvesítési hajlamára. Az eddigi eredményeimre alapozva, azt a következtetést vontam le, hogy a magasabb Sdr értékek esetén (50%, 75%, 100%), feltehetőleg ebben az esetben is a Cassie-Baxter elmélet érvényesült, vagyis a cseppek a négyzetháló csúcsain helyezkedtek el, azonban eltérő területeket lefedve, ezáltal befolyásolva a cseppek alaját. Az alacsonyabb Sdr értékeknél (25%), feltehetőleg a Wenzel elmélet teljesült, ahol a cseppek kitöltötték a négyzethálós struktúra mélyedéseinek egy részét. Az itt ismertetett feltételezéseimet az előző kettő fejezet során gyűjtött tapasztalatok, megismert eredményekre alapozva fogalmaztam meg. Véleményem szerint az „A” és „B” típusú struktúrák egyesítéséből kialakított „C” típusú struktúra esetében nem változtak meg a nedvesítési hajlamok, jelenségek, csak a struktúra komplexitásának és egyediségének hatása mutatkozott meg. Azonban a jelen fejezetben (5.4.4) ismertetett feltételezéseim igazolásának céljából, a kutatásom későbbi fázisaiban kiegészítő vizsgálatok elvégzése szükséges.

5.5. A struktúrálni folyamatokat követő ultrahangos tisztítás hatása a felületek nedvesíthetőségre

Kutatótevékenységem során vizsgálatot végeztem az ultrahangos tisztítási eljárás, felületek nedvesíthetőségére gyakorolt hatásáról is. A vizsgálat során desztillált vizet alkalmaztam a cseppek alapanyagaként. Első lépésként meghatároztam a kontroll felületek és a cseppek között kialakult érintkezési szögek átlagát. Ez esetben átlagos $71,3^\circ$ -os peremszög értéket mértem. Ezt követően plazmasugaras kezelést végeztem a felületeken, ennek eredményeként hidrofil, felületaktivált állapotot hoztam létre, mely kisebb, mint 10° -os átlagos peremszögértéket jelentett. A plazmasugaras kezelés nem végez mikro-szintű felületmódosítást (az esetleges nano-szintű felületmódosító hatása a mai napig tisztázatlan), ezáltal a méréseim során kizárólag a felületaktiváció hatását vizsgáltam. Annak érdekében, hogy megismerjem az ultrahangos tisztítás felületaktivációra gyakorolt hatását, a plazmasugárral kezelt mintákat az ultrahangos tisztítóba helyeztem és 10 percig, 40°C -os metanolban és 40 kHz frekvenciával kezeltem. Az ultrahangos tisztítást követően a felületeken mért peremszögek értékének átlaga $70,9^\circ$ volt (13. táblázat).

13. táblázat: Az ultrahangos tisztítás hatásvizsgálata során készített felvételek és eredmények szemléltetése az egyes felületaktivált állapotokban

Kontroll felület	Plazmasugaras kezeléssel aktivált felület	Plazmasugárral és ultrahangos tisztítóban kezelt felület
		
$\theta=71,3^\circ$	$\theta<10^\circ$	$\theta=70,9^\circ$

Jelen (5.5) és az előző (5.4) fejezetekben tapasztalt jelenségek és mért értékek alapján egyértelműen kijelenthető, hogy az ultrahangos tisztítással megszüntethető a felületi aktiváció, a felületi energia értéke visszaállítható az aktivációs folyamatokat megelőző állapotra. Ezáltal sikeresen bebizonyítottam, hogy a kutatásom során a különböző típusú struktúrával rendelkező felületek a ragasztott kötések kialakításakor, felületaktiválatlan állapottal rendelkeztek. Továbbá kijelenthető, hogy a felületaktiváció kezdeti állapotba (a kontroll felületéhez hasonló) való visszaállításával, lehetőségem nyílt kizárólag a mikrostruktúrák, nyírószilárdsági értékekre gyakorolt hatásának vizsgálatára.

5.6. A kutatási eredményeim mögött álló lehetséges tudományos magyarázatok megvitatása

Ebben a fejezetben a kutatásom során elvégzett vizsgálatokból, mérésekből származó eredmények közötti lehetséges összefüggéseket kívánom ismertetni. Ezt a kialakított mikrostruktúrák, a ragasztott kötések nyírószilárdságának és a felületek makro szintű nedvesíthetőségének függvényében végzem el. Az eredmények közötti összefüggéseket, két különböző megközelítési mód alapján is megvizsgálom.

Az első feltételezés alapján, a névleges ragasztott területek nagysága szerinti számolással meghatározott nyírószilárdságok esetében, nem tapasztaltam jelentős eltéréseket a különböző típusú struktúrák és a hozzájuk tartozó Sdr értékek megváltoztatásának hatására.

