



KECSKEMÉTI FŐISKOLA
GÉPIPARI ÉS AUTOMATIZÁLÁSI
MŰSZAKI FŐISKOLAI KAR



FÉMEK ÉS FÉMÖTVÖZETEK ELSŐ
ÉS MÁSODRENDŰ TERMODINAMIKUS ÁTRENDÉZŐDÉSEINEK
TANULMÁNYOZÁSA DMTA BERENDEZÉSEL

készítette:

Béres Gábor

gépészmérnök szakos hallgató, 2010 (V. szemeszter)

témavezető:

Dugár Zsolt

tanszéki mérnök

Kecskemét, 2012 szeptember

Tartalomjegyzék

1. Bevezetés	3
2. Irodalmi összefoglaló	4
2.1 Réz és ötvözetek.....	4
2.1.1 Jellemző tulajdonságai	4
2.1.2 Réznek és ötvözeteknek csoportosítása	6
2.1.2.1 Sárgarezek	6
2.1.2.2 Bronzok	7
2.1.3 β – β' átalakulás.....	9
2.2 Képlékenyalakítás, hengerlés	10
2.2.1 Alakváltozás	10
2.2.1.1 Rugalmas alakváltozás.....	10
2.2.1.2 Maradó alakváltozás	12
2.2.2 Rácshibák szerepe	13
2.2.2.1 Nulladimenziós hibák: ponthibák.....	14
2.2.2.2 Egydimenziós hibák: diszlokációk.....	14
2.2.2.3 Két- és háromdimenziós hibák	15
2.2.3 Hengerlés	16
2.2.3.1 Hengerléssel kapcsolatos alapfogalmak	17
2.2.3.2 Hengerléssel kapcsolatos problémák.....	19
2.2.3.3 Hengerlési eljárások csoportosítása	21
2.3 Újrakristályosodás	24
2.3.1 Az újrakristályosodás fogalma.....	24
2.3.2 Az újrakristályosodás mint hőkezelés	24
2.3.2.1 Megújulás (Recovery).....	26
2.3.2.2 Rekrisztallizáció (Recrystallization)	27
2.3.2.3 Szekunder rekrisztallizáció (Grain growth).....	31
2.4 Differential Scanning Calorimetry (DSC)	32
2.4.1 A DSC alapjai: entalpia és fajhő.....	32
2.4.2 DSC fajták	34
2.4.2.1 Hő-fluxusos DSC	34
2.4.2.2 Energia-kompenzációs	35
2.4.3 A mérést befolyásoló tényezők.....	36
2.4.4 A DSC görbe kiértékelése	36

2.5 DMTA (Dynamic, Mechanical, Thermal Analysis).....	37
2.5.1 Húzó, nyomó, nyíró és hajlító berendezés	40
2.5.2 Torziós apparátok.....	41
2.5.3 A görbe kiértékelése.....	41
3. Mérési eredmények	43
3.1 Minták	43
3.2 Mérések előkészítése	44
3.3 DMTA mérési eredmények.....	44
3.4 DSC mérési eredmények	52
3.4 Keménységmérés eredmények.....	53
4. Összefoglalás	56
5. Ábrajegyzék	58
6. Irodalomjegyzék:	60

1. Bevezetés

Az emberiség fejlődésének motorja a tudomány. E motorba kutató diákok, tanárok, professzorok, vagy olykor egyszerű közemberek üzemanyagként szállítják felfedezésük eredményeit. Munkám során én is ezt a motort próbáltam hajtani.

A dolgozat célja, egy olyan, már a műanyagok esetében bizonyított, de a fémiparban még szinte ismeretlen mérőberendezés határainak feszegetése, ami minden bizonnyal nagy előrelépést jelentene az anyagvizsgálatok tudománya számára, majd később a termelésbe való átültetésével az ipari vállalatok tevékenységeinek egyszerűsítését, gyorsítását, és maga a vállalat költséghatékonyabbá tételét segítheti elő.

A kutatás mivolta tulajdonképpen abban rejlik, hogy a már évtizedek óta fémek tulajdonságainak meghatározására is használatos DSC (Differential Scanning Calorimetry) berendezésen különböző összetételű és előéletű, hengerelt rézötvözetek újrakristályosodási hőmérsékleteit pontosan meg tudjuk határozni. Ezeket a későbbiekben összevetem a DMTA (Dynamic Mechanical Thermal Analysis) műanyagoknál használatos berendezés eredményeivel, melyből következtetni tudok a mérőberendezés alkalmasságára fémek esetében is. Amennyiben bizonyítást nyer a DMTA használhatósága, ez képes lehet részben helyettesíteni más, esetleg idő és költségigényesebb anyagvizsgálati eljárásokat.

A DSC berendezés, a fémek és ötvözetek újrakristályosodása, azaz a szemcseszerkezetük átalakulása során felszabaduló hőmennyiséget érzékeli, melyből következtetni képes az átalakult térfogat hányadra. Ezzel szemben a DMTA a hőmérsékleten kívül más, az én szempontomból talán lényegi tényezőket is figyelembe vesz.

Mivel a DMTA igen érzékeny műszer az anyagi merevség megváltozását tekintve, így az, a különböző rugalmassági tényezőknek és az anyagok belső tompítási tulajdonságainak deklarálásával pontosabban képes tükrözni egyes, a belső energiaváltozással járó átalakulásokat (például műanyagoknál az üvegesedési átmenet hőmérsékletét), mint a DSC berendezés. Erre próbálok alapozni az újrakristályosodási jelenség eme újszerű vizsgálatánál.

Az DSC méréseket, mondhatni a későbbi eredményeket igazoló méréseket, a Miskolci Egyetem Műszaki Anyagtudományi Karának Fémteni, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézetében (3515 Miskolc, Egyetemváros) végeztem. A próbatestek DMTA-ban való vizsgálatára a Kecskeméti Főiskola Gépipari és Automatizálási Műszaki Főiskolai Karának Anyagtechnológiai Tanszékén (6000 Kecskemét Izsáki út 10.) került sor.

2. Irodalmi összefoglaló

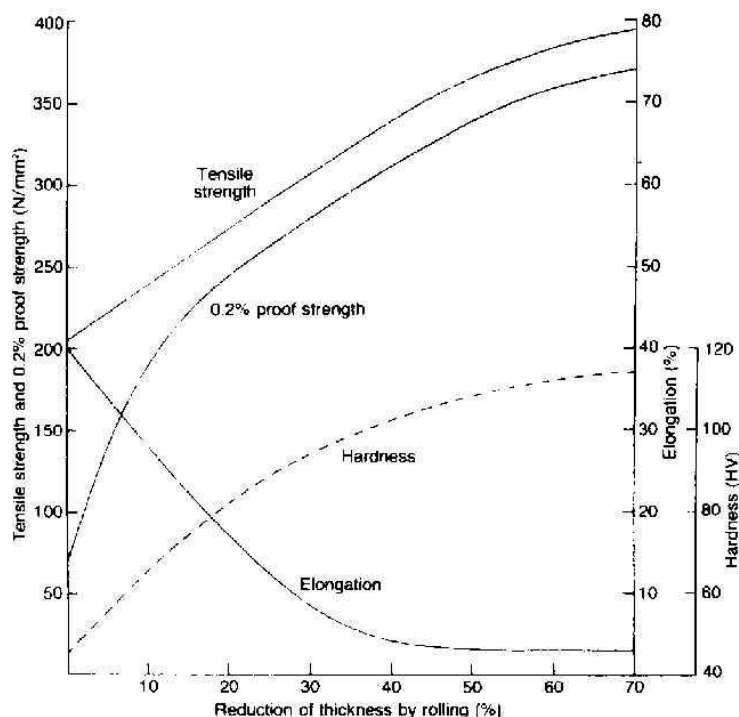
2.1 Réz és ötvözetek

2.1.1 Jellemző tulajdonságai

Kétség kívül a réz és ötvözetek voltak az első fémek amiket az ember figyelemre méltóan fel tudott használni. Néhány évtizeddel ezelőttig, a vas után a réz volt a második legnagyobb mértékben feldolgozott fém a világon. Manapság az alumínium áll a második helyen.

A legfontosabb fizikai jellemzői, a jó villamos és hővezető képesség, korrózióállóság és nagy szilárdság. Továbbá a diamágnese anyagok csoportjába tartozik, más fémekkel jól egyesíthető a hegesztés és a forrasztás technológiájával. Széleskörű alkalmazását ezeknek a tulajdonságoknak, illetve a jól önthető és alakítható mivoltának köszönheti.

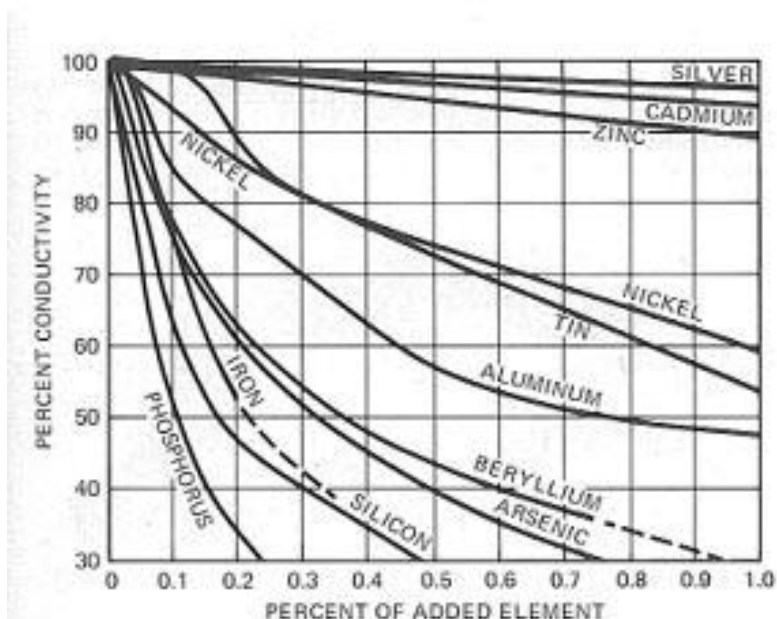
A réz köbös lapcentrált kristályrácsú, az acélnál nehezebb fém, sűrűsége 8960 kg/m^3 , olvadáspontja 1358 K ($1085 \text{ }^\circ\text{C}$), *Young-modulusa* 130 GPa , fajlagos ellenállása (293K-en) $0,018 \frac{\Omega \cdot \text{mm}^2}{\text{m}}$. Szilárdsági jellemzőiről a következő mondható el: Szakítószilárdsága (R_m) $250\text{-}450 \text{ MPa}$, keménysége 40HB , hidegen alakítva akár a 100HB -t is elérheti.



1. ábra A réz mechanikai tulajdonságjellemezői hideghengerlés hatására [17]

Ötvöző tartalom szempontjából számos formáját különböztetjük meg. Mindenek előtt, nem szabad figyelmen kívül hagyni a szilárd állapotban egyáltalán nem oldódó ötvözők közül az oxigént. A réz olvadt állapotában történő oxigén oldódás $\text{Cu}_2\text{O} + \text{Cu}$ eutektikumot

képez, ami a kristályhatárokon dermed, jelentősen rontva az alakíthatóságot és a szakító szilárdságot. Hidrogén atmoszférával érintkezve vízgőz keletkezik ($Cu_2O + H_2 = 2Cu + H_2O$), ami szemcsehatár menti repedéseket eredményezhet. A nagy tisztaságú, min 99,9%-os, jó elektromos vezetőképességű rézet (OFHC – Oxygen Free High Conductivity) oxigénatmoszférától elzártan állítják elő. A hegeszthetőség javítása érdekében foszforral dezoxidálható, (az acél, mangánnal történő dezoxidálásához hasonlóan), de mindössze 0,04 foszfor is elegendő ahhoz, hogy a vezetőképességet 25%-al rontsa.



2. ábra Ötvözők, az elektromos vezetőképességre gyakorolt hatása [17]

Léteznek szilárd állapotban mérsékelten oldódó (<9%) ötvözők is, amik vagy eutektikusan (Cr, Ti), vagy peritektikusan (Mg, Ag) kristályosodnak.

Szilárd állapotban a korrózióálló képessége kiemelkedőnek számít a fémek világában. Az oxigénnek rendkívül jól ellenáll. A felhasználhatóság szempontjából említésre méltó még a vízzel (különböző előfordulású) és a tengervízzel kapcsolatos viszonya. [2] [17] [18] [19]

Corro sive mediu m	Cop pers	Low- zincbr asses	Highzinc brasses	Specialb rasses	Phosphor bronzes	Aluminum bronzes	Siliconb ronzes	Coppenn ickels	Nickels ilvers
Oxige n	E	E	E	E	E	E	E	E	E
Seawa ter	G	G	F	E	G	E	G	E	E
Water, acidic mine	F	F	P	F	G	F	F	P	F
Water, potabl e	E	E	G	E	E	E	E	E	E

Water conden- sate	E	E	E	E	E	E	E	E	E
--------------------------	---	---	---	---	---	---	---	---	---

3. ábra Réz és néhány rézötvözet ellenálló képessége [19]

Fönről lefelé: oxigén, tengervíz, savas bányavíz, édesvíz, kondenzált víz

E – kiváló (Excellent)

G – jó (Good)

F – kedvező (Fair)

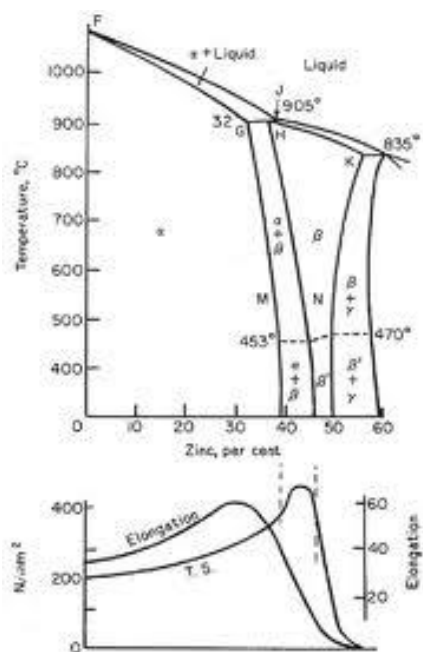
P – gyenge (Poor)

2.1.2 Réznek és ötvözeinek csoportosítása

A csoportosítást nagyban megnehezíti a széles körű felhasználhatóság, alakíthatóság, és ötvözhetőség. Több szabvány is osztályozza a rézötvözeteket a legkülönbözőbb szempontok szerint. Én a legegyszerűbb, az ötvözők anyaga és százalékos aránya szerinti elkülönítést választottam. [17] [11]

2.1.2.1 Sárgarézek

A réz fő ötvözője a cink. Az így kapott ötvözet szilárdsága és gázoldó képessége és egyben önthetősége egyértelműen javul, alakíthatósága ~ 30% Zn tartalomig nő, majd csökken. Az állapotábrából jól látható, hogy az olvadékból két fázis kristályosodik ki. A körülbelül 50% és az a feletti cink tartalmú ötvözet rendkívül rideg, így annak gyakorlati jelentősége nincs.



4. ábra Összetétel és mechanikai tulajdonságok változása a Zn tartalom függvényében [17]

Az FH vonal mentén α szilárd oldat válik ki, dentrites alakban. A G (32,5% Zn) és H (38% Zn) pont közé eső szakasz olvadékból először szintén α fázis kristályosodik ki, de 903 °C-on, egy új fázis a β jelenik meg. A hőmérséklet további csökkenésével β α -á visszaalakul.

A H pontnál magasabb cink tartalmú ötvözetek $\sim 50\%$ -ig, 453° alatt $\alpha+\beta'$ illetve β' fázisokban szilárdulnak meg. A később megjelenő a γ és egyéb fázisokkal, a túlzott ridegség miatt nem foglalkozom.

Fajtái:

a, Öntészeti sárgarezek

Jól önthetők, kis hőmérséklet közben dermednek. Fázisai: $\alpha+\beta$, illetve $\alpha+\beta'$. Felhasználás: gáz és vízszerveléyek, elektrotechnikai öntvények stb.

pl.: öCuZn33Pb2 , öCuZn40Pb ahol réz és cink mellett az ólomtartalom $0,5-3\%$ és $\sim 0,2-0,8$ alumínium és $\sim 1,2-1,6$ egyéb szennyezők is megtalálhatók.

b, Különleges öntészeti sárgarezek

Ugyanaz igaz rá ami az öntészeti sárgarezekre, csak egyéb (pl.: Mn, Fe) ötvözőket is tartalmaz.

pl.: öCuZn25Al6Fe3Mn2 , öCuZn37Mn2AlFe , stb.

c, Alakítható sárgarezek

Fázisa jellemzően a $\sim 30\%$ Zn tartalmú α .

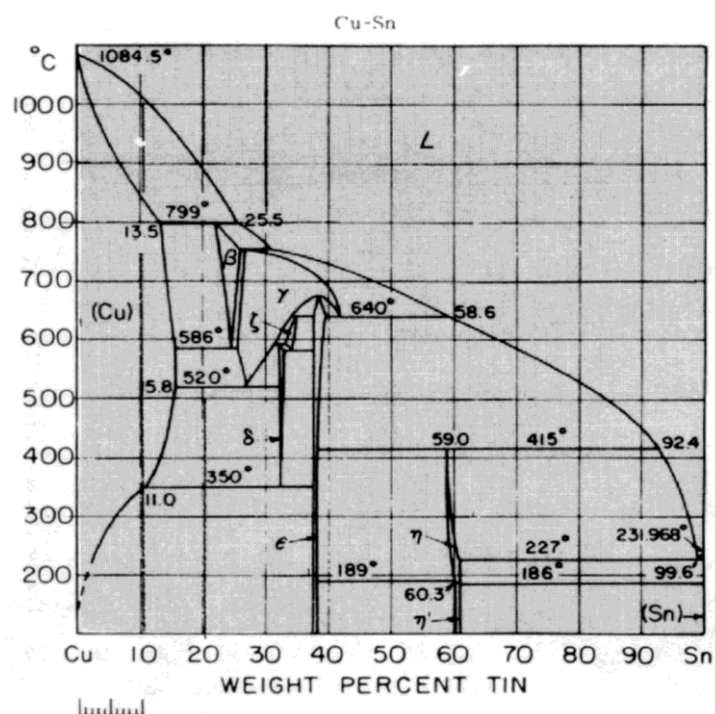
- ólommentes: mélyhúzható, hengerelhető, hajlítható, felhasználása sokféle célra történik. Pl.: CuZn5 , CuZn10 , ... CuZn40 .
- ólomtartalmú: Jól forgácsolható. felhasználása sokrétű. Pl.: CuZn40Pb2 , CuZn40Pb2Sn
- nagy szilárdságú, különleges sárgarezek: Nagyterhelésű csövek, kondenzátorcsövek, szereléyek, gépalkatrészek (csapágyak, csapágyházak, turbinalapátok) alkalmazásához. Gyakran Al és Fe ötvöztetésű, de más fémek (Ni, Si) is előfordulnak. Pl.: CuZn20Al2 , CuZn39Ni5 , stb. [17] [11]

2.1.2.2 Bronzok

Az egyik legrégebben alkalmazott fém a földön (kb 2000 éves). A bronzkor évszázadaiban élte virágkorát. Később a magas ára miatt kiszorult a tömeges felhasználásból.

a, Ónbronzo

Legfőbb ötvöző az ón. 20% -os ötvözöttségig nő a szakítószilárdság, utána drasztikusan csökken, az nyúlás $\sim 8\%$ óntartalomig nő, majd az is csökkenőbe megy át.



5. ábra Ónbronzok egyensúlyi fázisdiagramja [17]

Az olvadáspont pont alá hűtve, Sn=14%-ig α szilárd oldat kristályosodik ki. Akárcsak a sárgaréznel, itt is ez a legkönnyebben alakítható szövetelem. Sn=22%-nál jelenik meg a β fázis. A β 520°C alatt δ -á alakul, ami kemény rideg szövetelem. A lágy α és a beleágyazott δ fázis együttesen biztosítja a bronzok jó kopási és siklási tulajdonságait, amit csapágyak készítésénél kamatoztatnak. További folyamatos hűtéssel a δ , 350°C alatt ϵ szövetelemmé alakul.

- alakítható ónbronzok

Fázisa α , Sn tartalom 2-14%. Hidegen jól megmunkálható, forrasztható, hegeszthető. Áramvezető és tengervízzel érintkező gépalkatrészek iparában a legelterjedtebb. Pl.: CuSn4

- Önthető ónbronzok

Szövetük $\alpha+\delta$ vagy $\alpha+\epsilon$ eutektoid. Csapágyak alapanyagának számottevő részét képezik. Gyakori ötvöző a cink ~1- 5%-ban. Pl.: ϵ CuSn12,

b, Alumínium bronzok

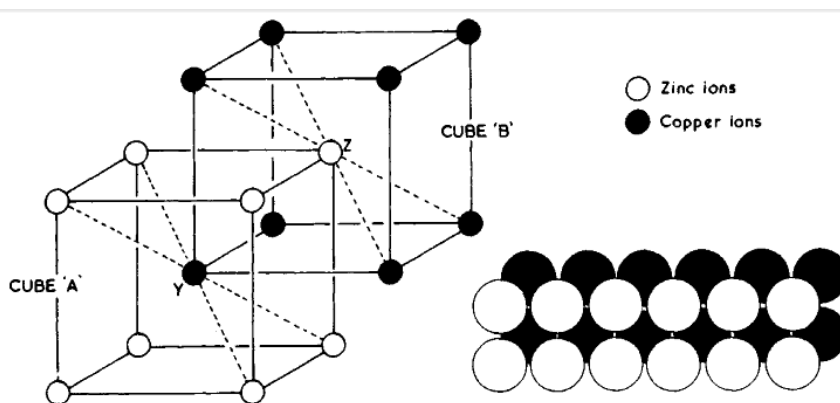
Az alumínium ötvözéssel a réz szakító szilárdsága, korrózió, hő, sav és kopásállósága javul, és egyben a hidegen jól alakítható mivoltát megőrzi. Nagyjából 8% Al tartalom fölött megindul a ridegedés, ami megakadályozza a nagyobb arányú ötvöztetés szükségességét. Vegyipari berendezések, csővezetékek gépalkatrészek formájában találkozhatunk velük akár kénes, vagy savas közegben is.