A 100%-os Sdr értékekkel és hidrofób felületi nedvesíthetőséggel rendelkező minták eredményezték a legmagasabb szilárdsági értékeket. Véleményem szerint a magas nyírószilárdsági értékeket (28,4 és 31,8 MPa között) a mély struktúrák hatására kialakult, úgynevezett mechanikai reteszelődés-, kapcsolódás jelensége eredményezte. A 75%-os Sdr-rel és szintén hidrofób felületi nedvesíthetőséggel rendelkező minták csökkenő szilárdsági értékeket (25 és 28,1 MPa között) eredményeztek. Feltehetőleg a kisebb mélységben kialakult mechanikai kapcsolódás okozta a kapott szilárdsági eredmények csökkenését. Az

50%-os Sdr értéknél tapasztalt szilárdsági kiugrások (hol pozitív, hol negatív) a struktúra mélységéből adódó, a mechanikai reteszeldésnek már kevésbé optimális és a Cassie-Baxter jelenség által kialakított hidrofób, vagyis kedvezőtlen nedvesítési viselkedések együttes hatása felelős a tapasztalt nyírószilárdsági értékekért. Végül a 25%-os Sdr értékű felületek esetében már nem a mechanikai kapcsolódás, hanem a megváltozott nedvesíthetőségi tulajdonságok hatására kialakult jobb adhézios kötések lehetnek felelősek a kapott 24,5-27,8 MPa közötti szilárdsági eredményekért. Véleményem szerint a mélyebb struktúrával rendelkező minták esetében a mechanikai reteszeldés-, kapcsolat hatása, míg a kisebb mélységben struktúrált minták a megváltozott, feljavult nedvesíthetőségi tulajdonságoknak köszönhetően érték el a közel azonos értékű szilárdsági eredményeiket. Vagyis a ragasztásnak kedvezőbb nedvesítési tulajdonságok hatása, feltehetőleg kiegyensúlyozta a mechanikai kapcsolódás révén elért nyírószilárdsági értékeket.

A második feltételezés alapján a valós ragasztott területek nagysága szerinti számolással meghatározott nyírószilárdsági értékek, összhangban vannak a makro szintű nedvesítésmérések során tapasztalt tendenciákkal. Ugyanis a nagyobb relatív ragasztási felületek (Sdr=100% és Sdr=75%), ellenére alacsony szilárdsági eredményeket mértem (15,4- 16,2 MPa). Véleményem szerint a nagyobb Sdr értékekkel rendelkező felületek esetében tapasztalt hidrofób (Cassie-Baxter jelenség) nedvesítési viselkedés felelős az alacsonyabb nyírószilárdsági eredményekért. Míg azon felületek esetében, ahol az Sdr értéke 50%-os volt, átmeneti nedvesítési állapot állhatott fenn, mivel az ezekből a felületekből készített ragasztott kötések, köztes, növekvő szilárdsági eredményeket biztosítottak (17,2-18,6 MPa). Azonban az Sdr=25% értékkel rendelkező, hidrofil és a Wenzel-féle nedvesítési elméletnek megfelelő minták esetében realizáltam a legmagasabb nyírószilárdsági eredményeket (19,6-22,2 MPa). Ezen feltételezés alapján, a relatív felület nagysága kevésbé, míg a struktúrák nedvesíthetősége nagyobb mértékben befolyásolja egy ragasztott kötés szilárdságát.

5.7. Struktúrák mikro-nedvesítési vizsgálatának kifejlesztése

A kutatásom során elvégzett makro szintű nedvesítésmérések során tapasztalt irányfüggő viselkedési tendenciákra alapozva, egyértelműen kijelenthető, hogy a makroszintű nedvesítésmérési eljárás nem alkalmas az irányított makro- és mikro-struktúrák alaposabb szintű vizsgálatára. Ebből kifolyólag új kutatási célt határoztam meg, melyben ki szeretnék fejleszteni egy új, eddig nem létező mikroszintű nedvesítésmérési eljárást.

A legtöbb anyag nedvesíthetőségét a hagyományos makroszintű kontaktusszög mérések alapján határozzák meg. Ahogy az ismertetett kutatási eredményeimből is megállapítható, úgy a nemzetközi irodalomban is fellelhető, hogy a makroszintű nedvesítésmérési technika

egészen eltérő eredményeket adhat a szilárd felületek heterogenitásának, a cseppek méretének, anizotróp nedvesítési viselkedésének (a természetben rizsleveleken, pókselymen, kaktusz tüskéin) és a környezeti rezgések függvényében. A makroszinten végzett érintkezési szögmérések csak egy irányban és a felület-folyadék rendszer átlagos nedvesíthetőségének jellemzésére képesek. Ellenben a mikroszintű nedvesítés vizsgálatakor, különböző irányokból elemezhetjük a cseppek alakját és további információkat kaphatunk a felületi tulajdonságokról, kémiai és fizikai heterogenitásokról.