Számos fajtája létezik még a rézötvözeteknek amikre nem térhetek ki a teljesség igénye nélkül. Például a foszfor bronzok, magnézium bronzok, berillium bronzok (a legnagyobb szilárdságú - 1300-1400Mpa - nemesíthető rézötvözetek. 1,75-2,5% berilliumot, és valamivel több mint 0,5% kobaltot tartalmaznak), ólombronzok, rézezüst, rézarany, réznikkel, és még sorolhatnám. [17] [11]

2.1.3 $\beta - \beta'$ átalakulás

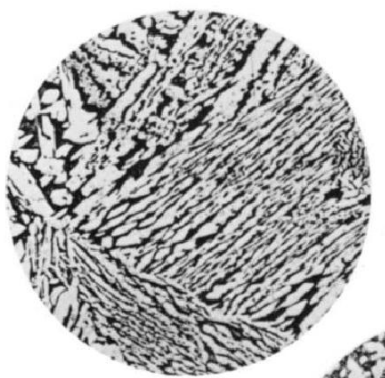
A DMTA mérőberendezés grafikusan jeleníti meg a mérési eredményeket. Ez azt jelenti, hogy a hőmérséklet függvényében ábrázolt rugalmassági modulus és fázisszög eltérés értékek, az x-y koordináta rendszerben egy csúcsot adnak. A csúcs alakjából és számszerű jellemzőiből tudjuk meghatározni a vizsgált átalakulás jellemzőit. Bár a dolgozatban elsősorban az újrakristályosodás jelenségét tanulmányozom, a $\beta - \beta'$ átalakulás lejátszódása is jól látható a grafikonon.

A magas Zn tartalommal rendelkező sárgarezek esetében, lassú hűtés hatására, $\sim 400\text{ }^{\circ}\text{C}$ alatt, egy úgynevezett közbenső, β' fázis jelenik meg a szövetszerkezetben. Ez a szövetelem kemény és mégis szívós szobahőmérsékleten, illetve könnyen képlékennyé tehető $\sim 400\text{ }^{\circ}\text{C}$ felett, amikor ugyanis egy lágyabb, β fázissá alakul át. Ezek alapján kijelenthetjük, hogy a szobahőmérsékleten is viszonylag puha, jól alakítható α , és a β' tartalmazó szövetszerkezetű ötvözetek gyakorlati értéke magas. A β' fázis szerkezete két egyszerű köbös rácsból összeálló térben köbös felépítést mutat, tulajdonképpen megegyezik a nem túl gyakori cézium-klorid elem mikorszkópikus szerkezetével.



6. ábra β' fázis rácsszerkezet [17]

Körülbelül 240°C alatt a β' $\alpha + \gamma$ fázisokká alakul. Az átlagos ipari gyakorlatban azonban ezt az átalakulást kikerülik a megfelelő technológiai paraméterek beállításával, ugyanis a γ fázisnak, túlzott ridegsége miatt nincs használati értéke. [17]



7. ábra $\alpha + \beta'$ szövetskép [17]

2.2 Képlékenyalakítás, hengerlés

Az általam vizsgált próbatestek a jelenlegi alakjukat hengerlési eljárás során érték el. A hengerlés, az egyik legősibb képlékeny alakítási művelet. Képlékeny alakítás alatt olyan alakadó műveleteket értünk amely során az anyag először rugalmas, majd maradandó alakváltozást szenved és felveszi az általunk meghatározott formát.

2.2.1 Alakváltozás

2.2.1.1 Rugalmas alakváltozás

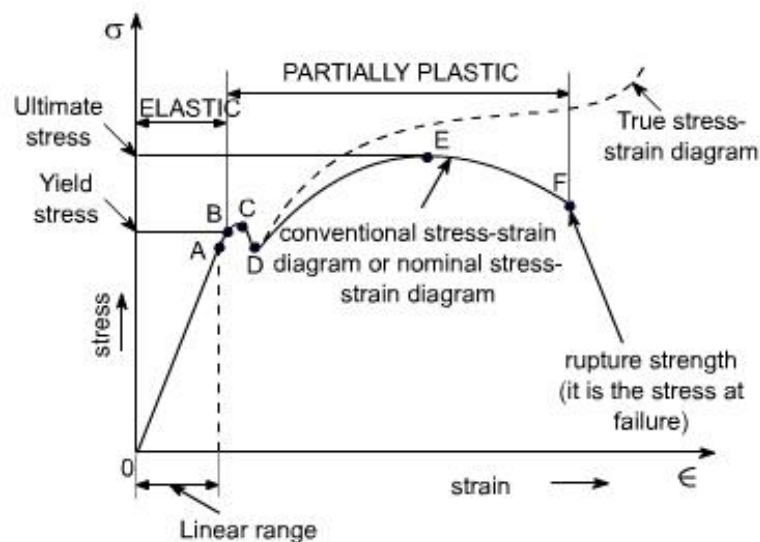
A fémekben és ötvözetekben külső erő hatására makroszkópikus (méret és alakváltozás) változások zajlanak le. Ha a külső erő megszűnésével az anyag visszanyeri eredeti állapotát, akkor rugalmas alakváltozásról beszélünk. Az elasztikus alakváltozás legfőbb jellemzője, hogy az igénybevétel nem ébreszt a *folyáshatárnál* nagyobb feszültséget az adott anyagban.

$$\text{Folyáshatár: } Re = \frac{F_e}{S_0} \text{ [MPa]}$$

R_e : folyáshatár [MPa]

F_e : folyáshatár erőszükséglete [N]

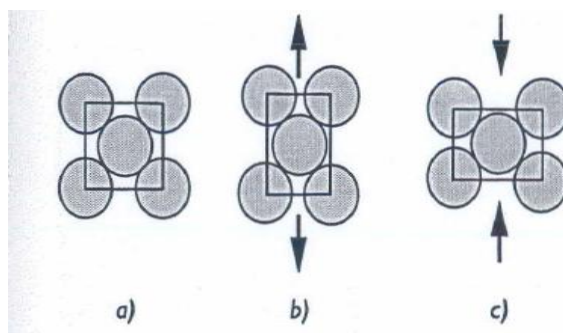
S_0 : próbatest keresztmetszet [mm^2]



8. ábra Szakító diagram [10]

Az egyes anyagok folyáshatárát szakítóvizsgálatokon mérték ki. Ez nélkülözhetetlen a mérnöki gyakorlatban, a szerkezetek szilárdsági tervezése és az ellenőrzése során.

A jelenség a kristályrácsban elhelyezkedő atomok közötti összetartó erővel magyarázható. Ha ezek az atomok külső igénybevétel hatására kimozdulnak egyensúlyi helyzetükből, közöttük vonzó, vagy taszító erő ébred, amely egy bizonyos feszültségi szintig (az anyagra jellemző folyáshatárig) elegendő a deformáció visszafordításához.



9. ábra Rugalmas alakváltozás [1]

a, nyugalmi állapot

b, húzás

c, nyomás

Az elasztikus alakváltozás matematikai alapját a *Hooke-törvény* írja le:

$$\sigma = E \cdot \varepsilon$$

σ – mechanikai feszültség

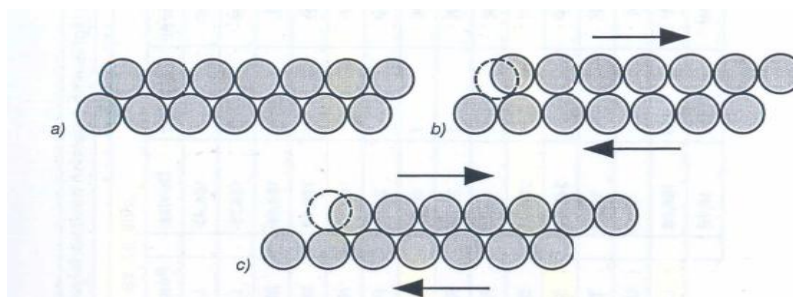
E – rugalmassági modulus (Young-modulus) anyagra jellemző tulajdonság

ε - alakváltozás

2.2.1.2 Maradó alakváltozás

Fémekben vagy ötvözetekben plasztikus alakváltozás következik be a folyáshatárnál nagyobb feszültséggel való terhelés esetén. Az anyag, a terhelés előtti alakját nem képes visszanyerni a feszültséget okozó erőhatás megszűntetése után sem. Az atomok kimozdulnak nyugalmi helyzetükből, megváltoztatva ezzel a rácsszerkezet tulajdonságait.

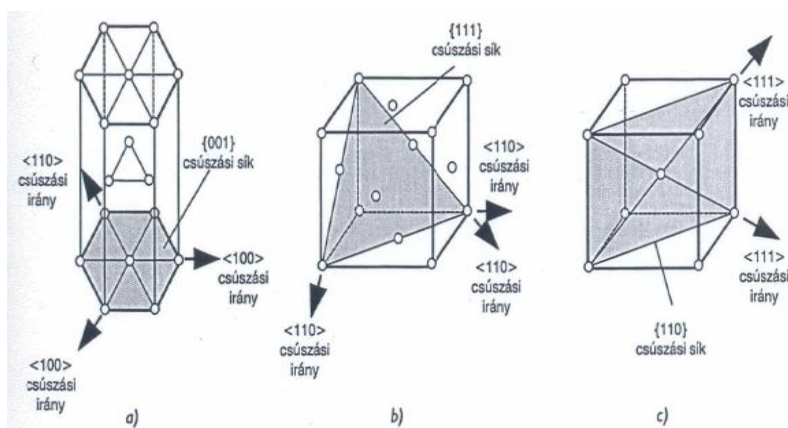
Ez az atommozgás, az atomoknak azon a kristálytani síkon való elcsúszásával megy végbe, ahol a legtöbb atom helyezkedik el. Az elcsúszáshoz szükséges tehát egy sík, ami mentén az atomok elcsúszhatnak, illetve az úgynevezett *kritikus csúsztató feszültségnél* nagyobb mértékű igénybevétellel való terhelés. A kritikus csúsztató feszültség anyagfüggő jellemző, akárcsak a folyáshatár. Nem szabad arról megfeledkezni, hogy bizonyos ötvözők, jelentősen képesek befolyásolni mindkét jellemző nagyságát.



10. ábra Atomsíkok elmozdulása [1]

a, nyugalmi állapot
b, csúszás megindulása
c, egy rácsparaméternyi elmozdulás

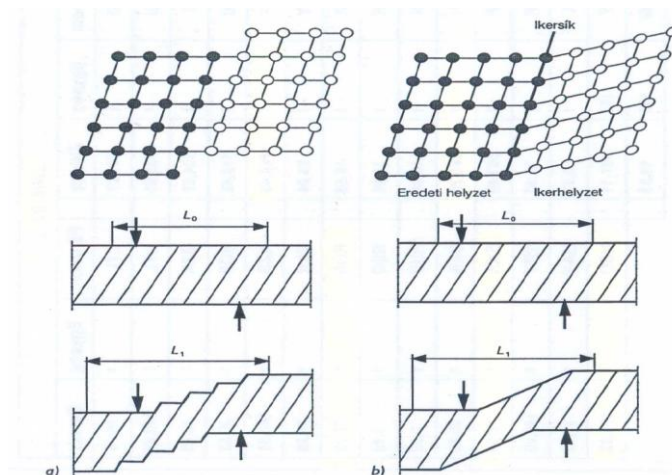
A valóságban leggyakrabban előforduló elemi cellafajták (szobahőmérsékleten) jellegzetes csúszási síkjait a 9. ábra mutatja.



11. ábra Elemi cellafajták csúszási síkjai és irányai [2]

a, hexagonális rács (titán, cink)
b, felületen középpontos köbös rács (réz, alumínium)
c, térben középpontos köbös rács (vas)

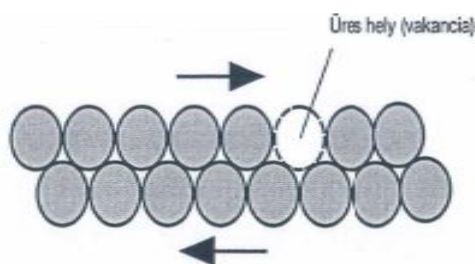
A maradandó deformáció másik lehetséges szubmikroszkópikus módja az ikerképződés. A különbség az elmozduló kristályrészek irányultságában rejlik. Míg mechanikus csúszás esetén az irányultság változatlan marad, ikerképződésnél ez nem mondható el. A jelenség rendkívül gyorsan, rácsátbillenéssel megy végbe, amit az ikersík határol. [1] [2] [10] [11] [13]



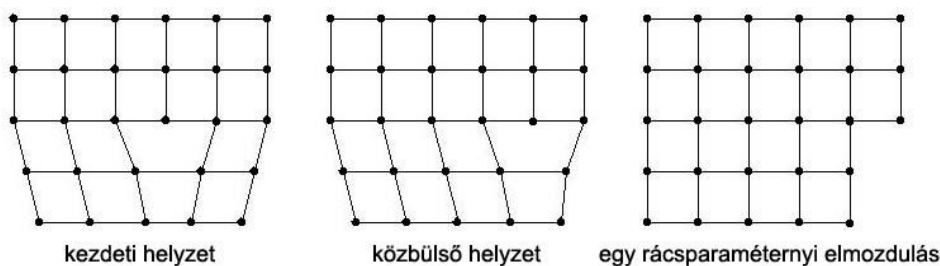
12. ábra Csúszási (a) és ikerképződési (b) mechanizmus [2]

2.2.2 Rácshibák szerepe a képlékeny alakváltozásban

Az atomsíkok csúszásának megindításához és fenntartásához, mintegy ezerszer akkora csúsztató feszültségre lenne szükség mint amit a valóságban a kísérletek során kaptak. A teljes atomsík elmozdításához szükséges erő tört része is elegendő, hogy deformációt okozzon az anyagban, ha nem egyszerre, merev testhez hasonlóan kell elmozdítani a sík összes atomját. A rácshibák helyén a hibátlan atomsík megszakad, a kritikus feszültség kisebb, tehát ott fog megindulni az elmozdulás. [1] [2] [11] [12]



13. ábra Atomi mozgások vakancia segítségével [2]



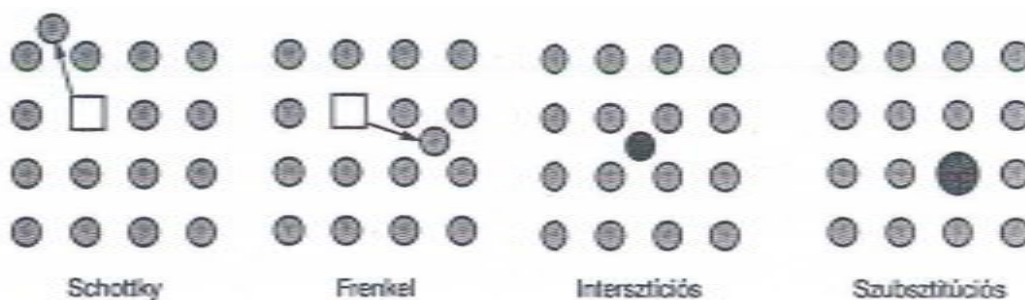
14. ábra Atomsík elmozdulása diszlokáció segítségével [12]

2.2.2.1 Nulladimenziós hibák: ponthibák

Két fajtájuk ismert, az üres rácshely (vakancia) és az idegen atom.

Üres rácshely úgy jön létre, hogy a kristályrácsot alkotó egyik atom elhagyja helyét. Ha a rácshely felületére távozik akkor *Schottky* ha a rácshely belsejébe akkor *Frenkel* féle hibáról beszélünk.

Az rácsban oldott idegen atomot, ha rácshelyen akkor *intersztíciós* hibának, ha egy másik atom helyén ül akkor *szubsztitúciós* hibának tekintjük.

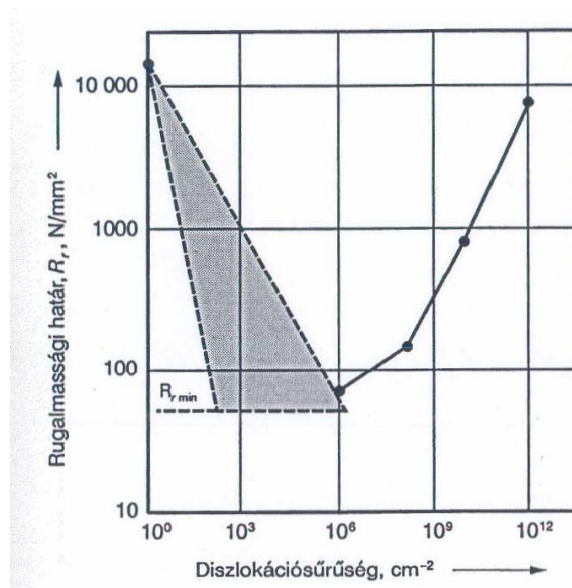


15. ábra Nulladimenziós rácshibák [2]

A nulladimenziós rácshibák szilárd állapotú anyagokban lezajló atomi szintű mozgását, azaz a szemcsehatárokon történő atomátlépéseket, rövidtávú diffúciónak nevezzük. A jelenségnek jelentős szerepe van az újrakristályosodás lezajlásában. [2]

2.2.2.2 Egydimenziós hibák: diszlokációk

Keletkezésük a kristályosodáshoz, a képlékeny alakításhoz és az újrakristályosodáshoz köthető. Számuk jelentős hatással van a mechanikai tulajdonságokra. $10^6 \left[\frac{db}{cm^2} \right]$ számú diszlokáció esetén a legerugalmasabb az anyag. Külső erő hatására a sűrűségük megnő, mozgásuk megindul. Az ugyanabban a síkban haladó ellentétes előjelű diszlokációk kioltják egymást, az azonos előjelűek a szemcsehatárnál feltorlódhatnak, egymás mozgását a környezetükben lévő mechanikai feszültség miatt akadályozzák. A szilárdsági jellemzők (szakítószilárdság, folyáshatár, keménység) javulnak (alakítási felkeményedés), a képlékenységi jellemzők (nyúlás, kontrakció, ütőmunka) romlanak. A kristályhatárt terhelő feszültség olyan nagy is lehet, hogy az, az anyag repedéshez is vezethet.

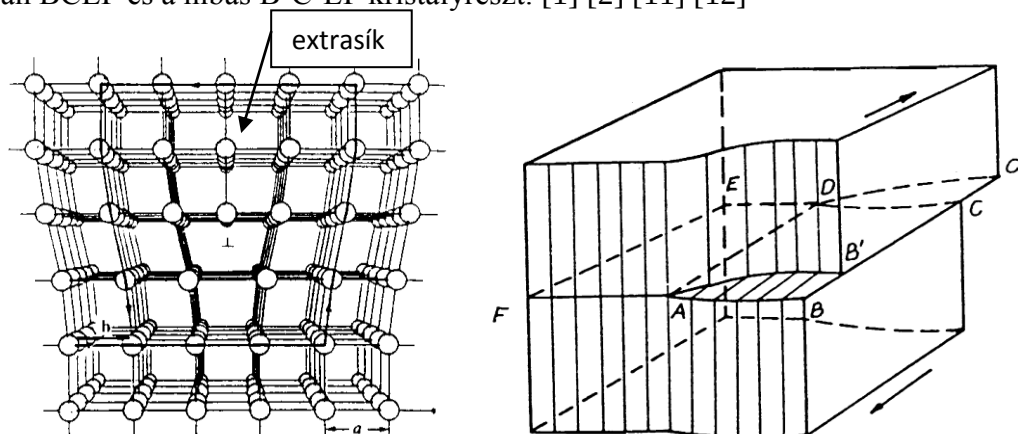


16. ábra Rugalmassági határ és a diszlokációsűrűség kapcsolata [11]

Az alakadási műveletek munkavégzéssel járnak. A munkavégzés nem más mint energia közlés, melynek egy része hővé alakul, más része az anyagban tárolódik el. Hengerlés során például a hengerlési energia közel 10% - a marad a munkadarabban többletenergia formájában. A felgyülemlett többletenergiát a megsokszorozódott számú diszlokációk tárolják. Ez az energiatöbblet az újrakristályosodási mechanizmus hajtóereje.

Fajtái: él és csavar diszlokáció.

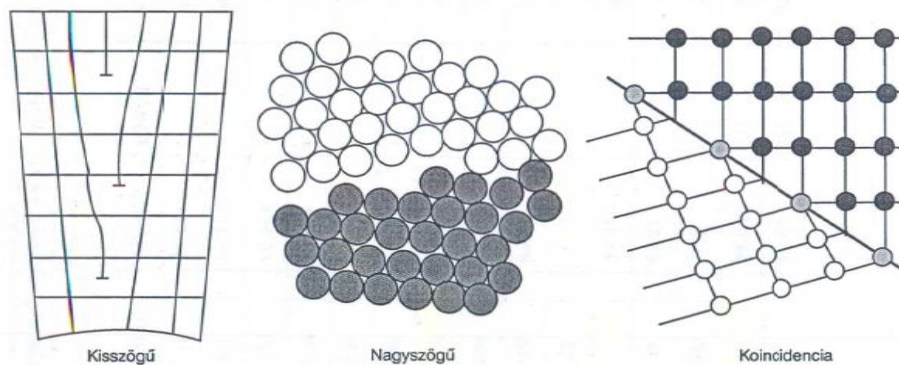
Az éldiszlokáció a kristályrácsba beékelődött extrasík (bal oldali ábra). A csavardiszlokációt már kissé nehezebb elképzelni. Tétélezzük fel, hogy a kristály el van vágva az ABCD síkban. A nyilak szerinti nyíróerőt alkalmazva, a két kristály fél elcsúszik: BB' és CC'. Az AD vonal a csavardiszlokáció vonala, ami elhatárolja a csúszási síkon a hibátlan BCEF és a hibás B'C'EF kristályrészt. [1] [2] [11] [12]



17. ábra Él- és csavardiszlokáció [12]

2.2.2.3 Két- és háromdimenziós hibák

A legfontosabb kétdimenziós kristályhibák a szemcsehatárok. A diszlokációk rendeződése idézi elő, ahogy a legalacsonyabb energiaszint elérése érdekében gyakran falakba rendeződnek. Így alkotnak kis szögű (a fal két oldalán lévő kristályfél közötti szögeltérés $< 5^\circ$), nagy szögű és koherens szemcsehatárokat. Koherenciával rendelkező fázishatárokon az atomok tökéletesen kapcsolódnak mind a két határon lévő kristályhoz.



18. ábra Szemcsehatárok [2]

Háromdimenziós hiba akkor jelentkezik, ha a kristályhibák összefüggő térfogatrészt alkotnak. [2]

2.2.3 Hengerlés [14] [15] [16] [17]

A hengerlés, a manapság legelterjedtebb képlékeny alakítási eljárás a világon. Ezt legfőképp a termelékenysége (egy öt állásos, szalaghengermű munkaasztalán a szalag sebessége elérheti a 30ms^{-1} sebességet) és az utómegmunkálást nem igénylő késztermék előállításnak (kedvező felületi érdesség, méret és alakpontosság) köszönheti. Elve: két, egymással szembeforgó henger között a munkadarabot átengedve magasságát csökkentjük. A hengerelendő anyag hőmérsékletétől függően megkülönböztetünk hideg (újrakristályosodási hőmérséklet alatti) illetve meleg (újrakristályosodási hőmérséklet feletti) hengerlést.

Az általam vizsgált próbatestek rézötvözetek, azaz sokkristályos fémek. A hengerlésük közben a szemcséi, az alakítás irányába megnyúlnak és egymásba nyomódnak. Kialakul a hengerlési textúra. Az alakváltozáshoz szükséges mechanikai fezsültség fordított arányban van a szemcsék méretének négyzetgyökével. Ezt az összefüggést a *Hall-Patch* egyenlet bizonyítja:

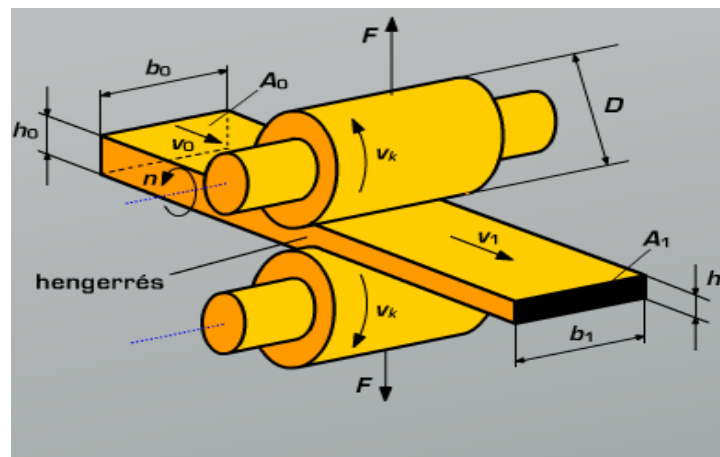
$$R_e = R_0 + \frac{k}{\sqrt{d}} \left[\frac{N}{\text{mm}^2} \right]$$

R_0 : ötvözetfüggő állandó

k : az ötvözet típusától függő arányossági tényező

d : szemcseátmérő $[\mu\text{m}]$

2.2.3.1 Hengerléssel kapcsolatos alapfogalmak



19. ábra Hengerlés elvi vázlata [15]

- Szűrés: A tuskó egyszeri átengedése a hengerek között, miközben magassága, keresztmetszete csökken.
- Hengerköz, vagy hengerrés: A két henger közötti távolság.
- Hengerugrás: A hengerlésnél fellépő erők hatására a hengerállvány állító orsó rugalmasan alakváltozik, a hengerköz megnő.
- Fogyás: Keresztmetszet csökkenés: Δf

$$\Delta f = A_0 - A_1$$

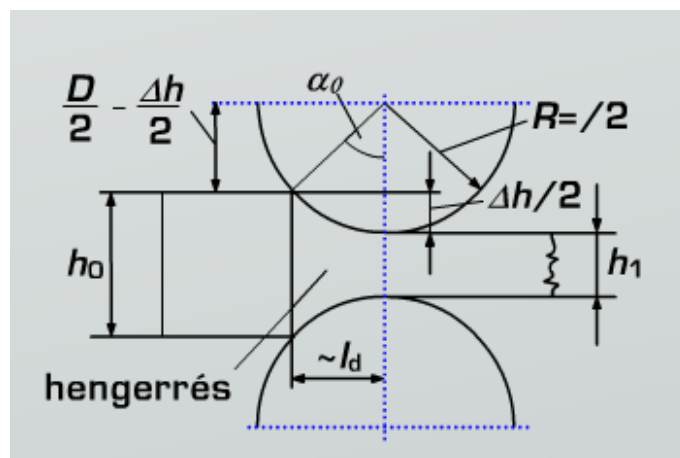
$$A_0 = h_0 \cdot b_0$$

$$A_1 = h_1 \cdot b_1$$

- Nyomás: Magasság csökkenés: Δh

$$\Delta h = h_0 - h_1$$

- Maximális magasság csökkenés: maximális Δh



20. ábra A hengerlés geometriája [16]

$$\frac{D}{2} - \frac{\Delta h}{2} = \frac{D}{2} \cdot \cos \alpha_0$$

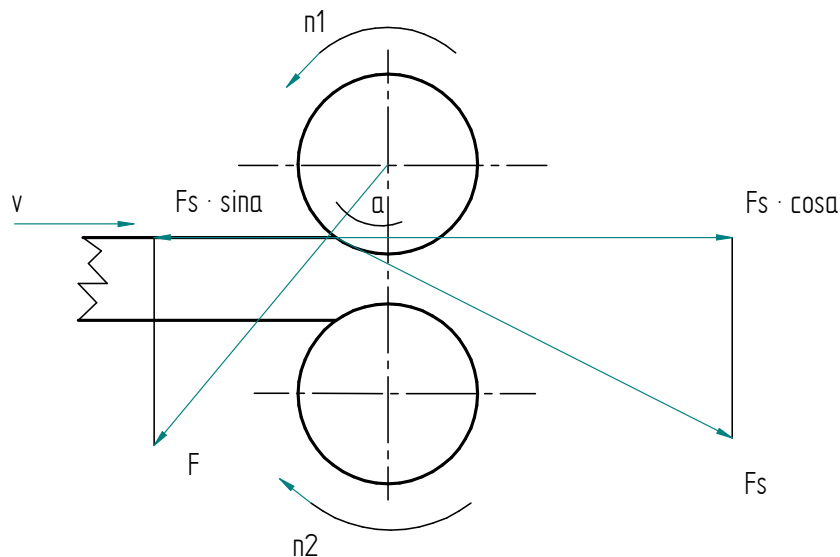
$$\frac{D}{2} - \frac{D}{2} \cdot \cos \alpha_0 = \frac{\Delta h}{2} \quad / \cdot 2$$

$$D(1 - \cos \alpha_0) = \Delta h$$

- Szélesedés: Δb

$$\Delta b = b_1 - b_0$$

- Befogási szög (α) és a befogás feltétele



21. ábra Befogás feltétele [14]

A befogás feltétele: $F_s \cdot \cos \alpha \geq F \cdot \sin \alpha$

$$F_s = F \cdot \mu$$

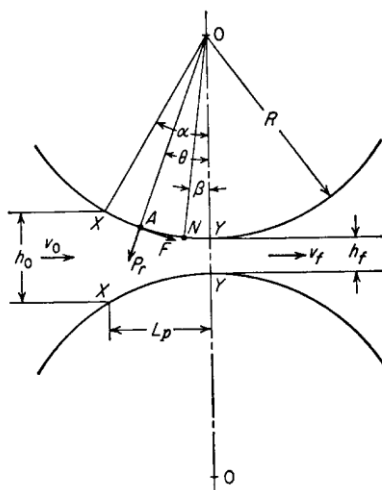
$$F \cdot \mu \cdot \cos \alpha \geq F \cdot \sin \alpha$$

$$\mu \geq \frac{\sin \alpha}{\cos \alpha} = \tan \alpha$$

Sima felület esetén: $\alpha \approx 22^\circ$

Érdes felület esetén: $\alpha \approx 30^\circ$

- Hengernyomás: $p = \frac{F}{A}$



22. ábra Hengerlés erőviszonyai [15]

$$F = P_r \cdot A$$

$$A = b \cdot L_p$$

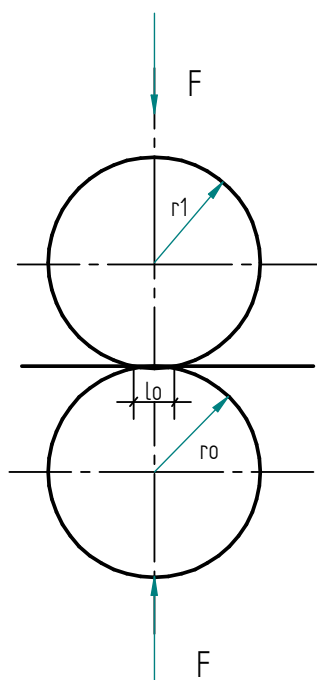
$$L_p = R \cdot \Delta h - \left(\frac{\Delta h}{2}\right)^2$$

„N” - semleges pont. Itt megegyezik a henger és a munkadarab sebessége. Ettől balra a henger, jobbra a buga sebessége a nagyobb. [14] [15] [16]

2.2.3.2 Hengerléssel kapcsolatos problémák

a, Hengerek belapulása

Nagy átmérőjű hengerekkel történő vékony lemezek hengerlésénél jelent problémát. Az összeszorító erő hatására a hengerek palástja rugalmas alakváltozást szenved, így azok nem egy alkotó mentén, hanem nagyobb felületen érintkeznek. A megnövekedett felületen lecsökken a nyomás, így az alakítás nem lehetséges.



23. ábra Hengerek belapulása [14]

A Hertz képletből:

$$l_0 = 3,04 \sqrt{\frac{F \cdot g}{E \cdot b}}$$

F – összeszorító erő

E – a hengerek rugalmassági modulusa

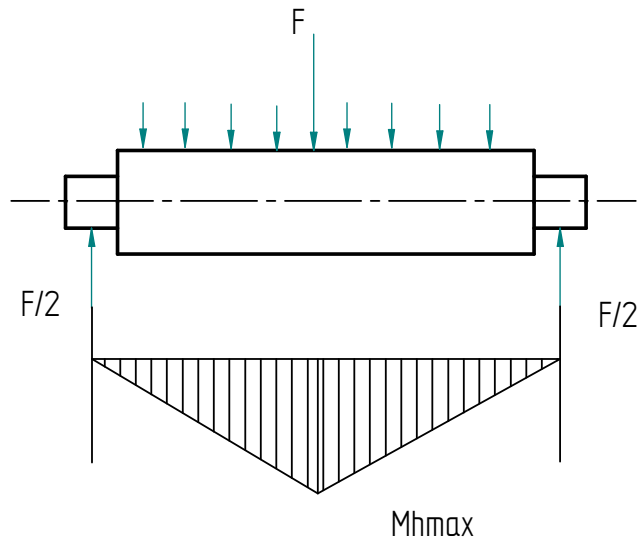
b – henger szélesség

$$\frac{1}{g} = \frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_0}$$

A megoldás: kisebb átmérőjű hengerek alkalmazása, a többi tényező állandó.

b, Hengerek behajlása

Vékony lemezeknél jelent problémát, ahol kis tartományon belül mozog a termék méret és alaktűrése. A henger, a hosszú ideig tartó, számottevő összeszorító erő hatására behajlik. A henger behajlása miatt a hengerelt lemez keresztmetszete domború lesz, vetemedik, és szélein vagy középvonalában repedések jelennek meg.



24. ábra Henger behajlása [14]

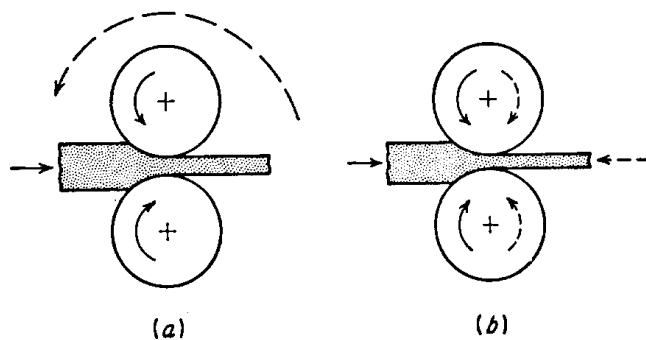
A megoldások:

- támhengerek
- hengerek domborítása: a domborítás mértéke számítható, bár pontossága nem minden esetben kielégítő. A számítás akkor szolgáltat elfogadható eredményt, ha ismerjük a lemez és a henger pontos hőmérsékletét, illetve a súrlódási tényezőt. [14] [15] [16]

2.2.3.3 Hengerlési eljárások csoportosítása

a, hengerek számától függően: A hengerlő gép alapjában véve a hengerekből, a hengerállványból és alkatrészeiből, illetve a tuskót továbbító munkaasztalból áll. Ez több szempontot ad a csoportosításra, de a legelterjedtebb a hengerek számán alapuló szelektálás.

- duó: legalapabb típus, csak durvalemezek hengerlésére alkalmas

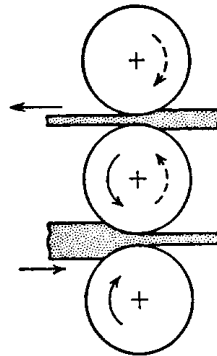


25. ábra Duó hengerlés [15]

a, kézi visszapakolású

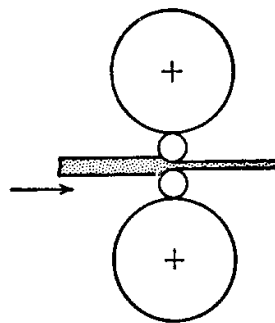
b, reverzálható

- trió: szintén durvalemezek előállítására használják, termelékenysége jobb mint bármelyik duó, energiafelhasználása pedig alacsonyabb mint a reverzálható duó hengerlő berendezése.



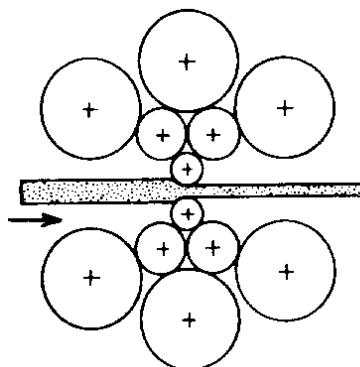
26. ábra Trió hengermű [15]

- kvartó: A vékony lemez és fóliahengerlés legegyszerűbb módja. Ez csak kis átmérőjű hengerekkel valósítható meg, amiket a behajlás ellen védeni kell.



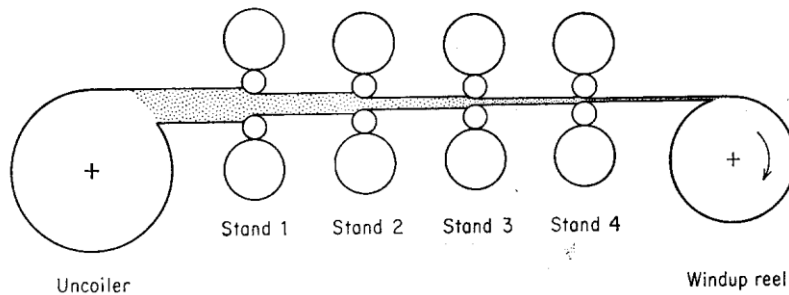
27. ábra Kvartó hengermű [15]

- csoport hengerlés: Minden hengert két másik henger támaszt meg. Nagyon jó méret és alakpontosságú munkadarab állítható elő. Egyik válfaja a *Sendzimir* hengerlés, amivel nagy szilárdságú ötvözetekből lehetséges finom lemez és fólia előállítása .



28. ábra Csoport hengerlés [15]

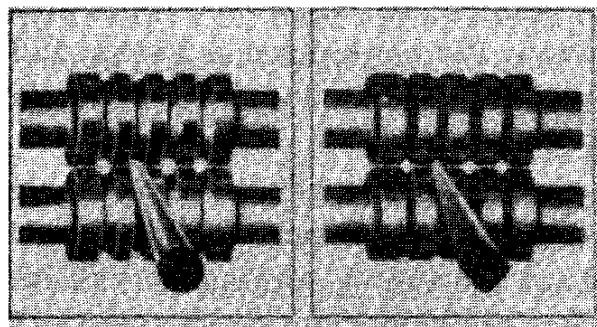
- szalaghengerlés (folyamatos hengerlés): Bár elemi hengerművekből áll, mégis külön csoportot alkot. A szalag és a lemez közötti különbség az, hogy a szalag szélessége nem haladhatja meg a 600 mm-t. Elengedhetetlen az állások kerületi sebességének az egymáshoz szinkronizálása. A letekerceselő és a záró henger nem csupán az állások kiszolgálását végzi, hanem a szalagra kifejtett vízszintes irányú erővel segíti a túlszélesedés elkerülését.



29. ábra Négy állásos szalaghengerlő [15]

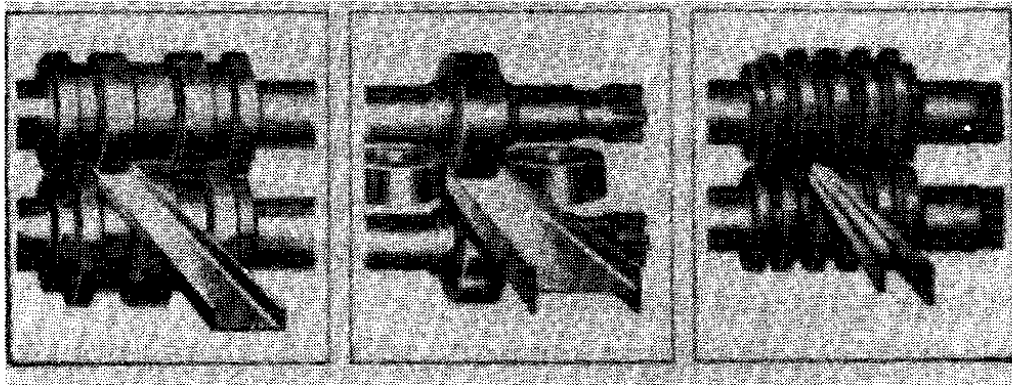
b, a hengerelt termék alakja szerint:

- lemez:
 - tábla: 6 – 600 mm
 - durvalemez: 3 - 6 mm
 - finomlemez: 0,2 - 3 mm
 - fólia: 0,2 mm alatt (a kész terméket a forgalomba hozatal előtt fényesítik)
- alakos áruk:
 - Tömör szelvényű: kör, négyzet téglalap, a hengerekben kialakított különböző méretű és alakú üregek segítségével hozhatók létre. Több lépésben készül.



30. ábra Kör és négyzet keresztmetszetű rúd hengerlése [15]

- Idom szerű termékek: sínszelvény, L, I, U, T, stb. szelvények. Szintén több lépésben állítják elő. [14] [15] [17]



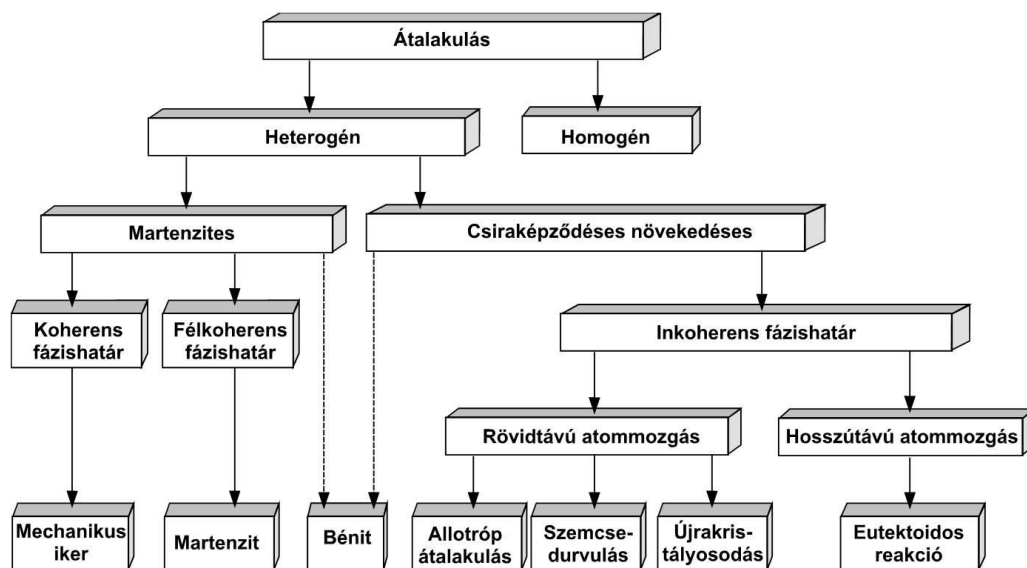
31. ábra Idom termék hengerlés [15]

2.3 Újrakristályosodás

2.3.1 Az újrakristályosodás fogalma

Az újrakristályosodás képlékenyen alakított, nagy diszlokáció sűrűségű kristályokkal rendelkező fémekben, vagy ötvözetekben lejátszódó diffúziós folyamat, amely során új kristálycsírák keletkeznek, majd növekedésük addig tart amíg a deformált krisztallitok teljesen el nem fogynak. Az új szövetszerkezet már mentes a hidegalakítás következményeitől.