5.7.1. Mikro-nedvesítés a nemzetközi irodalomban

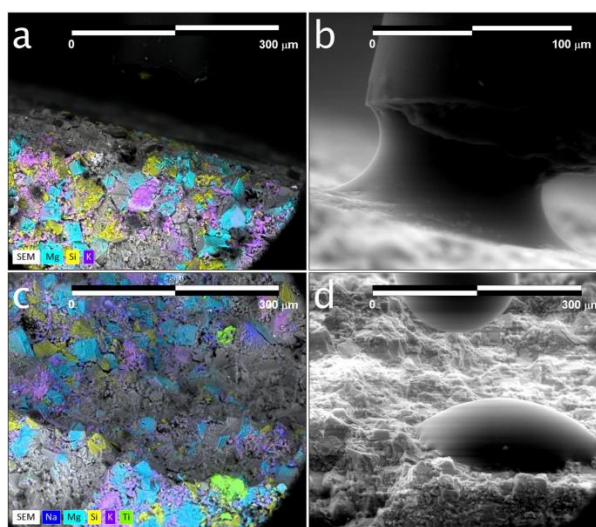
A mikro-szintű nedvesítés mérés egy rendkívül innovatív, pontos és megbízható mérési eljárás lehet a megfelelő kísérletek, kutatások és fejlesztések elvégzését követően. A tudomány jelenlegi állása szerint az ezen fajta nedvesítési módszer elterjedése még csak kezdeti fázisban tart, azonban van egy területe az iparnak, ahol már alkalmazzák a kutatások, kísérletek, vizsgálatok során. A karbonáttartalmú kőolajok, különösen a dolomitos és kalcitos mészkövek a világ kőolaj- és földgázkészleteinek több mint felét tartalmazzák. Az ilyen karbonátos szénhidrogén-tározók hagyományos módszerekkel, pl. vízzel vagy gázzal történő elárasztása, hatékony kiaknázása nagymértékben függ a kőzet nedvesedési tulajdonságaitól, különösen a repedezett, alacsony áteresztőképességű tározókban, ahol a víz spontán felszívódása a fő olajtermelő mechanizmus.

A mikroszintű kutatások célja, hogy mélyebb betekintést nyerjenek a kőzetek nedvesedési tulajdonságaiba és a szerves savaknak a nedvesíthetőségre gyakorolt hatásába, ami lehetővé teszi a CO₂-tárolás, a H₂-tárolás vagy az olajkitermelési rendszerek pontos előrejelzését. Továbbá a mikroszintű felvételek segítségével (SEM) az anyag mikroszerkezetét is lehet mikroskálán felbontású képekkel elemezni, így nagy pontossággal mérhetőek a mikrométerű érintkezési szögek. Feltételezések szerint, a különbségek az anyagok textúrájának, az ásványtani jellemzőinek, a felszíni érdességeinek és a kőzetek öregedésének függvényében változnak [33,34].

F. Zimmer és kutatótársai polietilén felületén ionos folyadékot alkalmaztak a kontaktusszög, valamint a mikro-nedvesítés és a hagyományos nedvesítési módszerek közötti eltérések meghatározásának érdekében. A kisebb méretű cseppek alkalmazása és a csepp alakjának különböző irányú vizsgálata további információkat szolgáltat a felületi tulajdonságokról. Mivel az ionos folyadékoknak rendkívül alacsony a gőznyomása, mikrométeres vagy még kisebb méretű cseppek is vizsgálhatók. Ezzel a módszerrel számos alkalmazási területen segíthet az az inhomogén felületi tulajdonságok (pl.: amorf és kristályos területek) jobb megértésében. Kutatásuk eredményeiket a peremszögek és a csepp átmérőjének függvényében vizsgálták. A hagyományos módszert alkalmazva a csepp

átmérőjének növelésével a peremszög értéke nem változott (feltételezés: a csepp átmérője mindenhol azonos). A kisebb méretű cseppek átmérőjét felülnézetből vizsgálva 10-15°-os peremszög eltéréseket is tapasztaltak a hagyományos módszerhez képest (a csepp nem szabályos, átmérője nem azonos). Továbbá megjegyezték, hogy a csepp átmérőjének növelésével a két módszer közötti peremszög értékek eltérése is növekszik [35].

Hanford J. Deglint és társai a Bakken-tartalékból (Viewfield Saskatchewan, Canada) származó mintán mikro injektálási módszerrel is vizsgálták a mikro-nedvesítést, mely módszer a tudomány jelenlegi állása szerint a legpontosabb és leginnovatívabb eljárás. Ez esetben kettő mintát vizsgáltak, az egyik minta (1A) úgy volt tájolva, hogy a felület, amelyre a cseppet helyezik közel merőleges legyen a képalkotó síkkal. Míg a másik minta kevésbé ideálisan orientált volt. A minták felületére nanoliternyi folyadékot fecskendeztek és először megmérték az előremenő és a visszahúzódó érintkezési szögeket (a folyadékcseppet előre-hátra mozgatták a minta felületén). Ezt követően meghatározták a cseppek érintkezési szöget, mikor a mikrokapilláris csövet elemelték a felülettől (nyugalmi állapotban) (11. ábra). Minden kép esetében először a csepp profilokat definiálták, majd a paraméterezett Young-Laplace-egyenletet illesztették a mikrocsepp felső felületére. Majd megvizsgálták a profilok közötti különbségeket az idő függvényében, mely segítségével megbecsülhető az imbibációs sebesség, ami viszont felhasználható a hidraulikus törésekből származó folyadék nem hagyományos tározókba való beszivárgásának időskálájának megértéséhez [37].



11. ábra: (a) A kutatásuk során használt középső Bakken minta felületének elemanalízisét szemlélteti. (b) A mikroinjekciós kísérlet során a szilikacsőből (10 μm ID, 150 μm OD) a minta felszínére befecskendezett víz szekunder elektron képe. (c) Elemanalízis egy kevésbé ideálisan orientált Bakken-minta (1B minta) esetében is. (d) Az 1B mintán elvégzett mikroinjekciós kísérlet során kialakuló szesszilisz cseppek képződéséről készített szekunder elektronfelvétel [37].