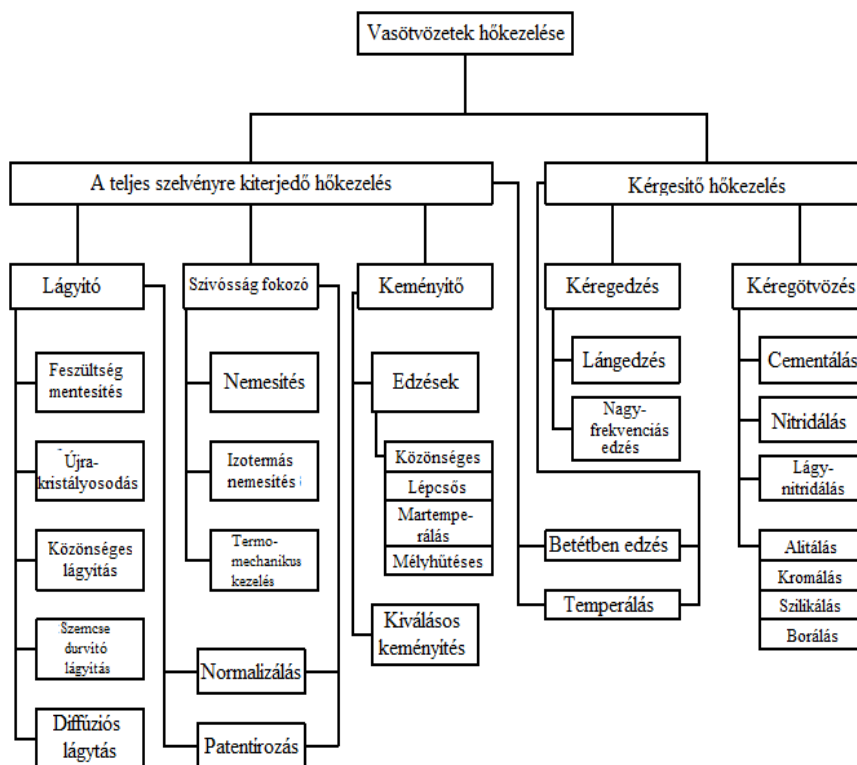
A folyamat heterogénnek tekinthető, mert az anyagban egyszerre megfigyelhetők az átalakult, és az át nem alakult térfogatrészek. A csíráképződéssel és növekedéssel végbemenő átalakulásokra az jellemző, hogy az inkohereus fázishatár vándorol, azaz az új fázis a régi rovására nő. A következő ábra, az újrakristályosodás helyét szemlélteti a szilárd állapotban történő átalakulások között. [1][2][3]



32. ábra Szilárd állapotban történő átalakulások [1]

2.3.2 Az újrakristályosodás mint hőkezelés

A jelenséget az irodalmak többféleképpen említik. Megtalálható az újrakristályosító lágyítás és az újrakristályosító izzítás elnevezés is. Mindezek tudatában is kijelenthető, hogy az újrakristályosodás a lágyító hőkezelések csoportjába tartozó általában teljes keresztmetszetben végzett hőkezelési eljárás. Azért írtam, hogy általában mert léteznek olyan lézeres felületkezelési eljárások, melyek a fém vagy ötvözet kérgének csak egy bizonyos mélységéig történő újrakristályosodására törekszik. Ezek az úgynevezett lokális újrakristályosító eljárások.

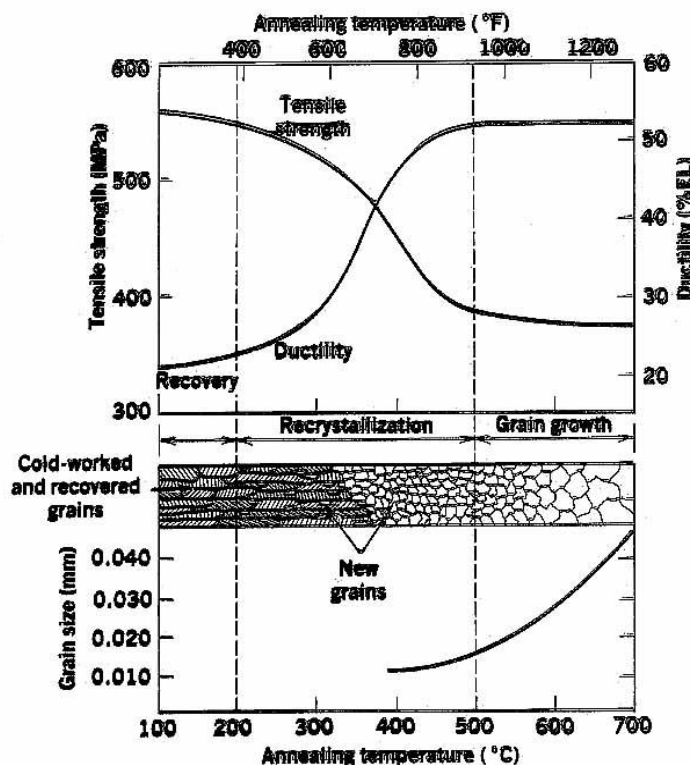


33. ábra Hőkezelések csoportosítása [1]

Folyamatát tekintve teljes hasonlóságot mutat a többi hőkezelési eljárással. Ez alatt azt értem, hogy ez is a fém vagy ötvözet tervszerű hevítéséből, hőtartásából és hűtéséből áll. A különbség abban mutatkozik, hogy ezek a tüzeléstani folyamatok, nem előre meghatározott paraméterek alapján történnek, mivel az újrakristályosodási hőmérséklet nagy mértékben függ az anyag alakíthatóságától. Színvas esetében például, már 500 °C alatt megkezdődik az újrakristályosodás, ha a hidegalakíthatóság mértéke minimum 50%-os.

Az újrakristályosodás három szakaszra bontható.

- megújulás
- rekrisztallizáció
- szekunder rekrisztallizáció [1][2][3][4][5]



34. ábra Hidegen alakított fémben vagy ötvözetben hevítés hatására végbemenő változások [6]

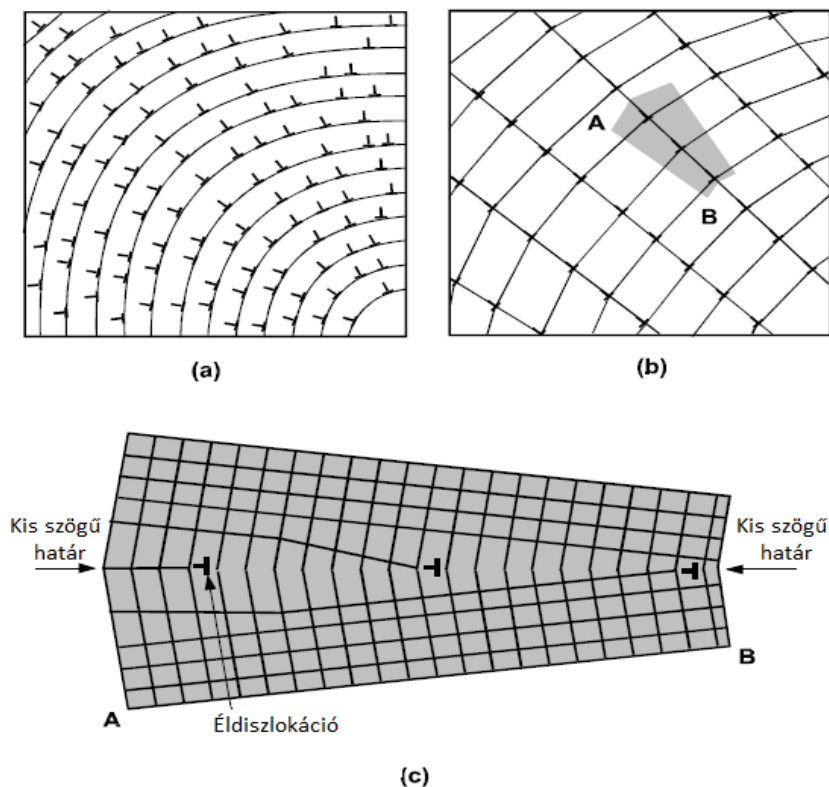
2.3.2.1 Megújulás (Recovery)

A tényleges újrakristályosodást megelőző jelenség. Nem minden esetben észlelhető. Réz esetén a megújulás sebessége sokkal lassabb mint az újrakristályosodásé, ez nekünk kedvező, mert pontos, egyértelmű eredményt ad a DSC mérés. De például az alumínium esetében, a megújulás a tényleges rekrisztallizáció lejátszódása nélkül is végbe mehet.

Hevítés hatására bekövetkezik a térrács tágulása, nő a diffúziós sebesség. A diszlokációk rendeződése megindul az alacsonyabb energiaszintű állapot felvételének céljából. Az ellentétes előjelű diszlokációk kioltják egymást, míg az azonos előjelűek egymás alá, sorokba rendeződnek kisszögű szemcsehatárt kialakítva, melyet az irodalom szubszemcsehatárnak nevez. A szubszemcséből fejlődik ki a poligonizáció azaz a sokszögesedés. A megújulás során a diszlokációk száma nem, csak az átrendezésük miatt az anyagban tárolt energia csökken.

Ebben a szakaszban csökken a rugalmasság, a termoelektromos erő és a villamos vezető képesség. A mechanikai tulajdonságok (képlékenység, szilárdság) változatlanok maradnak.

[1] [3] [4]

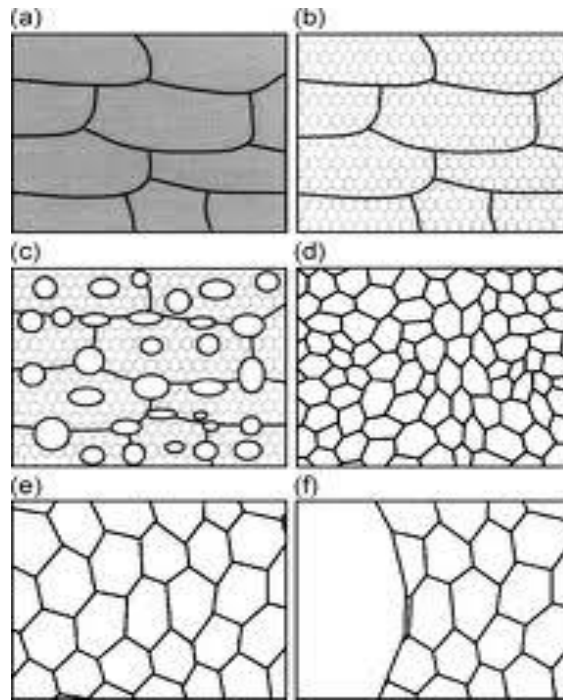


35. ábra Megújulás [2]

- a, az alakítás hatására feltorlódott diszlokációk
- b, a diszlokációk átrendeződése: poligonizáció
- c, kisszögű szemcsehatárok elhelyezkedése

2.3.2.2 Rekrisztallizáció (Recrystallization)

A hőmérséklet további növelésével, a hidegalakítás hatására deformálódott anyagban, csíráképződés és növekedés útján, új kristályok keletkeznek. A kristálycsírák növekedése, az inkoherens fázishatár vándorlásának köszönhetően addig tart, míg a régi szövetszerkezet teljesen át nem alakul, vagy a hőmérséklet nem esik az újrakristályosodási hőmérséklet alá



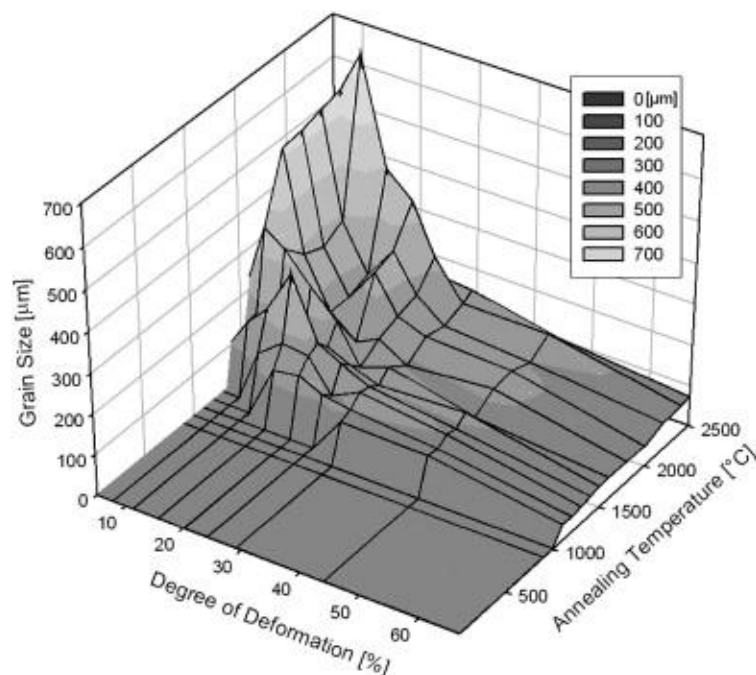
36. ábra Az újrakristályosodás folyamata [7]

- a, hengerelt szövetszerkezet
b, megújulás
c, d, kristálycsírák megjelenése és növekedése
e, újrakristályosodott szövetszerkezet
f, szemcsedurvulás

A folyamat előrehaladtával a képlékenységi jellemzők javulnak, a szilárdsági jellemzők csökkennek.

Ahogy azt a 35. ábra is mutatja, a kialakult szemcseméret függ:

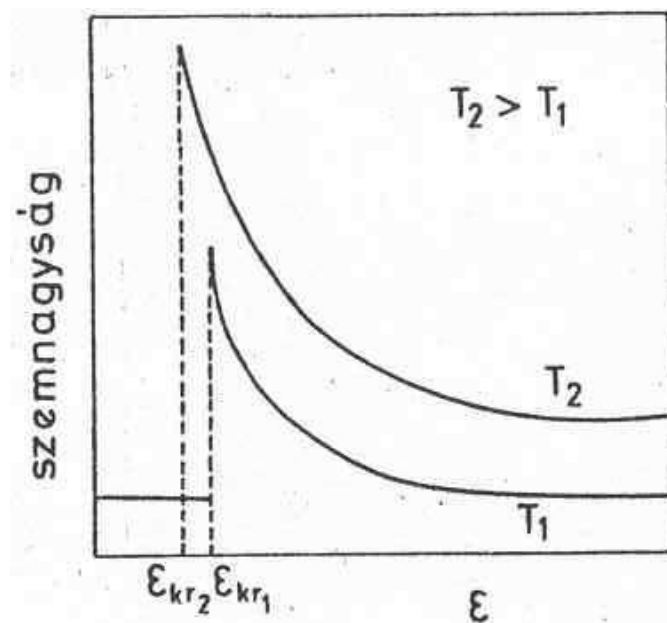
- az előzetes hidegalakítás mértékétől
- az újrakristályosodás hőmérsékletétől
- a hőn tartás idejétől



37. ábra Szemcseméret az alakítottság és a hőmérséklet függvényében: újrakristályosodási diagram [8]

Az utóbbi két megállapítás azzal magyarázható, hogy a fázishatár vándorlását okozó atommozgások aktivitása a hőmérséklettel egyenes arányban nő. Az újrakristályosodási hőmérséklet alatt nem áll rendelkezésre elegendő energia ezeknek a mozgásoknak a lezajlásához. Nem történik sem csíráképződés sem csíra növekedés. Ez a diffúziós átalakulások azon tulajdonságának tudható be, hogy az atomi mozgásokért felelős diffúziós együttható növeléséhez hőt kell közölnünk a darabbal.

Általánosságban elmondható, hogy az alakítottság szintén a csíráképződés és a növekedés érdekében is közben jár. Akárcsak a hőmérsékletnél is itt szükség van egy bizonyos határérték elérése amely létfontosságú a folyamat lezajlásában. A kritikus alakítási mértéknél kisebb alakítás hatására meg sem indul az újrakristályosodás. Ezt a szintet kis mértékben meghaladó deformáltság esetén pedig kis számú csíra keletkezik, melynek következtében kevés, nagy méretű szemcse fogja alkotni az új szövetszerkezetet. Nagy mértékű alakítás hatására, ugyan a hőmérséklettől függően, de aprózódik a szemcseszerkezet.



38. ábra Szemcsedurulás közvetlenül az ϵ_{kr1} és ϵ_{kr2} után, az újrakristályosodási diagram izotermás metszetén [2]

Az újrakristályosodás kinetikai leírásának alapjául az Avrami egyenlet szolgál.

$$F = 1 - \exp(-Bt^n)$$

F – az átalakult hányad

B – csíráképződés és növekedés sebességétől függő konstans

t – idő

n – Avrami kitevő

A csíráképződés és növekedés sebessége meghatározható:

$$\dot{N} = \frac{dN(t)}{dt} \left[\frac{1}{\text{mm}^3 \cdot \text{s}} \right]$$

$\dot{N}$ – csíráképződés sebessége

N – csírák száma

t – idő

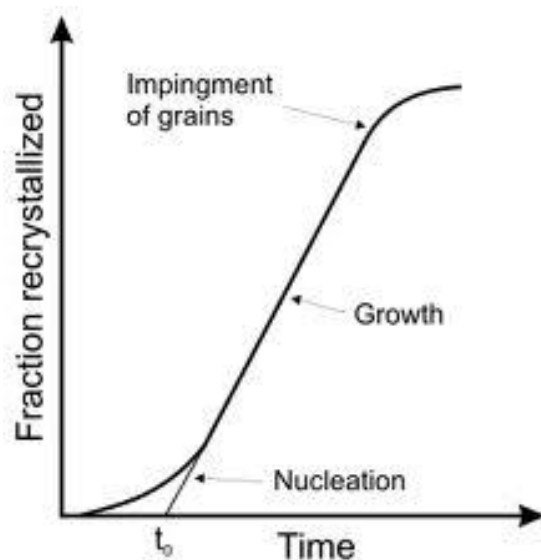
$$G = \frac{dr(t)}{dt} \left[\frac{\text{mm}}{\text{s}} \right]$$

G – csíranövekedés sebessége

r – lineáris méret

t – idő

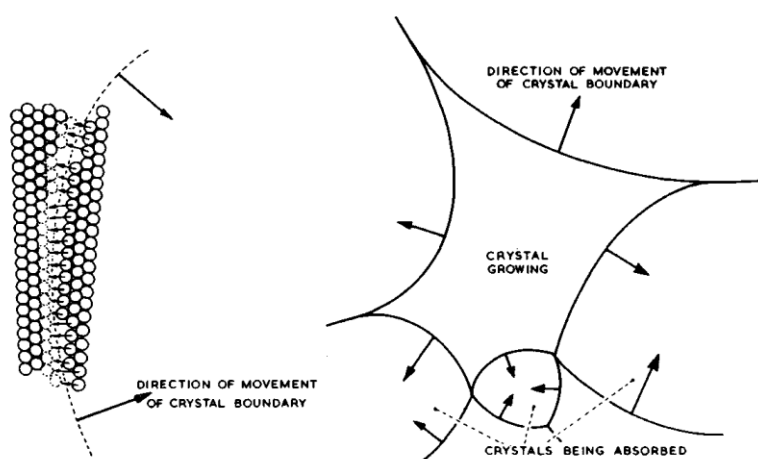
Az egyenlet meghatározásával megkapjuk a kapcsolatot az eltelt idő és az újrakristályosodott hányad között. [1] [2] [3] [4]



39. ábra Újrakristályosodott hányad adott hőmérsékleten az idő függvényében [9]

2.3.2.3 Szekunder rekrisztallizáció (Grain growth)

A kialakult új szövetszerkezet elérése után a hőmérsékletet csökkentenünk kell. További hevítés vagy hűtő tartás a szemcsék abnormális eldurvulását, azaz a szekunder rekrisztallizációt eredményezi. Ez azzal magyarázható, hogy a szemcsehatárokon lévő atomok nincsenek stabilan kötve egyik szemcse rácsához sem, tehát energiájuk nagyobb az egyensúlyinál. Mint minden rendszer ez is az egyensúly felé törekszik, amit a szemcsehatár további vándorlásával ér el. A konkáv határokon az atomok stabilabbak mint a konvex határokon, ez határozza meg a vándorlás irányát. A bal oldali kép az atomok irányultságát szemlélteti a szemcsehatáron, a jobb oldalin a nagyobb szemcse fölfalja a kisebbet.



40. ábra Atomok a szemcsehatáron és az inkoherens szemcsehatár vándorlása [4]

A vándorlás a szemcsehatárok görbületi középpontjai felé irányozódik. A jelenség kerülendő, az előzetesen kialakult kedvező mechanikai tulajdonságokat rontja. [3] [4]

2.4 Differential Scanning Calorimetry (DSC)

A legtöbb idegen eredetű kifejezésnek a szó szerinti fordítását követően már nincs szükség további magyarázkodásra az érthetőséget illetően. A DSC esetében a differenciális termoanalízis az uralkodó szófordulat, így az előző kijelentés nem mondható mindenkire nézve feltétel nélkül igaznak.

2.4.1 A DSC alapjai: entalpia és fajhő

A DSC egy olyan mérőberendezés amely az anyagokban történő fizikai vagy kémiai átalakulások során elnyelődő, vagy éppen felszabaduló hőmennyiségek érzékelésén alapszik. Maga az átalakulás, valójában az anyag belső energiájának változását vonja maga után, aminek az elnyelt, vagy kibocsátott hőmennyiség módosulása, mindössze a kísérő tényezője.

A belső energia a rendszer állapotára jellemző mennyiség, állapotjelző, amely a rendszert alkotó atomok, molekulák mikroszkopikus mozgásából ered. Jele: U , alap mértékegysége: Joule.

A hőtan első főtétele alapján: Egy zárt rendszer belső energiájának megváltozása egyenlő a rendszernek átadott hő és a rendszeren végzett munka összegével:

$$\Delta U = \delta Q + \delta W, \text{ ahol}$$

Q – hő

W – munka, ami a DSC mérés során nulla

Az állandó nyomáson mért belső energia (szilárd testek és cseppfolyós közegek esete) az entalpia: H , egysége Joule.

$$H = U + p \cdot V, \text{ ahol}$$

p – nyomás

V – térfogat

Állandó nyomáson, a fajlagos entalpia $\left(h = \frac{H}{m} = u + pv\right)$ megváltozása is megegyezik a fajlagos belső energia $\left(u = \frac{U}{m}\right)$ megváltozásával, ugyanis a közölt hő teljes egészében az entalpiát növeli:

$$h = u + pv \rightarrow dh = du + d(pv) = du + vdp + pdv \approx du$$

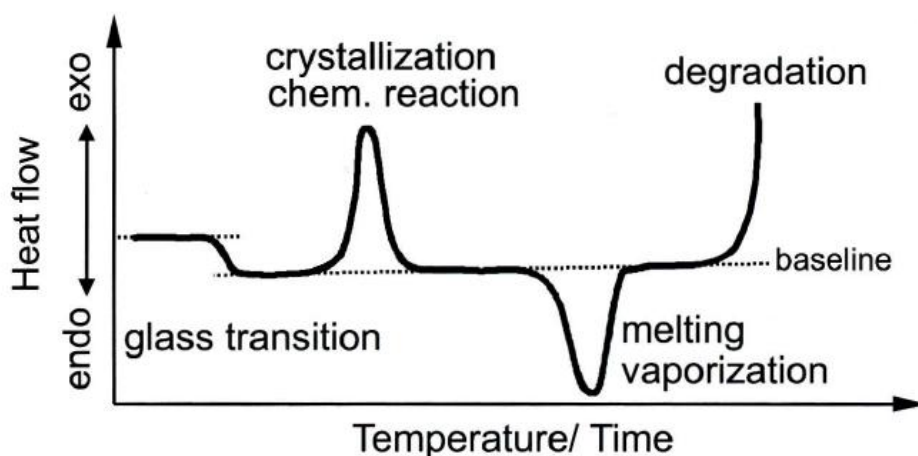
$$vdp + pdv = 0$$

A DSC termoanalitikus műveletével mindez tehát úgy hozható összefüggésbe, hogy az állandó nyomáson játszódó folyamatokban a közölt hő egyenlő az entalpia változással: ΔH .

$$\Delta H = \int c_p \cdot dT, \text{ ahol}$$

c_p – állandó nyomáson mért fajlagos hőkapacitás
 dT – a végső és a kiinduló hőmérséklet különbsége

Az entalpiát növelő folyamatokat (olvadás, párolgás) endoterm, az entalpiát csökkentő folyamatokat (kristályosodás, vulkanizálódás) exoterm reakcióknak nevezzük.



41. ábra Elvi, polimer DSC görbe [20]

A fajlagos hőkapacitás, röviden fajhő, anyagi jellemző. Jele: c , egysége: $\frac{J}{(kg \cdot K)}$. Származtatása a hő és a hőmérséklet kapcsolatából ered. Az cseppfolyós és szilárd anyagok melegítéséhez szükséges energia átadás (hő: Q), egyenes arányos a test tömegével (m) és a létrehozott hőmérséklet változással (ΔT). Az állandó nyomáson mért fajhő, az az energia mennyiség, amely egy gramm anyag, egy °C-os hőmérséklet emelkedéséhez szükséges, miközben a nyomás változatlan marad.

$$c = \frac{Q}{m \cdot \Delta T}$$

A szilárd testek és a folyadékok esetében a melegítés hatására mindössze elhanyagolható mértékű térfogat változás következik be, így az állandó térfogatú fajhőjük és az állandó nyomású fajhőjük között egyezés mutatható ki. Ennek tudható be, hogy csak az utóbbit szokták megadni.

$$c = c_v = c_p$$

Az összenyomhatatlan közegek fajhője hőmérséklet függő. Ez azt jelenti, hogy például az alumínium fajhője 0°C-on $870 \frac{J}{kg \cdot ^\circ C}$, míg 100°C-on $941 \frac{J}{kg \cdot ^\circ C}$. Nagyobb hőmérséklet közben végzett mérnöki feladatok megoldása során ezt figyelembe kell venni.

Mivel a fajhő, és ez által az entalpia mérése igen bonyolult feladat, ezért a DSC egy azzal arányos, így azt helyettesíteni képes paraméter ingadozásait érzékeli. Ez a paraméter a hőáram: egységnyi idő alatt a közegnek átadott hő ($\bar{Q}$).

$$\bar{Q} = c_p \cdot m \cdot v, \text{ ahol}$$

$$v - \text{a hevítés vagy hűtés sebessége: } \frac{dT}{dt}$$

$$m - \text{a tömeg}$$

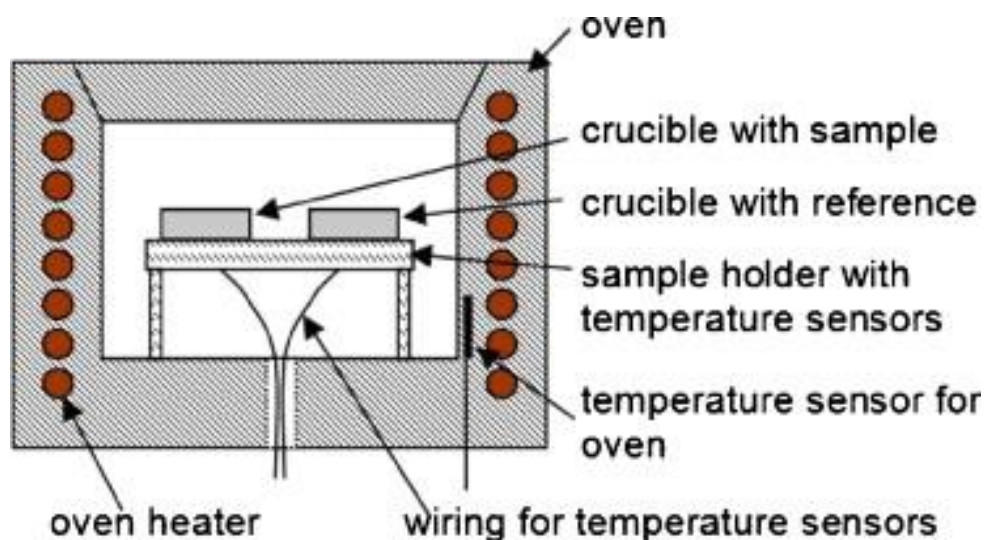
A DSC görbén a hőáram található az y, a hőmérséklet vagy az idő az x tengelyen (41. ábra). A mérés kezdetén, ameddig az anyagban nem történik entalpia változás, a görbe az úgynevezett alapvonalon fut. Az alapvonal, az az egyenes, ami mentén kijelenthető, hogy számunkra érdekes hőtani folyamatok nem játszódnak le. Az átalakulás bekövetkezésekor, a reakció endoterm vagy exoterm mivoltától függően egy csúcs jelenik meg a koordináta rendszerben, ami nem más mint a hőáram hőmérsékletegységnyi, illetve lineáris felfűtésnél időegységnyi megváltozása. [20] [21]

2.4.2 DSC fajták

A DSC berendezések megítélése (a felépítéstől és az optikai hovatartozástól függetlenül, mondhatni a teljesítmény szempontjából) két fontos tényezőn alapul: érzékenység és időállandó.

2.4.2.1 Hő-fluxusos DSC

A hő-fluxusos DSC-ben egy közös kamrában történik a minta és a referencia hűtése és hevítése, a programban foglaltak szerint. A kemencébe bevezetett hőáram azonos, kettőjük hőmérséklete azonban a minta által elnyelt vagy leadott hőmennyiséggel eltér. Ahhoz, hogy ez érzékelhető legyen, célszerű olyan etalont választani amelyben a vizsgált hőmérséklet tartományban nem történik átalakulás. Szintén a kiértékelhetőség érdekében, a minta és a referencia, egy jó hővezetésű anyaggal össze van kötve, az időállandó csökkentése érdekében.



42. ábra Hő-fluxusos DSC elvi felépítése [20]

$$\bar{Q}_s = \bar{Q}_r ; T_s \neq T_r$$

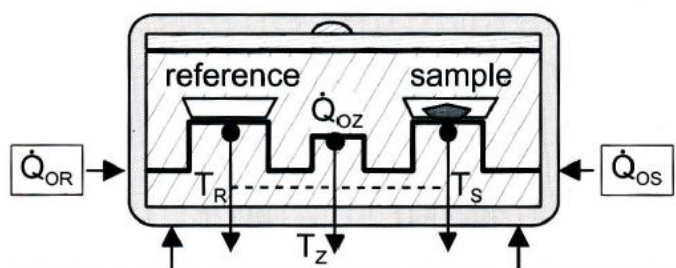
$\bar{Q}_s$ – minta hőárama

$\bar{Q}_r$ – referencia hőárama
 T_s – minta hőmérséklete
 T_r – referencia hőmérséklete

A hőmérséklet különbséget a mérőberendezés automatikusan átváltja a diagramban látható hőáram értékre. A fizikai vagy kémiai változás bekövetkezésekor megjelenő csúcs alakjából következtethetünk a végbemenő folyamat kinetikájára.

A gép fő előnyei az egyértelmű mérési eredmény (még vákuum közegben is), és a könnyű kezelhetőség. A hevítési görbének stabil alapvonala van és műanyagoknál tisztán kimutatható az üvegesedési átmenet.

A mérési pontosítás érdekében fejlesztették ki a Tzero™ kiegészítő egységet. Lényege a hő-fluxusos gépbe, az etalon és a minta darab közé épített harmadik termoelem (Tzero sensor). Ez a szenzor simább, egyenletesebb alapvonalat biztosít. A lineáris, kiugrásoktól mentes alapvonal egyértelműbb és könnyebben reprodukálható mérést és kiértékelést von maga után. [20] [22]

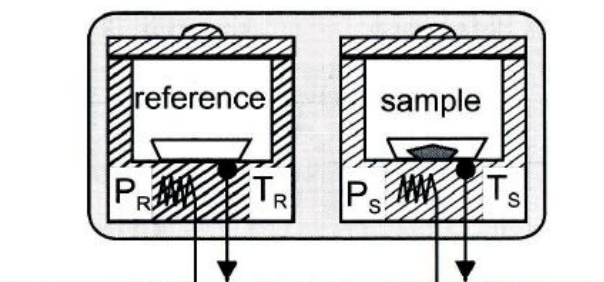


43. ábra Tzero™ szenzoros DSC elvi vázlata [20]

$$\Delta T = (T_R - T_Z) - (T_S - T_Z)$$

2.4.2.2 Energia-kompenzációs DSC

Az előzővel ellentétben a tesztkamra, két egymástól elszeparált és egymástól független hevítéssel rendelkező kemencéből áll. Ha a mintadarabban végbemenő endoterm vagy egy exoterm reakció készítésére hőmérséklet változás történik a kemencében, a hőáram növelésével vagy csökkentésével képes a berendezés az ott jelentkező energia hiányt vagy többletet kompenzálni. Az ellensúlyozás mértékének viszonyítási alapját a másik kemencében lévő referencia elem képzi. A viszonyításhoz ebben az esetben is célszerű olyan anyag felhasználása, melyben az adott hőmérséklet tartományban nem történik átalakulás. A rendszer ideális esetben, termodinamikailag egyensúlyi állapotot tart fenn.



44. ábra Energia-kompenzációs DSC elvi felépítése [20]

$$Q_s \neq Q_r ; T_s \neq T_r ; P_r \neq P_s$$

$\bar{Q}_s$ – minta hőárama

$\bar{Q}_r$ – referencia hőárama

T_s – minta hőmérséklete

T_r – referencia hőmérséklete

P_r – referencia termikus energiája

P_s – mintadarab termikus energiája

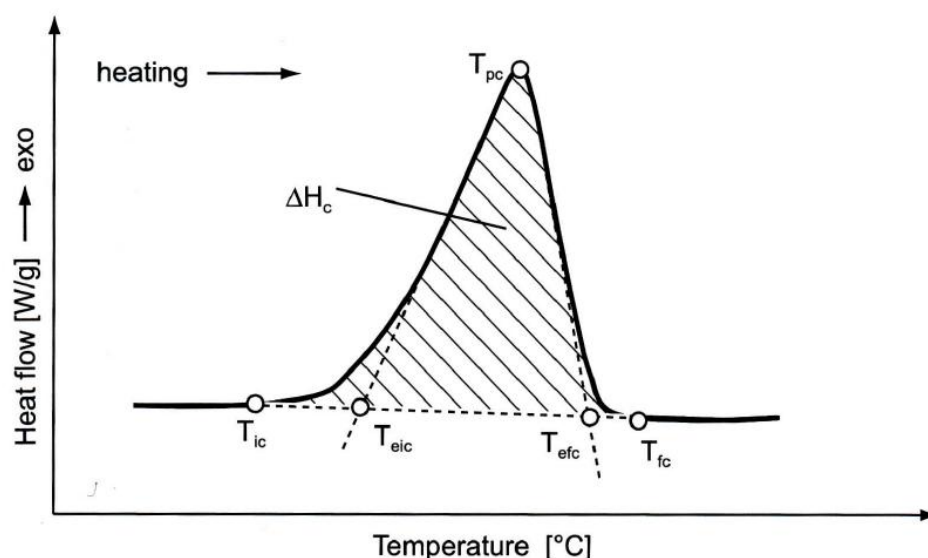
Az energia kompenzációs DSC az igen gyors változások érzékelésére is alkalmas az apró méretű kemencék miatt (rövid időállandó), illetve a gyors elektromos kompenzáció hatására (érzékenység) igen kis hőmérséklet különbségek érzékelése is lehetséges. [20]

2.4.3 A mérést befolyásoló tényezők

- a minta előkészítettsége
- a minta tömege
- referencia anyaga
- hűtési/fűtési sebesség
- kezdő és véghőmérséklet
- közeg anyaga [20]

2.4.4 A DSC görbe kiértékelése

A DSC grafikonon az entalpiát növelő vagy csökkentő endoterm illetve exoterm hatások láthatók. Az endoterm reakciók negatív, az exoterm reakciók pozitív irányultságú csúcsot adnak (39.ábra). A csúcs alakjának elemzéséből következtethetünk a folyamat kinetikájára. Napjainkban is gondot jelent az átalakulás pontos kezdeti és végpontjának meghatározása. Az elemzésnek többféle fajtája terjedt el:



45. ábra DSC csúcs kiértékelése [20]

T_{ic} – mérhető kezdeti hőmérséklet

T_{eic} – kikövetkeztetett kezdeti hőmérséklet

T_{pc} – csúcshőmérséklet

T_{efc} – kikövetkeztetett véghőmérséklet

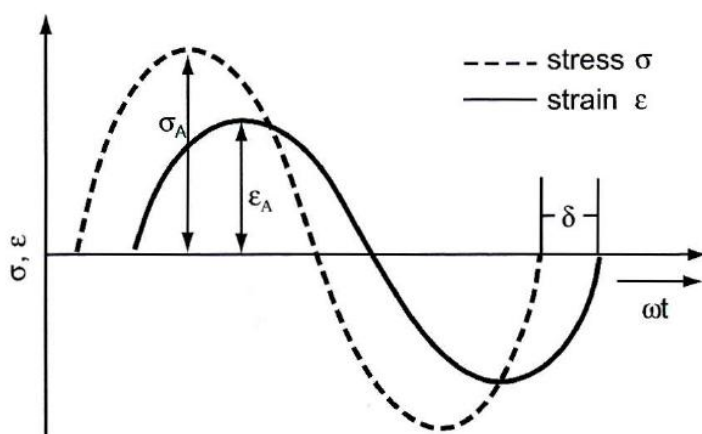
T_{fc} – mérhető véghőmérséklet

A legegyszerűbb, klasszikus módszer, az alapvonalra és a görbe kezdeti egyenes szakaszára fektetett érintő egyenesek metszéspontját tekinti a folyamat elejének, a végének pedig ugyancsak az alapvonal, csak most a görbe végső egyenes szakaszának érintő egyenesének metszéspontja felel meg. Újabb eredmények azonban kimutatták, hogy a reális véghelyzet a görbe inflexiós pontjával esik egybe. Így a klasszikus módszer ugyan hordoz némi hibát, de az én esetemben, mivel összehasonlító mérésről van szó, eltekinthetünk tőle. A hiba mértéke egyébként fordítottnan arányos az időállandó nagyságával. [20] [22]

2.5 DMTA (Dynamic, Mechanical, Thermal Analysis)

A DMTA mérőműszer neve az angol dinamikus mechanikus termikus analizátor szavakból ered, ahol a hőmérséklet változása közben dinamikus körülmények között a mechanikai tulajdonságok változásából következtetünk valamilyen szerkezeti változásra. A gép, amiben a méréseket végeztük univerzális berendezés, a vizsgált mintákat húzó, nyomó, hajlító és nyíró vizsgálatoknak is képes kitenni. A méréseinket húzó illetve hajlító feltételekben végeztük. A mindkét végén befogott próbatest mechanikai tulajdonságairól nyújt információt, oly módon, hogy a próbatestet a műszer adott erővel és adott

szinuszosan váltakozó amplitúdójú feszültséggel rezegteti. A próbadarab tartó egy apró, semleges gázzal (általában nitrogén) kitöltött kamrában található, amit mindeközben adott K/perc sebességgel hevít a mérőberendezés. A próbatestnek, a mérés közbeni elszakadását, elnyíródását megfelelő beállításokkal akadályozhatjuk meg. Az eljárással jól meghatározhatók a műanyagok (és talán a fémek) különböző adottságai különböző körülmények között, a feszültség és a deformáció összehasonlítása révén.



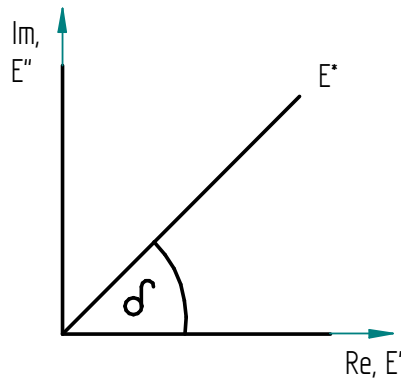
46. ábra Viszkoelasztikus anyag reagálása szinuszosan oszcilláló feszültségre [20]

σ_A – feszültség
 ε_A – nyúlás
 δ – fázisszög eltérés
 ωt – frekvencia

A mechanikai feszültség és az alakváltozás alkotta matematikai arányt, a *komplex rugalmassági modulus* (E^*) mutatja.

$$|E^*| = \frac{\sigma_A}{\varepsilon_A}$$

A komplex rugalmassági modulus, a *tárolási modulusból* (E') és a *veszteségi modulusból* (E'') épül fel. A komplex számok mezején, a tárolási energia található a valós, míg a veszteségi energia az imaginárius tengelyen.



47. ábra Komplex rugalmassági modulus [20]

$$|E^*| = \sqrt{[E'(\omega)]^2 + [E''(\omega)]^2}$$

$$E'(\omega) = |E^*| \cdot \cos \delta$$

$$E''(\omega) = |E^*| \cdot \sin \delta$$

$$\tan \delta = \frac{E''(\omega)}{E'(\omega)}$$

Az ISO 6721-1 szabvány szerint a *tárolási modulus* (E') a viszkoelasztikus anyagok merevségét prezentálja, nagysága arányos a tárolt energiával a terheléses vizsgálat alatt. Alacsony feszültséggel (anyagra jellemző folyáshatár alatt) végzett mérések esetén értéke egyenlő a rugalmassági modulussal (E). Ugyanezen szabvány szerint, a *veszteségi modulus* (E'') a disszipatív energiával arányos a terheléses ciklusban. Mindkettő mértékegysége:

$$\frac{N}{mm^2}.$$

A *fázisszög* (δ), a deformáció késését definiálja a feszültséghez képest, mértéke radián. A *veszteségi tényező* ($\tan \delta$) az előző két anyagjellemző hányadosa. A belső súrlódásból adódó mechanikai tompítás mértékét szabja meg. Dimenzió nélküli szám, ha értéke nagy akkor az anyag inkább viszkózus, ha az eredmény kicsi, akkor pedig az elasztikushoz közelálló anyagról beszélünk.

A reverzibilis tartományban a fémek, tisztán elasztikus anyagokként viselkednek, azaz a feszültség és a nyúlás amplitúdója fázisban van, tehát $\delta=0$. A komplex modulus megegyezik a tárolási energiával ($\cos 0 = 1$; $\sin 0 = 0 \rightarrow E^* = E'$).

Tételezzük fel, hogy képesek lennénk viszkózus anyagot vizsgálni ezzel a berendezéssel. Ha vízzel végeznénk a kísérletet, a fázisszög eltérés pontosan 90° ($\pi/2$) lenne. A vízhez hasonló folyékony anyagokat viszkózusnak nevezzük. A komplex modulus értéke a veszteségi energiával egyenlő. ($\cos 90 = 0$; $\sin 90 = 1 \rightarrow E^* = E''$)

A műanyagok, az úgynevezett viszkoelasztikus anyagok a 46. ábrán látható módon viselkednek. A δ nulla és kilencven fok között bármilyen értéket fölvehet az anyagi sajátosságoktól függően.