Khaloud Al-Naimi és társai karbonátos kőzetek nedvesíthetőségét vizsgálták a felszín alatti alkalmazhatóságok szempontjából. A kísérlet során desztillált víz kondenzációs módszert alkalmaztak, hogy meghatározzák a nedvesítőképességet mikro szinten. Kutatásuk során négy féle kőzeten vizsgálták a nedvesíthetőségét, melyek a következők: (A) 100 wt% kalcit, (B) 100 wt% dolomit, (C) 61 wt% kalcit és 39 wt% dolomit, (D) 100 wt% kalcit (A-B minták az Arab-D területekről, C-D minták a Sulay területekről). Továbbá a kőzetmintákat három, különböző típusú kezelésnek vetették alá a vizsgálatok elvégzése előtt. Az első típus a kontroll, természetes felületet, a második típus esetében felületaktív anyaggal való öregítést alkalmaztak (tenzid oldatban, 24 óra, 323 K, toluolos tisztítás, vákuumszárítás 2 óra), a harmadik esetben, pedig nyersolajban öregítették a mintákat (4 nap, 323 K). A makro- és mikro szintű nedvesítés mérést követően az eredmények jelentős eltérést mutattak a mért makro- és mikro kontaktusszögek között. Az A, C és D minták makroszinten olajjal nedvesek ($>110^\circ$), míg mikroszinten gyengén vizesek voltak ($<70^\circ$). A B minta azonban azonos nedvesedési viselkedést mutatott makro- és mikroskálán is. A és D minták tiszta kalcitok voltak, de enyhe különbséget mutattak nedvesítés szempontjából az eltérő felületi érdességük miatt. Továbbá fontos megemlíteni, hogy nagyobb, sűrűbb populációjú mikrocseppeket figyeltek meg a kevésbé érdes felületeken. Illetve azt tapasztalták, hogy egy kőzeten belül is többféle nedvesedési állapot jelentkezhetsz, mely ellentmond a makroszintű nedvesedési állapotnak [36].

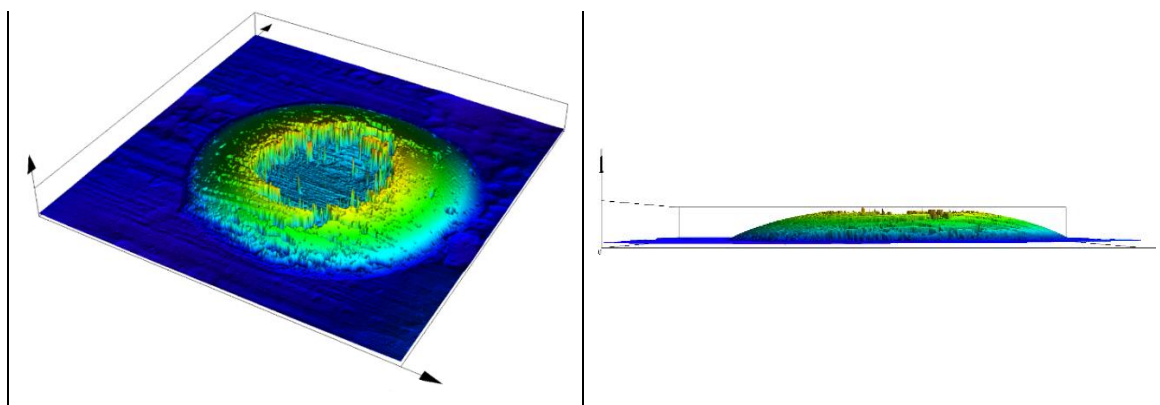
5.7.2. Kutatótevékenységemhez kapcsolódó mikroszintű nedvesítésmérés kifejlesztése

A kutatásom során alkalmazott, meghatározott Sdr értékekkel rendelkező, különböző típusú és irányultságú struktúrák nedvesíthetőségének hatékonyabb és részletesebb vizsgálatának céljából, szeretném kifejleszteni a mikro-nedvesítés mérési módszert. Ezt a mérési eljárást csak a kőolaj bányászat területén alkalmazzák, a jármű- és gépiparban még nem került kifejlesztésre ezen metódus alkalmazhatósága. Jelen fejezetben az általam fejlesztendő mikro-nedvesítés mérési eljárást, annak eredményességét és előrehaladását kívánom ismertetni.

Fontos megjegyezni, hogy a felületek nedvesíthetőségének vizsgálatát ez esetben „hétköznapi” folyadékokkal, mint például desztillált víz vagy etilén-glikol nem lehet elvégezni a folyadékok párolgásából, viszkozitásából és egyéb tulajdonságaiból adódó korlátok miatt. Továbbá az ilyen jellegű folyadékok konfokális lézerpásztázó mikroszkóppal való háromdimenziós rögzítése sem lehetséges, ugyanis a mikroszkóp nem képes a csepp kontúr vonalának és mélységének leképzésére (nem értelmezhető, zajos felvételt eredményez). Ebből kifolyólag ionos-folyadékot kell alkalmazni ehhez a típusú mérési eljáráshoz. Az ionos-folyadékok olyan szerves sók, amelyek alacsony olvadáspontjuk miatt

szobahőmérsékleten is folyékony halmazállapotúak. Általában nagyobb méretű szerves kationok és kisebb szervetlen vagy szerves anionok alkotják őket. Számos hasznos tulajdonságuk közül a legfontosabb az alacsony illékonyságuk, a magas hőstabilitásuk és a nagy ionvezető képességük.

A mérési eljárás során első lépésként az ionos-folyadékából cseppeket ($\approx 150\mu\text{m}$ átmérő) helyeztem a kontroll lemezem felületére. Ezt követően konfokális lézerpásztázó mikroszkóppal képeztem le a cseppek felületét. A háromdimenziós felvételek készítése során 50X-es nagyítást alkalmaztam. A módszer eredményességét az alábbi 12. ábra szemlélteti. Mivel a mérési módszer esetleges kifejlesztése még folyamatban van, így mérési eredményeket jelen dolgozatban nem ismertetek.



12. ábra: Az ionos folyadék csepp konfokális lézerpásztázó mikroszkóppal való háromdimenziós leképezésének szemléltetése

Fontos megemlíteni, hogy az általam kidolgozni kívánt mérési módszer kifejlesztése még nagyon a folyamatok elején tart. Azonban, ahogy a 12. ábra is szemlélteti a kontroll felület és a csepp kontaktpontjában már jelen fázisban is lehetséges lenne megmérni a peremszögek értékét.

Jövőbeli céljaim között szerepel a cseppek átmérőjének további csökkentése, annak érdekében, hogy a későbbiekben képesek legyek a struktúrák falán vagy akár völgyeinek alján is megmérni a nedvesíthetőséget. Ezáltal teljesen mértékben vizsgálhatóvá válnának az irányított struktúrák és azok belsejében jellemző nedvesítési jelenségek a cseppek irányultságának elkerülése mellett. Továbbá szeretném fejleszteni a cseppekről készített háromdimenziós leképezések minőségét (cél a csepp teljes felületének leképezhetősége) a pásztázási paraméterek irányított módosításával.

Véleményem szerint a mikro-nedvesítés mérés egy rendkívül hasznos és elterjedt technológiává nőheti ki magát a megfelelő fejlesztések elvégzését követően.

6. EREDMÉNYEK ÖSSZEHASONLÍTÁSA AZ IRODALOMMAL

A kutatásom során kapott eredmények nemcsak az irányított mikro-struktúrák hatásainak újszerű megközelítését mutatják, hanem egyértelműen bizonyítják, hogy ezen a területen jelentős tudományos hiányosságok vannak a nemzetközi kutatásokban. Az irodalomkutatásom alapján megállapítottam, hogy a nemzetközi publikációk egyikében sem találhatók meg az általam alkalmazott mérési módszerek és vizsgálatok kombinációi, így kutatásom egyedinek számít.

A nemzetközi szakirodalomban általánosságban a lézerrel struktúrált felületek hatásait elsősorban a mechanikai kapcsolódás javításának céljából vizsgálják. Azonban ezekben a kutatásokban többnyire nem foglalkoznak a struktúrák által okozott relatív felületnövekmény ($S_{dr}\%$) és a ragasztott kötések nyírószilárdsága közötti összefüggések pontos feltárásával. Kutatásom ezzel szemben átfogó módon vizsgálja a különböző S_{dr} -értékű mikro-struktúrák és a valós ragasztott terület nagyságának hatásait.

Továbbá a nemzetközi kutatásokban gyakran nem veszik figyelembe a mikro-struktúrák nedvesítőképességét sem makro-, sem mikro-szinten, holott a nedvesítési tulajdonságok alapvetően meghatározzák a ragasztóanyagok tapadási teljesítményét. Az általam végzett peremszögmérések és makro-nedvesítési vizsgálatok alátámasztják, hogy az irányított mikro-struktúrák jelentős mértékben befolyásolják a felületi nedvesítést, amely közvetlen hatással van a ragasztott kötések szilárdságára.

Kutatásom további egyedisége abban rejlik, hogy nem csupán az elért eredményeket ismertettem, hanem megpróbáltam az eredmények mögötti tudományos összefüggéseket is feltárni. A nemzetközi cikkekben az eredmények gyakran elszigetelten kerülnek bemutatásra, anélkül, hogy a kapott értékek miértjét megmagyaráznák. Ezzel szemben az én kutatásom célja az, hogy az irányított mikro-struktúrák és a felületi energia módosítása közötti kapcsolatot komplex módon értelmezsem és tudományos alapokra helyezzem a felületi jelenségek és a ragasztási szilárdság közötti összefüggéseket.

Összességében elmondható, hogy kutatásom nem csupán új megvilágításba helyezi az irányított mikro-struktúrák alkalmazási lehetőségeit, hanem olyan összefüggésekre világít rá, amelyek eddig nem kaptak kellő figyelmet a nemzetközi irodalomban. Ezzel hozzájárulhatok az ipar és a tudomány számára egyaránt releváns új ismeretek bővítéséhez. Az eredmények alapján megállapítható, hogy kutatásom minden területen egyedinek számít, és jó alapot biztosíthat a jövőbeli vizsgálatok és innovációk számára.