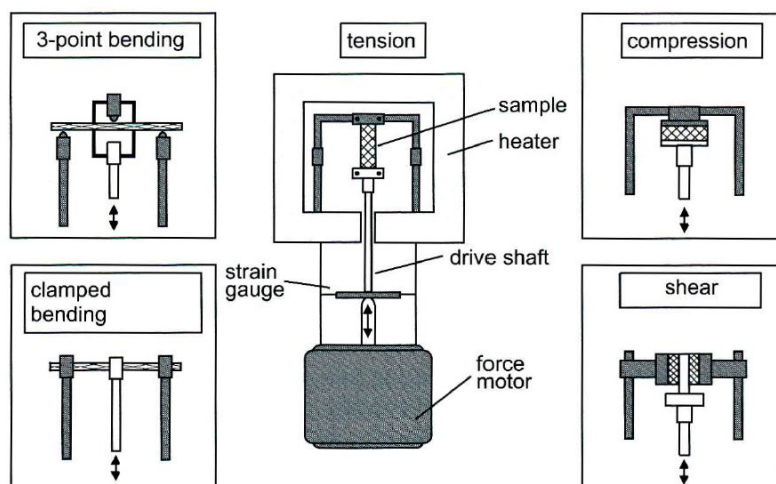
Alapvetően két fajtáját különböztetjük meg a DMTA készülékeknek. A deformáció-vezérléses teszt során adott szinuszos feszültség terheli a darabot és mérjük közben az erőt, az erő-szabályozásos vizsgálat alatt pedig az erő ismert és az alakváltozás a változó. A dinamikus terhelés megvalósítása nyílt és kényszerített rezegtetéssel történhet.

A kalibráláshoz szükséges terhelések szempontjából lehet a gép:

- húzó, nyomó, nyíró és hajlító, vagy
- csavaró feszültséget generáló. [20]

2.5.1 Húzó, nyomó, nyíró és hajlító berendezés

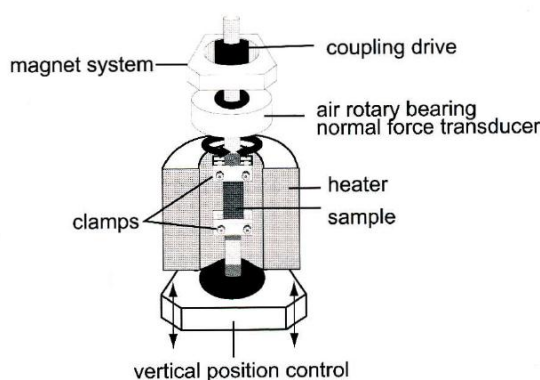
- Húzás: Merev, vékony, lapka szerű, egyik oldalán fixen, a másik oldalán mozgatható vezető szárba befogott, próbatestek tesztelhetők. A szakítóvizsgálat egyszerű, tiszta módja a deformációnak, az erő egyenletesen oszlik el a keresztmetszetben, így ad minden esetben helyén való modulus értékeket.
- Nyomás: A mintát két párhuzamos lemez közé szorítja. Puha, gumi szerű anyagok vizsgálatára a legalkalmasabb.
- Nyírás: A nyomáshoz hasonlóan, a rugalmas anyagok sajátosságainak felderítése a cél.
- Két és három ponton hajlítás: A mintát tekintve ez leginkább a húzó kísérlethez hasonlít. A merev próbatestek a húzókamrán kívül csak itt tesztelhetők. Végeztek már kísérleteket fémeken, kerámiákon és kompozitokon is. [20]



48. ábra Húzó, nyomó, nyíró és hajlító berendezés [20]

2.5.2 Torziós apparátok

- Nyílt rezegtetési DMTA: A próbatest egyik vége mereven be van fogva a tartóba, míg a másik szabadon oszcillál. A frekvencia és az amplitúdó nagyságából illetve a mintadarab paramétereiből kikövetkeztethető a torziós tényező. A kísérlet különböző hőmérsékleteken történik, így ad lehetőséget a csavarási modulus hőmérséklet függésének megfigyelésére.
- Kényszerített rezegtetési DMTA: Ezen eljárásra a konstans amplitúdó (mind az erő, mind a deformáció), és a variálható frekvencia jellemző. A mindkét végén befogott próbatest szinuszos mágneses gerjesztésnek van kitéve. Az anyag tompító hatása miatt a nyomaték lemaradása a formamódosuláshoz képest pontosan δ . [20]



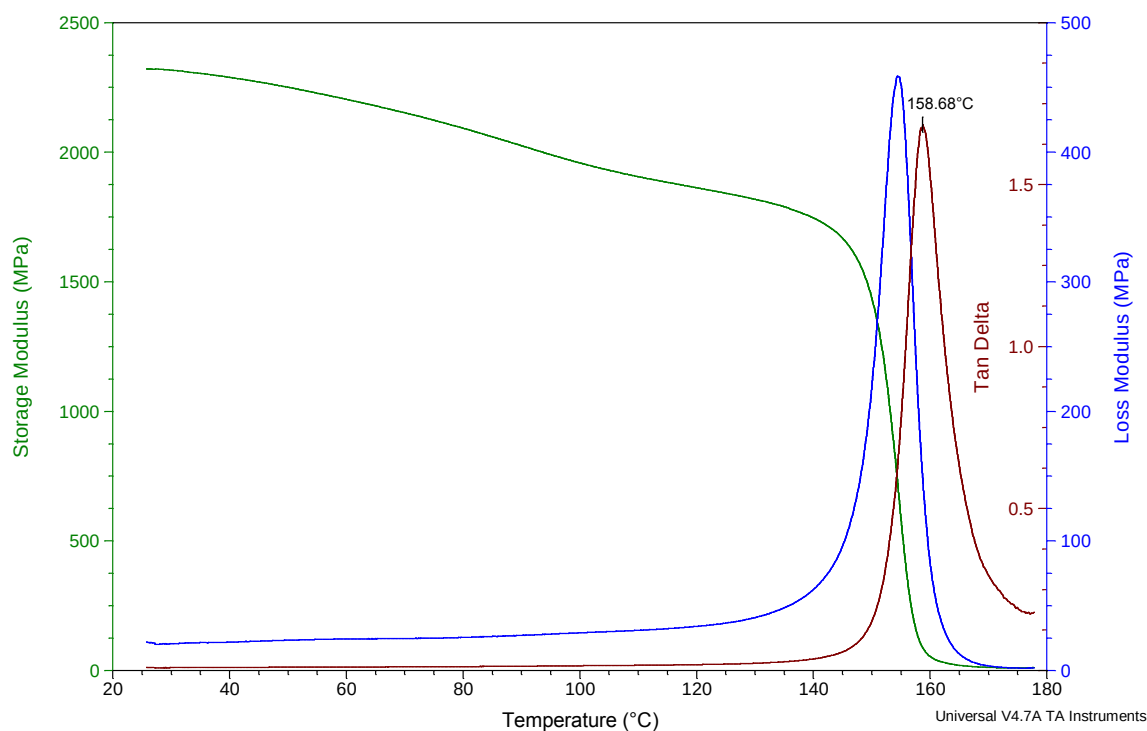
49. ábra Változtatható frekvenciás torziós-vibrációs apparát [20]

2.5.3 A görbe kiértékelése

A kiértékelési eljárást egy polikarbonát mintán keresztül mutatom be.

A mérés kiértékelésénél a reprodukálhatóság miatt fontos a mérési paramétereket rögzíteni, ezek a paraméterek a következők:

- munkadarab mérete (hossz, szélesség, vastagság)
17.5 mm x 11.85 mm x 1.62 mm
- mérés fajtája, egyoldali befogású hajlító feltét (Single Cantilever)
- vizsgálati körülmények
fűtési sebesség 3 K/perc
amplitúdó 30 μm



A függvény baloldali y tengelyén a tárolási, a jobboldali függőleges tengelyen pedig a veszteségi modulus, illetve a veszteségi tényező van feltüntetve. A kapcsoló értékek a grafikonon a tengelyekkel megegyező színekkel láthatók, a hőmérséklet függvényében.

A tárolási modulus (E') a hőmérséklet emelkedés hatására lassan, majd egy pontot elérve hirtelen lecsökken, és később is a nullához közeli tartományban marad. A veszteségi modulus (E'') ezzel szemben lassan nő, és körülbelül ugyanabban a hőmérséklet tartományban ahol a tárolási modulus hirtelen csökkenésnek indul, ez hirtelen növekedni kezd. Bár értéke megtöbbszöröződik, mégis csupán a tárolási tényező negyed, ötödrészét éri el. A növekedés csúcsát elérve, ez is (a tárolási modulushoz hasonlóan) a nullához közeli tartományba tart. A veszteségi tényező ($\tan\delta$) a feljebb említett képletből adódóan, a függvények hirtelen megváltozásáig, a nullához közeli értéket, a módosulás után pedig egy csúcsot ad. A veszteségi tényező csúcsa mindig valamilyen átalakulást jelent. Ebben az esetben az üvegesedési átmenet történik, a $\tan\delta$ csúcsával egybeeső hőmérsékleten (158,68 °C).

3. Mérési eredmények

3.1 Minták

A dolgozat elkészítéséhez, öt különféle összetételű rézötvözzel kísérleteztem. 15mm vastag, folyamatosan öntött vékonybugából indultunk ki. A lemezeket eleinte melegen, 500°C-on alakítottuk Von-Roll kísérleti henger állványon, majd egy órán át hőn tartottuk. Az alacsony hőmérséklet oka az oxidáció minimalizálása volt. Innen indult a hideghengerlés több szúrásban, mm-enként. A vizsgálati lemezekből két különböző méreten, 2 illetve 4 milliméteren mintát vettünk, és 500°C-on, 1 órás izzítással lágyítottuk. Ezek után tovább hengereltük 1mm-es vastagságig. Így az alakítás mértéke a 4mm-esek esetében 75%, míg a 2mm-esek esetében 50% lett. Összességében tehát tíz mérést tudunk később kivitelezni.

A Von-Roll állvány 250mm átmérőjű hengerekkel dolgozik, a hengerlés művelete 100 mm/perc sebességgel történt. A hideghengerlés során kenőanyagként petróleumot alkalmaztunk, a meleghengerlés kenőanyag nélkül történt tűzvédelmi okokból.

A minták számozása tőlem független, a Miskolci Egyetem jelöléseit nem változtattam meg:

- 25. minta (szakítópróba test) 56,7 % Cu 27,4 % Zn > 5 % Ni
- 31. minta (10. minta) (szakítópróba test) 58,8 % Cu 40,9 % Zn
- 24. minta (szakítópróba test) 61,3 % Cu 26,8 % Zn > 5 % Ni
- 21. minta (szakítópróba test) 91,5 % Cu 6,19 % Sn
- 23. minta (szakítópróba test) 95,8 % Cu 3,70 % Sn

Az összetételek meghatározása spektrométerrel történt Miskolcon. A próbatestek, már első ránézésre két csoportba oszthatók:

1. Az első három minta (25, 31, 24,) egyértelműen a sárgarezek csoportjába tartozik.
2. Az utolsó kettő pedig (21, 23) nyilvánvalóan ónbronzzal.

A sárgarezek esetében a 24-es és 25-ös minta, összetételét tekintve, szinte azonosnak mondható. Mindkét esetben a Zn tartalom nem éri el a 30%-ot, és több mint 5% a Ni tartalom. Ebből én arra következtetek, hogy a 24-es és 25-ös minta az alakítható sárgarezek kategóriájába tartozik (7. oldal). A 31-es minta, a magas Zn tartalom miatt, bár rideg ötvözetnek tűnhet, egyéb jelentős mértékű ötvözők/szennyezők hiányában, az alakítható sárgarezek, ólommentes osztályába sorolom (7. oldal).

A két ónbronzz próbatest esetében még egyszerűbb a helyzet. Az Sn tartalom 2-14% között van, és nem található az öntészeti ónbronzzokra jellemző ötvöző sem, így magától értetődő, hogy a próbatestek alakítható ónbronzz ötvözetek (8.oldal).

3.2 Mérések előkészítése

A DMTA mérések előkészítése mindössze a rézlemezek darabolásából áll. A méretpontosság figyelmen kívül hagyható, a műszer kalibrációnak köszönhetően. Az egyetlen szempont, hogy a mérőgépbe helyezés, és befogás elégségesen megvalósítható legyen. Az alakpontosság megállapítása is csupán szemrevételezéssel történik. A darabolást, a Kecskeméti Főiskola Gépipari és Automatizálási Műszaki Főiskolai Karának Anyagtechnológiai Tanszékén (6000 Kecskemét Izsáki út 10.), a 2-es számú műhelyben található lemezvágó olló segítségével abszolváltam.

A DSC mérések előkészülete sem vett sok időt igénybe. A mintákat (mérethelyes kis korongok), már előttem mások elkészítették egy másik munka keretében. Nekünk csupán a mérés megkezdése előtti zsírtalanítást kellett elvégezni alkoholban. A mintákat a mintatartó nélkül helyeztük a DSC-be, etalonnak levegőt használtunk.

A DSC és DMTA berendezések, a mérés során felügyelet nélkül hagyhatók, miután a mintákat behelyeztük a munkatérbe.

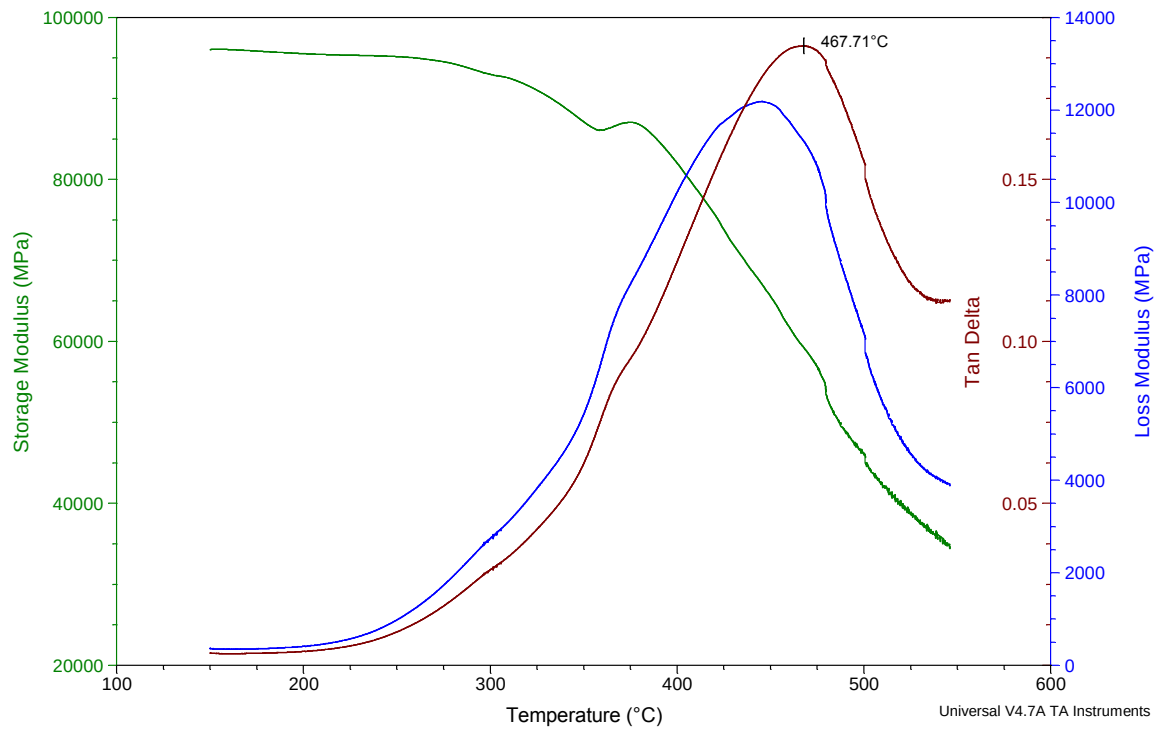
3.3 DMTA mérési eredmények

21-es minta:

Sample: Cu-21L4
Size: 18.0000 x 3.1500 x 0.9100 mm
Method: Temperature Ramp

DMA

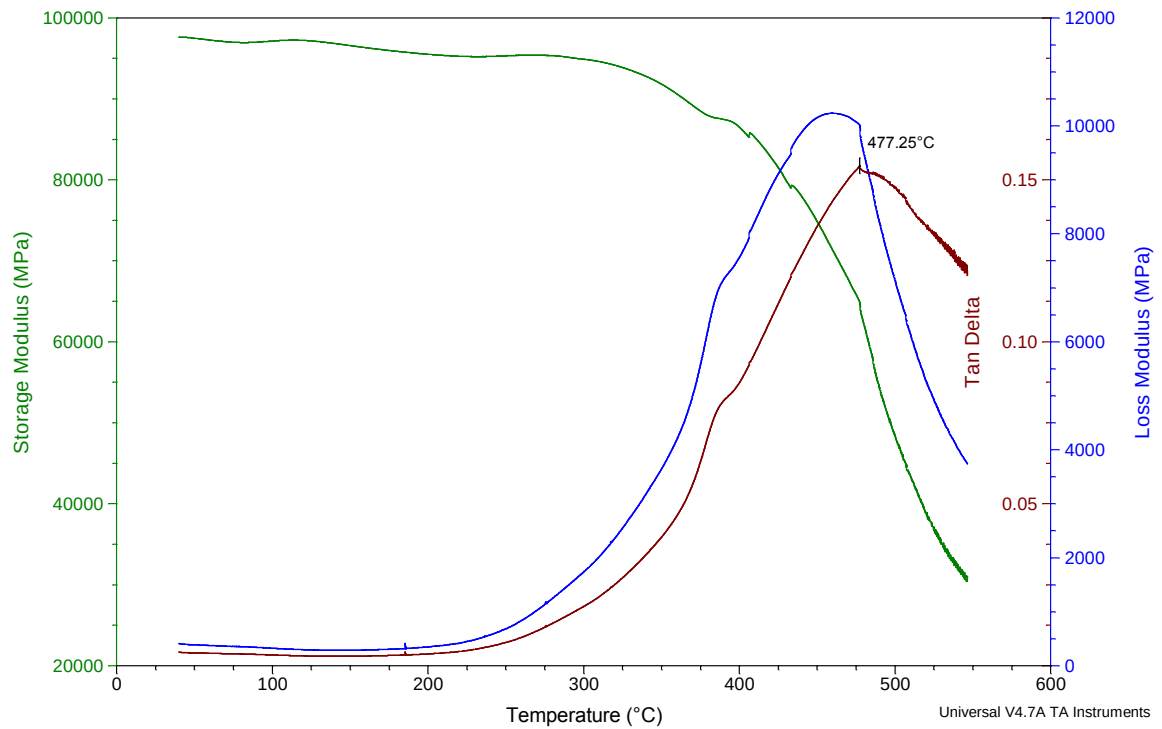
File: C:\...\2012\Juni\rez kutatás\21\21L4.003
Operator: Dugar
Run Date: 18-Jun-2012 13:15
Instrument: DMA Q800 V20.8 Build 26

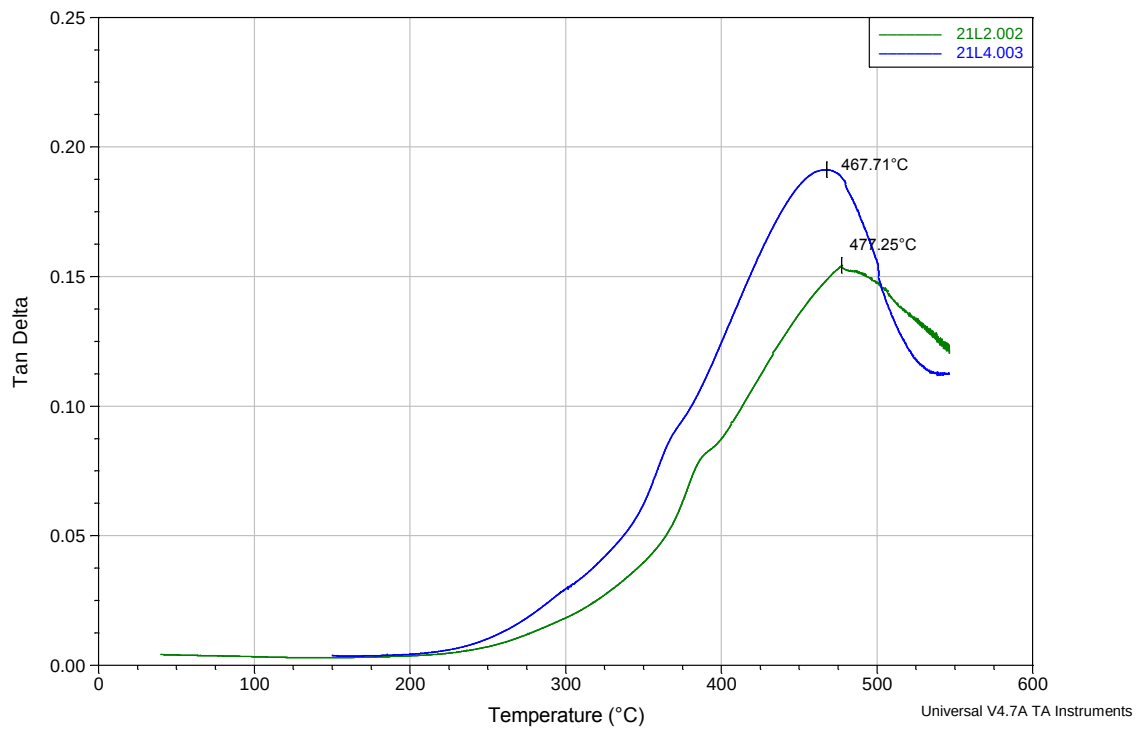


Sample: Cu-21L2
Size: 18.0000 x 3.9600 x 1.1300 mm
Method: Temperature Ramp

DMA

File: C:\...\2012\Juni\rez kutatás\21\21L2.002
Operator: Dugar
Run Date: 18-Jun-2012 08:55
Instrument: DMA Q800 V20.8 Build 26





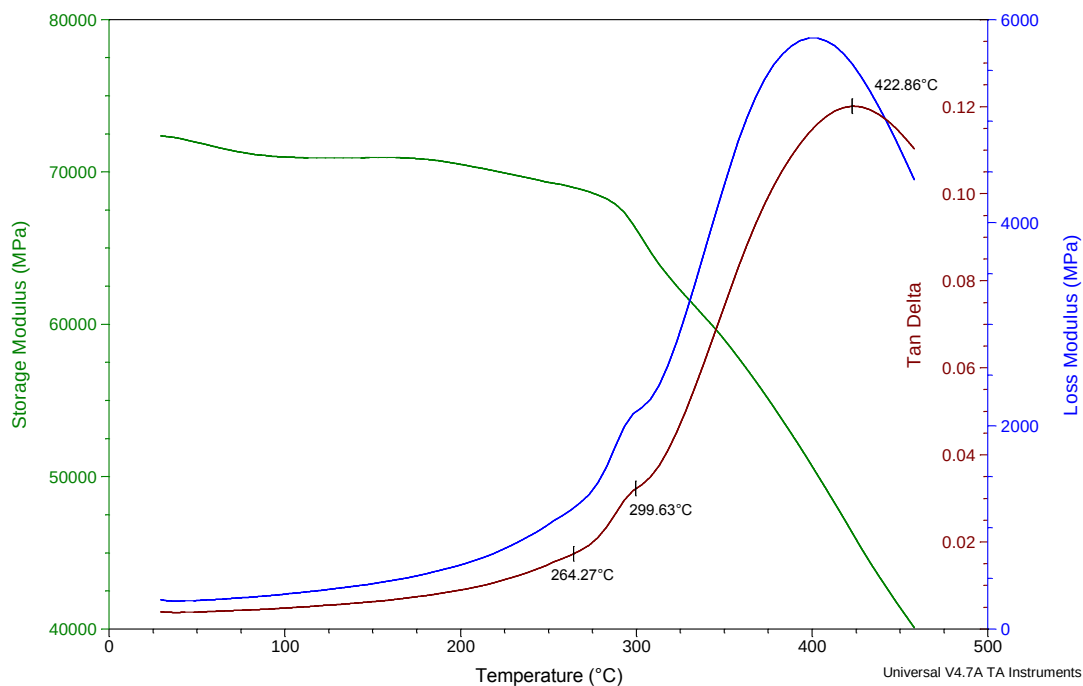
Az 50 és a 75 % -ban alakított mintán is jól kivehető a $\beta - \beta'$ átalakulás, ami a fő csúcsokat adja. Az újrakristályosodást a 300 – 400 °C között lévő kisebb csúcsok mutatják.

10-es minta:

Sample: 10-L4
Size: 17.5000 x 3.0000 x 1.0000 mm
Method: Temperature Ramp

DMA

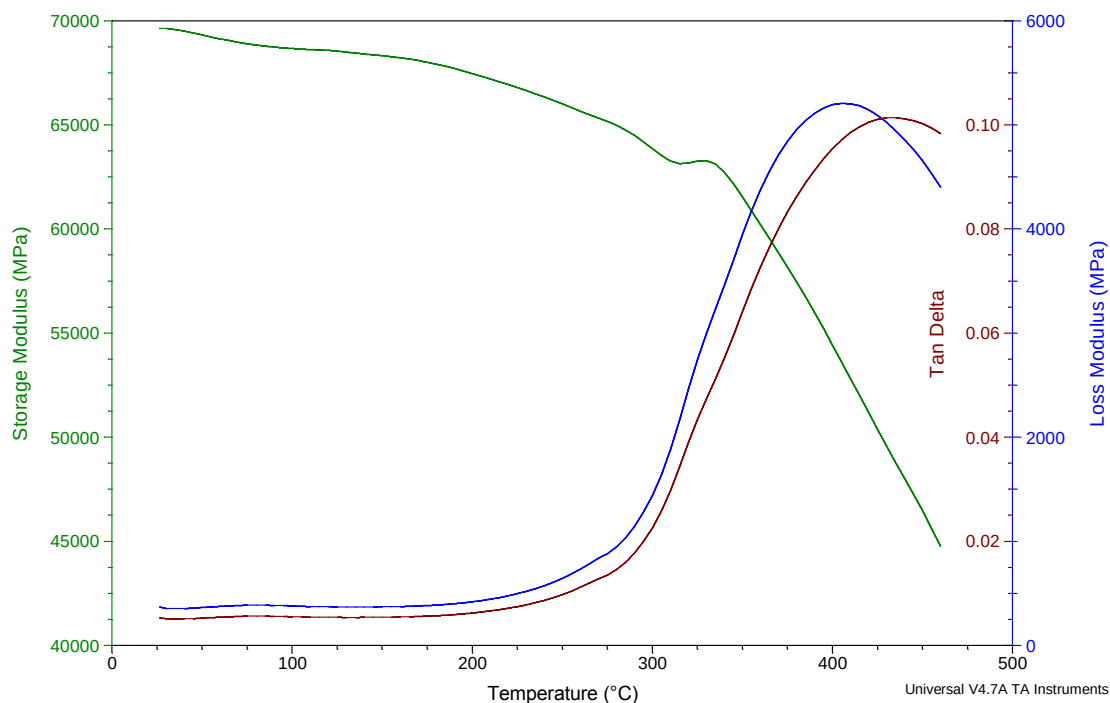
File: C:\...\\Juniřrez kutatás\\10 ok\\10-L4.001
Operator: Dugar
Run Date: 21-Aug-2012 15:51
Instrument: DMA Q800 V20.8 Build 26



Sample: 10-L2
Size: 17.5000 x 3.6000 x 1.0600 mm
Method: Temperature Ramp

DMA

File: C:\...\\Juniřrez kutatás\\10 ok\\10-L2.001
Operator: Dugar
Run Date: 21-Aug-2012 08:05
Instrument: DMA Q800 V20.8 Build 26



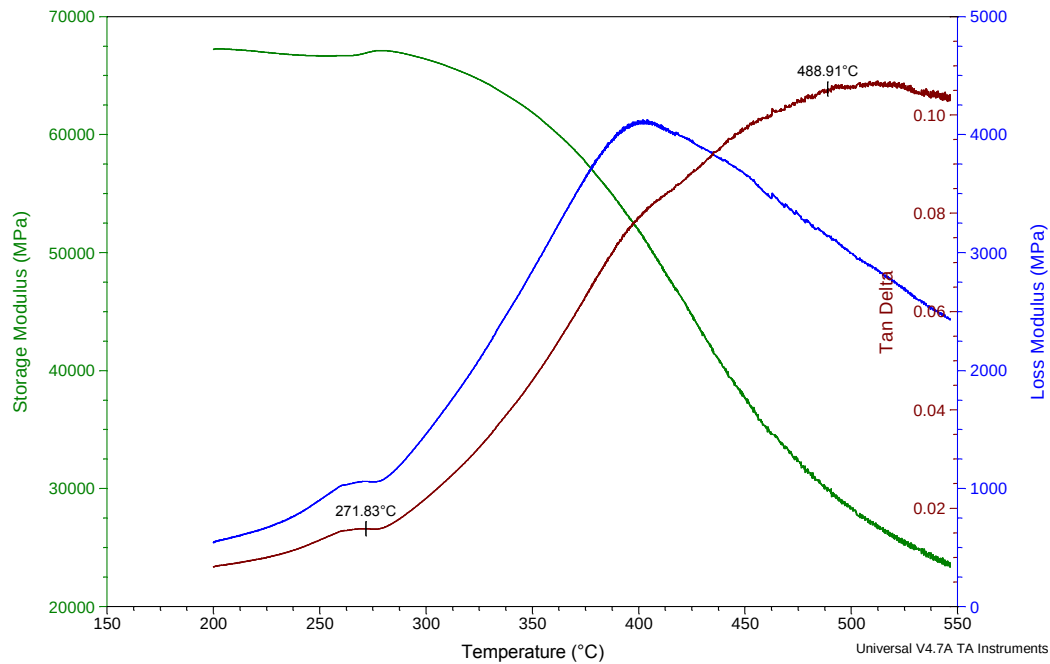
Méréseinkből arra tudunk következtetni, hogy a két (kisebb) hőmérséklet között kezd újrakristályosodni a darabunk. 50%-os alakításnál még nem igazán látszik, a 75%-os esetén tisztán kivehető.

23-as minta:

Sample: 23L2
Size: 18.0000 x 4.8300 x 1.0500 mm
Method: Temperature Ramp

DMA

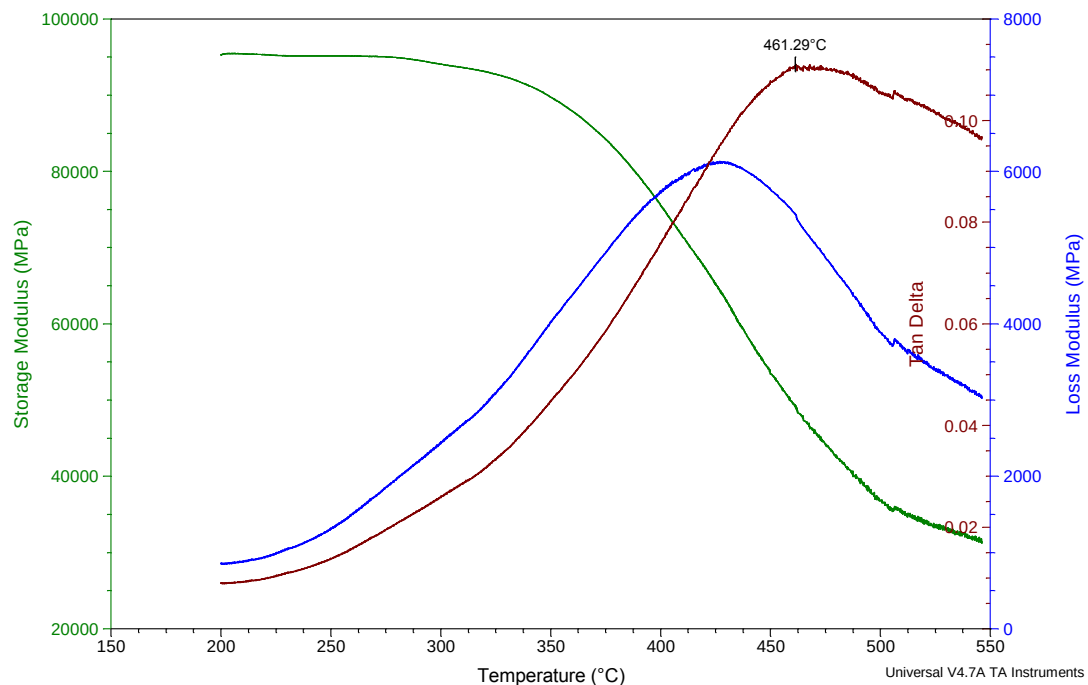
File: C:\...Juniřrez kutatás\23 újra\23L2.002
Operator: Dugar
Run Date: 10-Jul-2012 06:05
Instrument: DMA Q800 V20.8 Build 26



Sample: 23L4
Size: 18.0000 x 5.5000 x 0.9500 mm
Method: Temperature Ramp

DMA

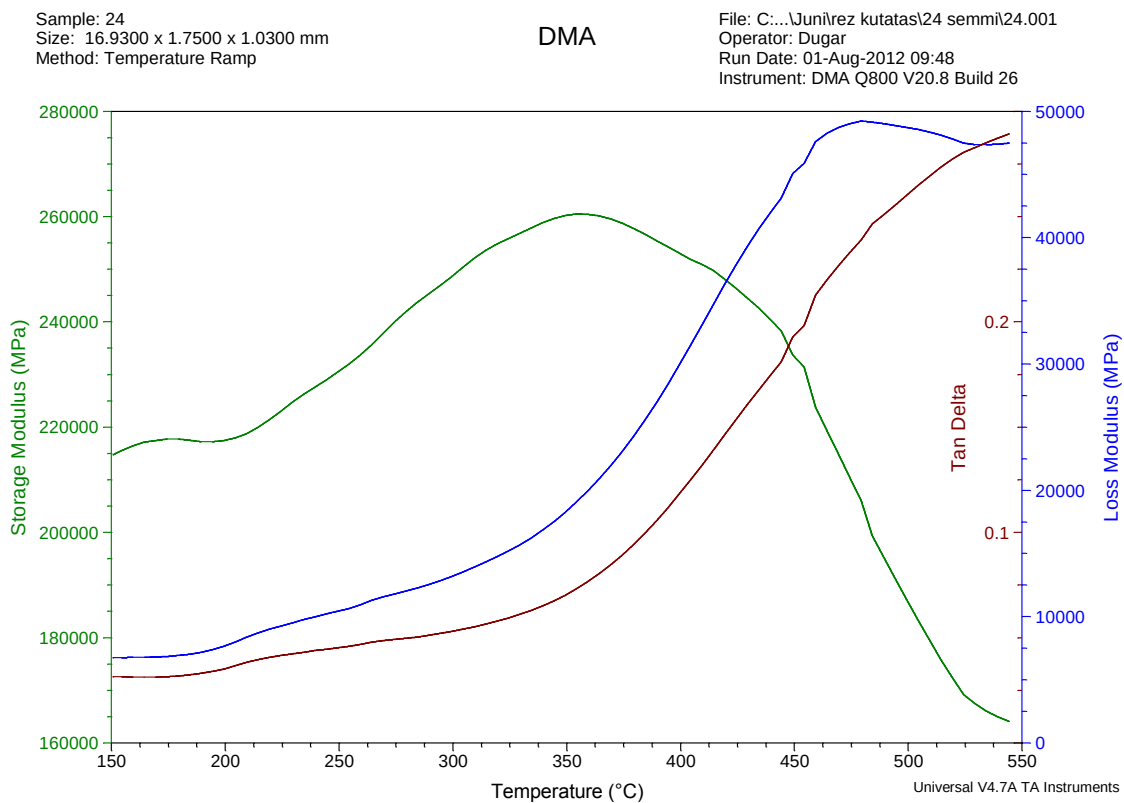
File: C:\...Juniřrez kutatás\23 újra\23L4.001
Operator: Dugar
Run Date: 09-Jul-2012 08:09
Instrument: DMA Q800 V20.8 Build 26

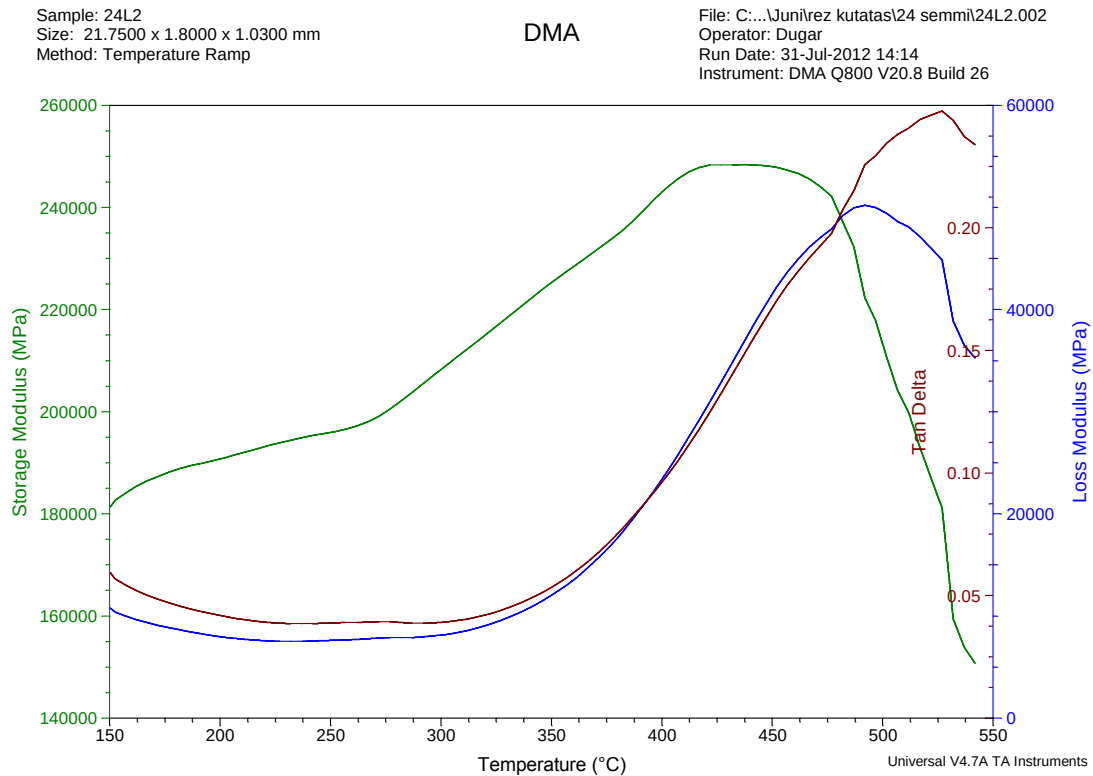


Ennél a mintánál, épp a nagyobb mértékben alakítottnál nem igazán jött ki az újrakristályosodás. A $\beta - \beta'$ azonban egyértelmű, tiszta. Ennek az lehet az oka, hogy minél

jobban alakítok egy anyagot annál finomabb szemcse alakul ki belőle az újrakristályosodás során. A kisebb szemcse gyorsabban alakul át $\beta - \beta'$ -é, így a folyamat közel sima képet ad.

24-es minta:





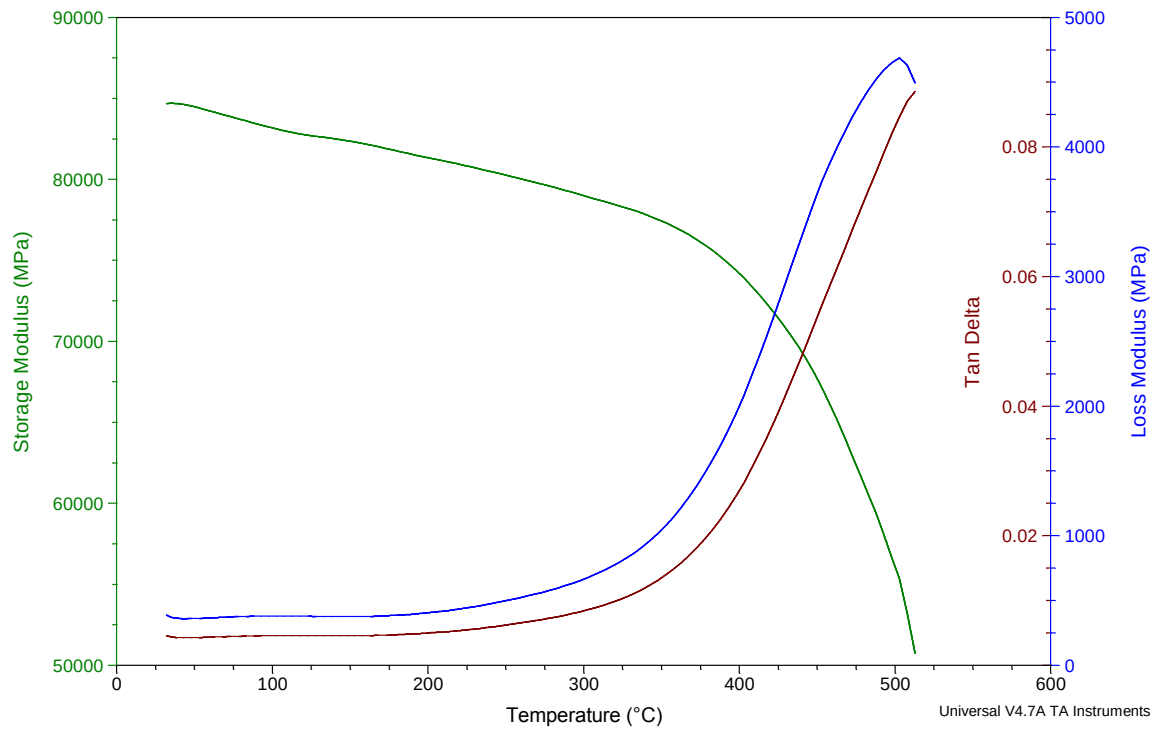
A 75%-osan alakított mintán a β - β' átalakulás olyan magas hőmérsékleten zajlott, ami már kívül esett a méréshatárokon. De mivel a kitűzött cél a DMTA határainak feszegetése, minden méréssel egyre világosabbá válik, hogy mik azok az anyagok amiket a DMTA-val képesek vagyunk mérni, és, hogy erre milyen körülmények között van lehetőség. A β - β' az 50%-osan alakított darabnál tisztán látható, és óvatosan következtetni lehet a keménységmérések alapján, a (nem várt) megújulásra is.