7. ÖSSZEFOGLALÁS

A kutatásom keretein belül a DP600 acél felületén kialakított irányított mikro-struktúrák hatását vizsgáltam a relatív felületek nagyságára ($S_{dr}\%$), a struktúrák makro-nedvesíthetőségére, valamint a ragasztott kötések nyírószilárdságára. A kísérletek során két megközelítést alkalmaztam a nyírószilárdsági eredmények elemzésére, egyrészt a névleges ragasztott terület, másrészt a valós ragasztott terület figyelembevételével. Ez a két módszertan lehetővé tette a struktúrált felületek geometriai jellemzőinek pontosabb hatásvizsgálatát, és jobban feltárta az egyes paraméterek valódi befolyását az adhéziós teljesítményre.

Az általam vizsgálni kívánt tudományos terület rendkívül kiterjedt és tele van tudományos hiányosságokkal, így jelen dolgozatban ezen területen végzett kutatásaimat ismertetem. Ugyanakkor ki szeretném emelni, hogy a kapott eredmények mögötti tudományos magyarázatok teljes feltárásához további vizsgálatok elvégzése szükséges.

Eredményeim közül a legkiemelkedőbb, hogy az egyes 100%-os S_{dr} -értékkel rendelkező mikro-struktúrák esetében a nyírószilárdság több mint 300%-kal meghaladta a kontroll felületek értékeit. A valós ragasztott terület nagyságának figyelembevétele során az eredmények pontosabb képet adtak a mikro-struktúrák tényleges hatásmechanizmusairól. A valós terület arányában számított nyírószilárdsági értékek pontosabbak és reálisabbak voltak, különösen a kisebb S_{dr} -értékű struktúrák esetében, amelyek kedvezőbb nedvesítési viselkedést mutattak, így javították a ragasztott kötések szilárdságát.

A makro-nedvesítési vizsgálatok során igazoltam, hogy a mikro-struktúrák kialakítása jelentős hatást gyakorolt az érintkezési szögekre, amelyek közvetlenül befolyásolták a ragasztott kötések tapadási és szilárdsági tulajdonságait.

A jövőbeni terveim közé tartozik kutatásom kiterjesztése új mérési módszerek és eszközök bevonásával, például a ragasztott kötésekől keresztmetszeti csiszolatok előállítása és pásztázó elektronmikroszkópos (SEM) vizsgálata annak érdekében, hogy feltárjam, mennyire képes a ragasztóanyag kitölteni a mikro-struktúrákat az egyes típusok esetében. Továbbá a következő féléves terveim között szerepel a mikro-nedvesítési módszer kifejlesztése, amely lehetővé tenné a felületi nedvesíthetőség még alaposabb és pontosabb vizsgálatát. Valamint tervezem további S_{dr} -értékek bevonását is a kísérletekbe, annak érdekében, hogy meghatározhassam a struktúrák és a relatív felület nagyságának optimumát, ezzel elősegítve a kötések szilárdságának maximalizálását.

8. KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS

Elsősorban és mindenekelőtt szeretnék köszönetet mondani a Neumann János Egyetem, GAMF Műszaki és Informatikai Karán az Innovatív Járművek és Anyagok Tanszék vezetőinek és munkatársainak, hogy biztosították a kutatásom elvégzéséhez szükséges helyiségek, eszközök, anyagok és vizsgálati berendezések, illetve a kimagasló mértékű szakértelem meglétét.

Továbbá hálás köszönettel tartozom konzulenseimnek, egyben témavezetőimnek Dr. Berczeli Miklósnak és Dr. Weltsch Zoltánnak, hogy szakértelmükkel és tanácsaikkal nagymértékben hozzájárultak a kutatásom, illetve dolgozatom sikeres végkimeneteléhez. Ők voltak azok, akik a kutatás során minden nehéz, tanácstalan pillanatban támogató személyiségükkel és hozzáértő szakértelmükkel segítették utamat a helyes, fontos döntések meghozatalában.

Köszönöm az Innovatív Járművek és Anyagok Tanszékén dolgozó Pécz-Kovács Péter, Tajti Ferenc és Bognár Adrián kollégák segítségét, mellyel hozzájárultak a kutatómunkám sikerességéhez, dolgozatom megírásához.

Köszönet illeti még:

A Bay Zoltán Alkalmazott Kutatási Közhasznú Nonprofit Kft.-t és annak kecskeméti telephelyén dolgozó Hareancz Ferencet és Juhász Gergőt, akik a kiváló szakértelmükkel és tanácsaikkal, valamint a femtoszekundumos lézersugaras berendezés biztosításával hozzájárultak a kutatótevékenységemhez.

Dr. Ispán Dávidot a Pannon Egyetem, Szerves Kémiai Szintézis és Katalízis kutatócsoport Tudományos munkatársát, aki szakértelmével és az ionos-folyadékok biztosításával hozzájárul a mikro-nedvesítés mérési céljaim eléréséhez.

Köszönettel tartozom továbbá édesanyámnak, édesapámnak, családom többi tagjának és barátaimnak, hogy mindig hatalmas szeretettel, türelemmel, biztatással bántak velem, mely rendkívül nagy támogatást jelentett számomra a tanulmányaim elvégzéséhez, valamint céljaim eléréséhez.

Végül, de korántsem utolsó sorban, köszönetet érdemel a párom Kis Katica, aki példátlan odafigyelésével, biztatásával, megértésével és szeretetével támogatott a tudományos kutatásom elvégzése és a dolgozatom megírása során.

„A 2024-2.1.1-EKÖP-2024-00008 számú projekt a Kulturális és Innovációs Minisztérium Nemzeti Kutatási Fejlesztési és Innovációs Alapból nyújtott támogatásával, a 2024-2.1.1-EKÖP pályázati program finanszírozásában valósult meg.”

9. IRODALOMJEGYZÉK

- [1] S. Ebnesajjad, A.H. Landrock, Introduction and Adhesion Theories, Adhesives Technology Handbook (2015) 1–18. <https://doi.org/10.1016/B978-0-323-35595-7.00001-2>.
- [2] A. Pizzi, K.L. Mittal, Handbook of Adhesive Technology, Taylor&Francis Group (2017).
- [3] L.F.M. da Silva, A. Öchsner, R.D. Adams, Handbook of Adhesion Technology, Handbook of Adhesion Technology: Second Edition 1–2 (2018) 45. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-55411-2>.
- [4] K.W. Allen, Some reflections on contemporary views of theories of adhesion, Int J Adhes Adhes 13 (1993) 67–72. [https://doi.org/10.1016/0143-7496\(93\)90015-2](https://doi.org/10.1016/0143-7496(93)90015-2).
- [5] K.L. Mittal, Surface Contamination : Genesis, Detection, and Control, Springer (1979). <https://doi.org/https://doi.org/10.1007/978-1-4684-3506-1>.
- [6] A.D. Roberts, Surface charge contribution in rubber adhesion and friction, J Phys D Appl Phys 10 (1977) 1801. <https://doi.org/10.1088/0022-3727/10/13/016>.
- [7] S. Wu, Polymer interface and adhesion, Polymer Interface and Adhesion (2017) 1–630. <https://doi.org/10.1201/9780203742860/POLYMER-INTERFACE-ADHESION-SOUHENG-WU/ACCESSIBILITY-INFORMATION>.
- [8] B. Miklós, Doktori értekezés - Járműipari kötések fejlesztése felületkezelési eljárásokkal, Műegyetemi Digitális Archívum (2022). <http://hdl.handle.net/10890/16958>.
- [9] J.J. Bikerman, Causes of Poor Adhesion: Weak Boundary Layers, Ind Eng Chem 59 (2002) 40–44. <https://doi.org/10.1021/IE51403A010>.
- [10] K.L. Mittal, K.W. Lee, Polymer Surfaces and Interfaces: Characterization, Modification and Application, Polymer Surfaces and Interfaces: Characterization, Modification and Application (2023) 1–424. <https://doi.org/10.1201/9780429070297/POLYMER-SURFACES-INTERFACES-CHARACTERIZATION-MODIFICATION-APPLICATION-KASH-MITTAL-LEE/ACCESSIBILITY-INFORMATION>.
- [11] E.E. Ubuo, I.A. Udoetok, A.T. Tyowua, I.O. Ekwere, H.S. Al-Shehri, The Direct Cause of Amplified Wettability: Roughness or Surface Chemistry?, Journal of Composites Science 2021, Vol. 5, Page 213 5 (2021) 213. <https://doi.org/10.3390/JCS5080213>.
- [12] P. Šiffalovič, M. Jergel, M. Benkovičová, A. Vojtko, V. Nádaždy, J. Ivančo, M. Bodík, M. Demydenko, E. Majková, Towards new multifunctional coatings for organic photovoltaics, Solar Energy Materials and Solar Cells 125 (2014) 127–132. <https://doi.org/10.1016/J.SOLMAT.2014.03.001>.
- [13] E. V. Gribanova, A.E. Kuchek, M.I. Larionov, Factors influencing the contact angle value. The contact angle, as a characteristic of the properties of solid surfaces, Russian Chemical Bulletin 65 (2016) 1–13. <https://doi.org/10.1007/S11172-016-1259-5/METRICS>.
- [14] N. Ali, J.A. Teixeira, A. Addali, F. Al-Zubi, E. Shaban, I. Behbehani, The effect of aluminium nanocoating and water pH value on the wettability behavior of an aluminium surface, ApSS 443 (2018) 24–30. <https://doi.org/10.1016/J.APSUSC.2018.02.182>.
- [15] A.T. Tyowua, M. Targema, E.E. Ubuo, Non-Wettable Surfaces – From Natural to Artificial and Applications, Progress in Adhesion and Adhesives (2020) 195–231. <https://doi.org/10.1002/9781119749882.CH7>.
- [16] R.N. Wenzel, Resistance of solid surfaces to wetting by water, Ind Eng Chem 28 (1936) 988–994. https://doi.org/10.1021/IE50320A024/ASSET/IE50320A024.FP.PNG_V03.
- [17] N. Ali, J.A. Teixeira, A. Addali, M. Saeed, F. Al-Zubi, A. Sedaghat, H. Bahzad, Deposition of Stainless Steel Thin Films: An Electron Beam Physical Vapour Deposition Approach, Materials 2019, Vol. 12, Page 571 12 (2019) 571. <https://doi.org/10.3390/MA12040571>.
- [18] A.B.D. Cassie, S. Baxter, Wettability of porous surfaces, Transactions of the Faraday Society 40 (1944) 546–551. <https://doi.org/10.1039/TF9444000546>.
- [19] J. Reitbauer, F. Harrer, R. Eckhart, W. Bauer, Focus variation technology as a tool for tissue surface characterization, Cellulose 28 (2021) 6813–6827. <https://doi.org/10.1007/S10570-021-03953-0/FIGURES/9>.

- [20] International Standard, ISO 25178-2:2021 - Geometrical product specifications (GPS) — Surface texture: Areal. Terms, definitions and surface texture parameters, (n.d.). <https://www.iso.org/standard/74591.html> (accessed November 14, 2024).
- [21] R.J. Chang, A.N. Gent, Effect of interfacial bonding on the strength of adhesion of elastomers. I. Self-adhesion, *Journal of Polymer Science: Polymer Physics Edition* 19 (1981) 1619–1633. <https://doi.org/10.1002/POL.1981.180191011>.
- [22] B. Enikő, Lézeres felületkezelés és modellezés, *Erdélyi Múzeum-Egyesület* 4 (2007). <https://doi.org/10.36242/MTF-04>.
- [23] B. Gábor, Lézersugaras technológiák I, Edutus Főiskola (2012). <http://dtk.tankonyvtar.hu/xmlui/handle/123456789/11894>.
- [24] B. Gábor, Lézersugaras technológiák II, Edutus Főiskola (2012). <http://dtk.tankonyvtar.hu/xmlui/handle/123456789/11893>.
- [25] T. Tamás, Doktori értekezés - Alumínium-polimer kötések fejlesztése, *Műegyetemi Digitális Archívum* (2022). <http://hdl.handle.net/10890/26604>.
- [26] P. Baumgart, D.J. Krajnovich, T.A. Nguyen, A.C. Tam, A new laser texturing technique for high performance magnetic disk drives, *IEEE Trans Magn* 31 (1995) 2946–2951. <https://doi.org/10.1109/20.490199>.
- [27] T.J. Geyer, W.A. Weimer, Spectral characteristics of plasma emission during ArF excimer laser ablation of YBa₂Cu₃O₇, *Appl Phys Lett* 54 (1989) 469–471. http://inis.iaea.org/Search/search.aspx?orig_q=RN:20025476.
- [28] T. Ibatan, M.S. Uddin, M.A.K. Chowdhury, Recent development on surface texturing in enhancing tribological performance of bearing sliders, *Surf Coat Technol* 272 (2015) 102–120. <https://doi.org/10.1016/J.SURFCOAT.2015.04.017>.
- [29] M. Omiya, A. Nakajima, J. Yan, Design and fabrication of micro and nano surface structures for enhancing metal–polymer adhesion using femtosecond laser treatment, *Mater Des* 224 (2022) 111349. <https://doi.org/10.1016/J.MATDES.2022.111349>.
- [30] S. Liu, Z. Zhang, Z. Yang, C. Wang, Femtosecond Laser-Induced Evolution of Surface Micro-Structure in Depth Direction of Nickel-Based Alloy, *Applied Sciences* 2022, Vol. 12, Page 8464 12 (2022) 8464. <https://doi.org/10.3390/APP12178464>.
- [31] M. Mora, H. Amaveda, L. Porta-velilla, G.F. de la Fuente, E. Martínez, L.A. Angurel, Improved Copper–Epoxy Adhesion by Laser Micro- and Nano-Structuring of Copper Surface for Thermal Applications, *Polymers* 2021, Vol. 13, Page 1721 13 (2021) 1721. <https://doi.org/10.3390/POLYM13111721>.
- [32] Henkel Adhesives, Loctite EA 9466 - 2K epoxi szerkezeti ragasztó-Műszaki adatlap, (n.d.). https://www.henkel-adhesives.com/hu/hu/term%C3%A9k/structural-adhesives/loctite_ea_94661.html.
- [33] P. Ge, S. Wang, J. Zhang, B. Yang, Micro-/nanostructures meet anisotropic wetting: from preparation methods to applications, *Mater Horiz* 7 (2020) 2566–2595. <https://doi.org/10.1039/D0MH00768D>.
- [34] A. Ivanova, A. Orekhov, S. Markovic, S. Iglauer, P. Grishin, A. Cheremisin, Live imaging of micro and macro wettability variations of carbonate oil reservoirs for enhanced oil recovery and CO₂ trapping/storage, *Scientific Reports* 2022 12:1 12 (2022) 1–12. <https://doi.org/10.1038/s41598-021-04661-2>.
- [35] Z. Felix, H. Jens, Small Scale Contact Angle Measurements using Ionic Liquids and SEM/CLSM, 39th Annual Meeting of The Adhesion Society (Poster) (2016).
- [36] K. Al-Naimi, M. Arif, M. Aboushanab, D. Anjum, M. Al Kobaisi, M.M. Rahman, M. Mahmoud, S. Iglauer, Micro-scale wettability of carbonate rocks via high-resolution ESEM imaging, *Results Phys* 52 (2023) 106871. <https://doi.org/10.1016/J.RINP.2023.106871>.
- [37] H.J. Deglint, C.R. Clarkson, C. DeBuhr, A. Ghanizadeh, Live Imaging of Micro-Wettability Experiments Performed for Low-Permeability Oil Reservoirs, *Scientific Reports* 2017 7:1 7 (2017) 1–13. <https://doi.org/10.1038/s41598-017-04239-x>.