25-ös minta:

Sample: 25-L2
 Size: 17.5000 x 3.2200 x 1.0000 mm
 Method: Temperature Ramp

DMA

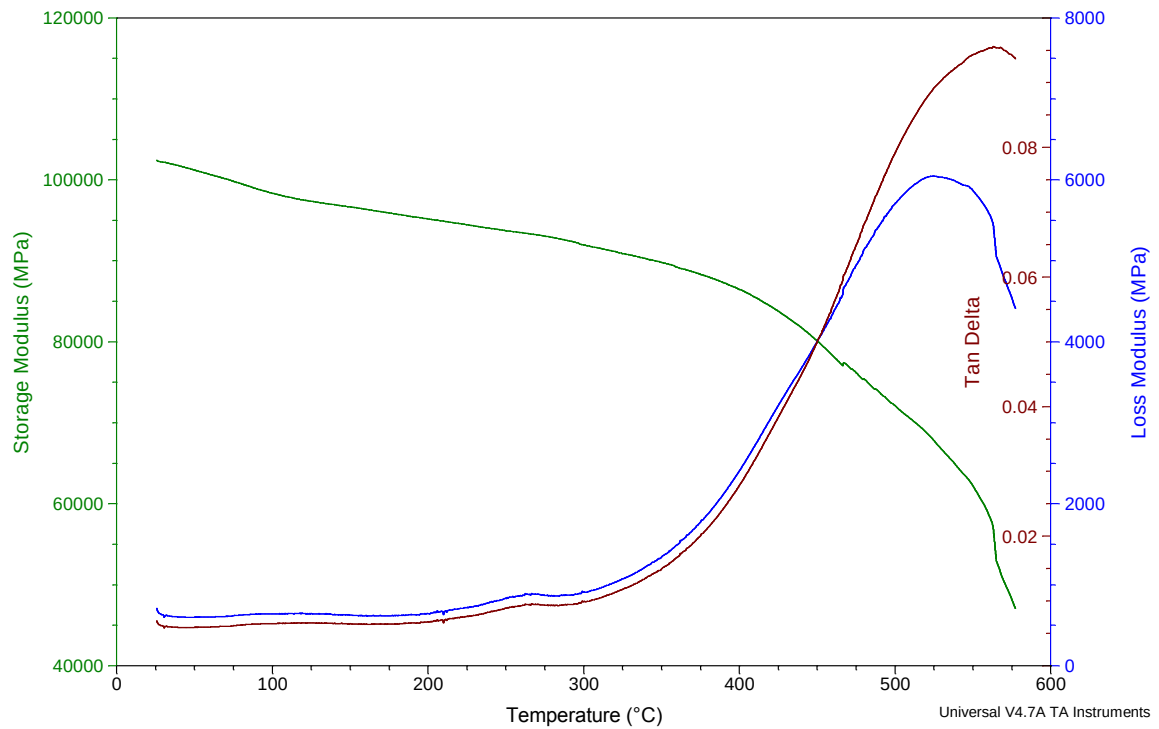
File: C:\...\2012\Juni\rez kutatás\25\25-L2.002
 Operator: Dugar
 Run Date: 22-Aug-2012 14:37
 Instrument: DMA Q800 V20.8 Build 26



Sample: 25-L4
 Size: 18.0000 x 4.6000 x 0.9300 mm
 Method: Temperature Ramp

DMA

File: C:\...\2012\Juni\rez kutatás\25\25-L4.001
 Operator: Szucs
 Run Date: 17-Oct-2012 14:12
 Instrument: DMA Q800 V20.8 Build 26

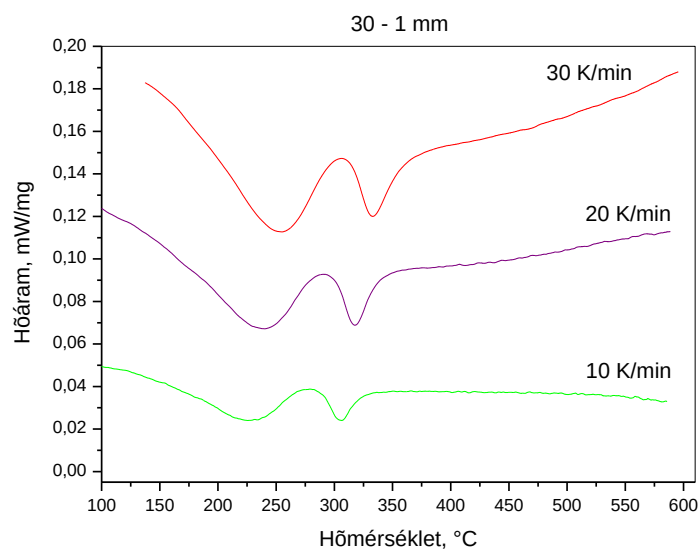


Ennél a mintánál feltehetően nem játszódik le az újrakristályosodás, a 75%-osan alakított minta képe kis csúcsot mutat $\sim 250^{\circ}\text{C}$ -nál. Ez valószínűleg, a keménységmérés alapján lágyulás, megújulás lehet. Az 50%-os darabon itt sem (mint ahogyan a többi esetben) nem látunk átrendeződésre utaló jelet.

3.4 DSC mérési eredmények

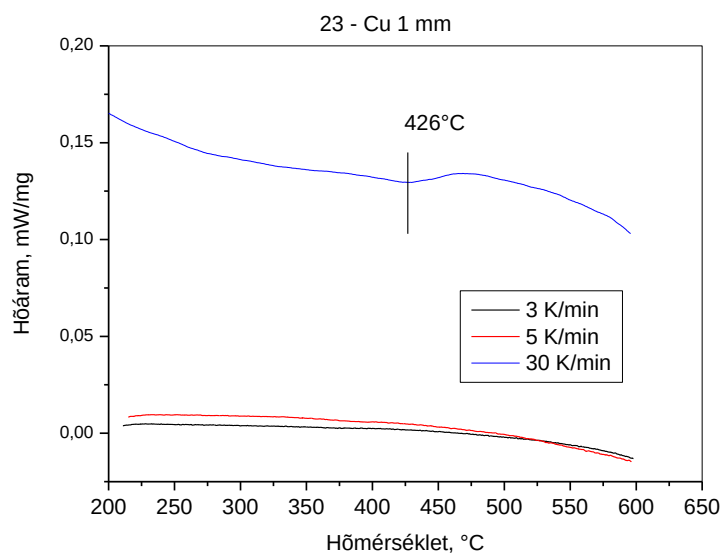
21-es minta:

10-es minta:



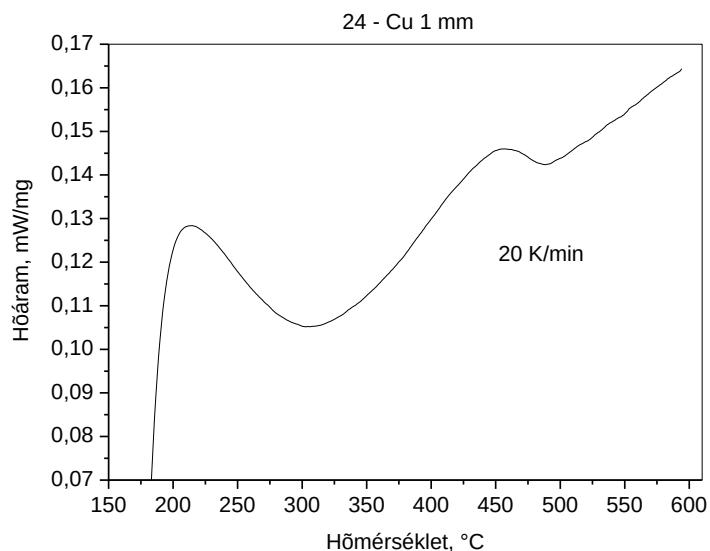
Heterogén sárgaréz, tisztán látható az újrakristályosodás csúcsa.

23-as minta:



A kicsi jel miatt nagy fűtési sebességet kellett alkalmazni, hogy egyáltalán láthatóvá tudjuk tenni $\beta - \beta'$ átalakulást.

24-es minta:



Ebben az ötvözetben megindul a folyamat, de a vége nincs a felvételen, így nem értékelhető, akár csak a DMTA esetén bizonytalan.

25-ös minta

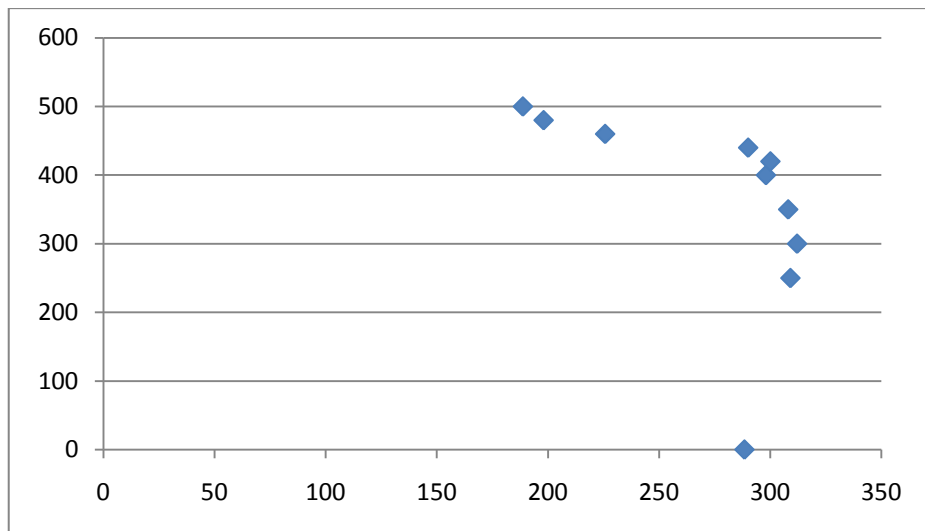
3.4 Keménységmérés eredmények

Az újrakristályosodási, és egyéb átalakulási folyamatok egyértelmű változásokat hoznak létre a szövetszerkezetben. Mivel az elemek keménysége és szerkezete között szoros összefüggés áll, keménységmérésekkel pontosan meghatározhatók az átrendeződések paraméterei.

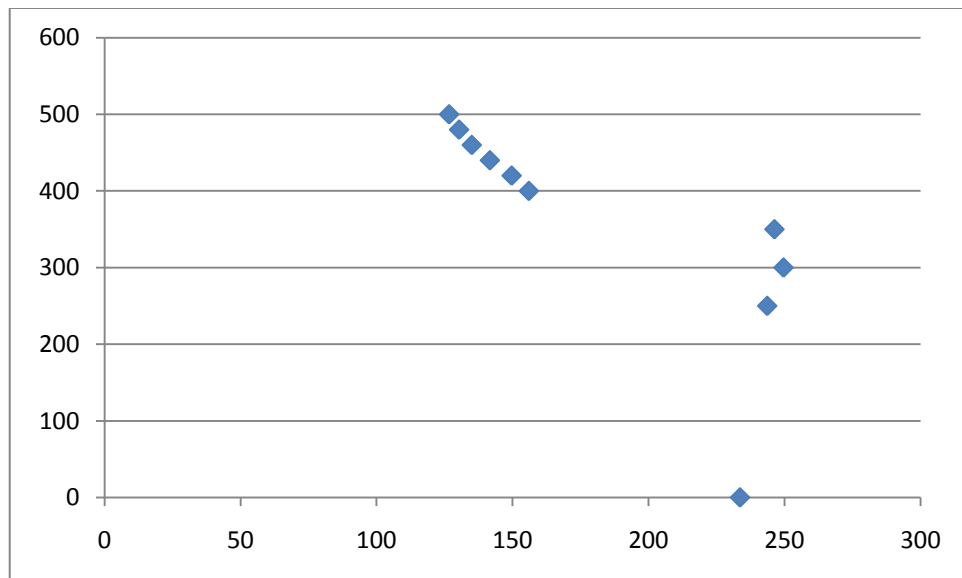
Bár az eredmény egyértelmű, ez az eljárás rendkívül munka, idő és minta igényes. Többek között ezeken, és az ehhez hasonló mérési körülményeken tudnánk javítani, ha a DMTA használhatósága bizonyítást nyerne.

Az értékek Vickers keménységi méréssel készültek, Instron Wolpert 2100B típusú berendezéssel. A mintákat az adott hőmérsékleten vízzel hűtöttük és azt követően mértük a keménységet. Minden hőmérséklet tartományban öt mérést végeztünk, majd az elsőt és utolsót elhagyva a középső három érték átlagát vettük. A diagrammok y tengelyén a hőmérséklet, x tengelyén a keménységi értékek látszódnak.

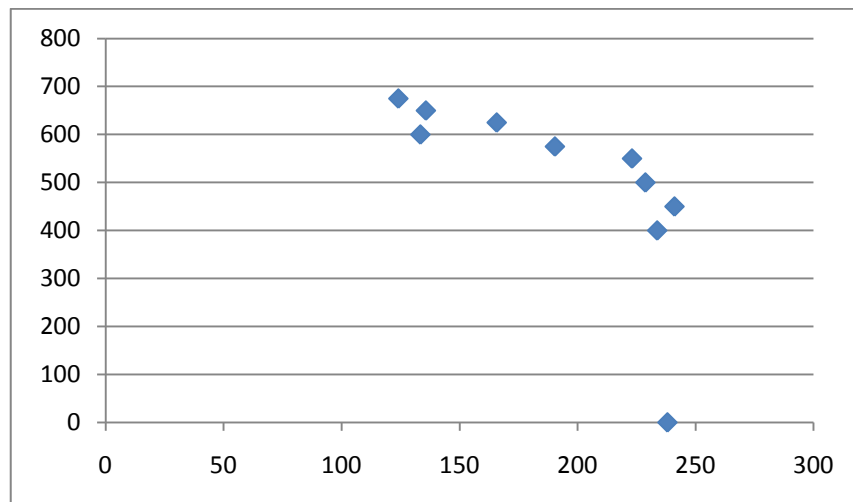
21-es minta:



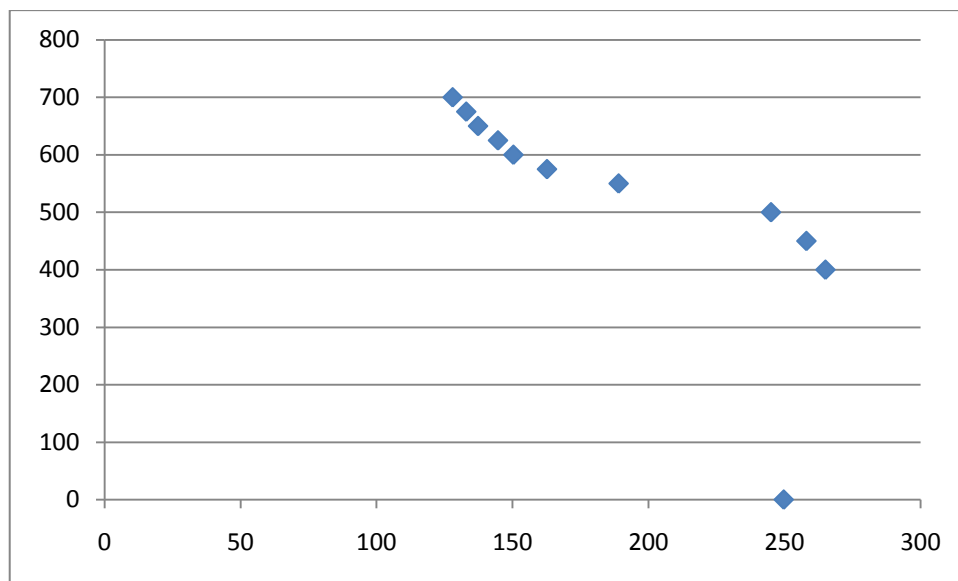
10 –es minta:



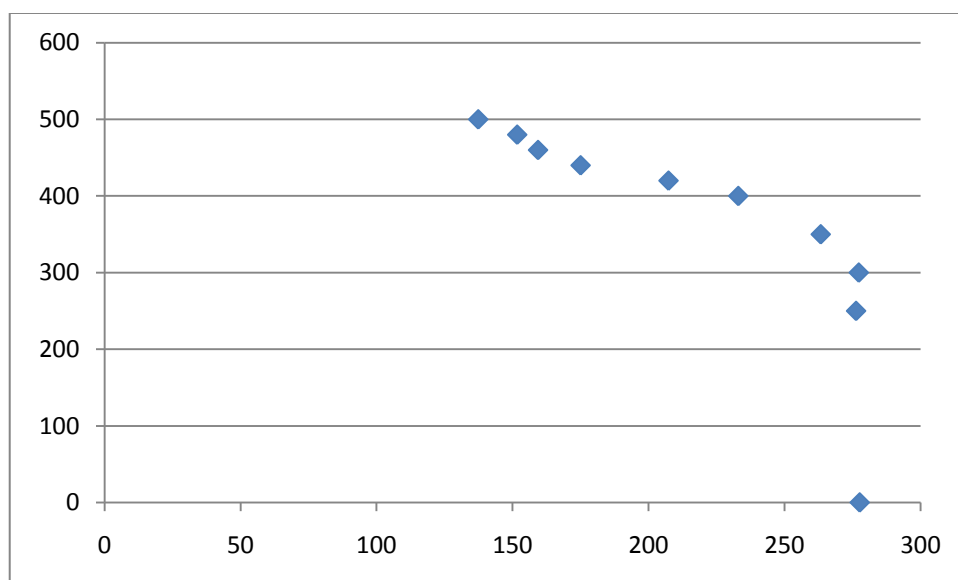
23 –es minta:



24 –es minta:



25 –es minta:



4. Összefoglalás

A TDK dolgozat megírását nagy mennyiségű szakmai irodalmi anyag feldolgozása előzte meg. A kutatásnak, olyan irodalmak is részét képezték, amelyeket aktívan nem használtam fel a dolgozat elkészítése során, mégis hasznos információkkal láttak el, például a tudomány jelenlegi állásával kapcsolatban. Tudom ezt így kijelenteni, hogy a tudomány jelenlegi állása, mindössze két év műszaki főiskolai rutinnal a hátam mögött, megütközést kelthet, a fejlődés felgyorsult üteméről nem is beszélve. Az viszont tény, hogy az interneten minden fent van közhely (ami lássuk be legtöbbször igaz is), megdölni látszott, amikor a világ legismertebb internetes kereső portáljának kereső felületére beütöttem a DMTA betűszót. A számtalan találat (a keresés csak tudományos cikkekre irányult) szinte mindegyikében felfedeztem a polimer, a műanyag, a gumi, stb. kifejezéseket. Így az egyszerű feladat kihívássá nőtte ki magát szememben. Azt hiszem talán ezért fog bele, az amúgy gépészmérnök hallgató, egy amúgy mondhatni rokoni, de mégis eltérő tudományterület egy aprócska részének kutatásába.

A mérési etalonokat a Miskolci Egyetem biztosította, és a DSC mérésekre is ott került sor. Ez annak köszönhető, hogy a munkám, egy amúgy ott folyó nagyobb, átfogóbb projekt részét képezi. A nagy távolságok és a kapcsolattartás tartás nehézsége sajnos csökkentette a művelet hatékonyságát, de így is sikerült néhány használható eredményt felmutatni.

Az alapfeltevésünk szerint, rézötvözetek újrakristályosodási jelenségének a technológiai paramétereit próbáltuk meghatározni, a DMTA mérőberendezéssel. Ez, az alakíttottság mértékének, és a különböző anyagok összetételének függvényében egyes ötvözeteknél sikeresen meg is mutatkozott. Nem szabad viszont megfeledkeznünk arról a tényről, hogy olyan szerencsés helyzetben vagyok, miszerint az is számomra kedvező eset, ha nem sikerül a jelenséget kimérni. Mivel a mérőberendezés határai is ismeretlenek, a határokon való kilépés nélkül nincs lehetőség azoknak a pozicionálására. Az eddigi, egyelőre meglehetősen kevés eredményünk ismeretében például feltételezhetjük, hogy ahhoz, hogy biztonsággal fel tudjuk mérni az újrakristályosodás jellemzőit, a munkadarab alakíttottságának az 50%-ot meg kell haladnia.

Az újrakristályosodással ellentétben, a rézötvözetek egy másik jellemző, és magas hasznossági értékkel rendelkező átalakulását, a $\beta - \beta'$ átalakulást majdnem minden esetben tisztán ki tudtunk mérni.

Nagyáltalánosságban nyilvánosságra hozható, hogy a DMTA érzékeli a fémekben, és fémötvözetekben is, az átalakulások során felszabaduló energia mennyiséget, és abból

következtetni tudunk a folyamatra részleteire. Természetesen egy hosszabban tartó vizsgálati ciklus, még pontosabbá tehetné az ismereteinket a készülékkel kapcsolatban.

Alkalmazásának feltételezhető előnyössége, az esetlegesen nem is olyan távoli jövőben, például a mérnöki gyakorlatban használatos szimulációs programok szoftveres tudásbázisainak talán soha véget nem érő fejlesztésében, vagy az ipari termelés információ szükségletének a kiszolgálásában bizonyosodhat be.

5. Ábrajegyzék

1. ábra A réz mechanikai tulajdonságjellemzői hideghengerlés hatására [17]	4
2. ábra Ötvözők, az elektromos vezetőképességre gyakorolt hatása [17].....	5
3. ábra Réz és néhány rézötvözet ellenálló képessége [19].....	6
4. ábra Összetétel és mechanikai tulajdonságok változása a Zn tartalom függvényében [17]	6
5. ábra Ónbronzoak egyensúlyi fázisdiagramja [17]	8
6. ábra β' fázis rácshierkezet [17]	9
7. ábra $\alpha + \beta'$ szövethépe [17]	10
8. ábra Szakító diagram [10].....	11
9. ábra Rugalmas alakváltozás [1]	11
10. ábra Atomsíkok elmozdulása [1]	12
11. ábra Elemi cellafajták csúszási síkjai és irányai [2].....	12
12. ábra Csúszási (a) és ikerképződési (b) mechanizmus [2].....	13
13. ábra Atomak mozgások vakancia segítségével [2].....	13
14. ábra Atomsík elmozdulása diszlokáció segítségével [12].....	13
15. ábra Nulladimenziós rácshibák [2]	14
16. ábra Rugalmassági határ és a diszlokációsűrűség kapcsolata [11]	15
17. ábra Él- és csavardiszlokáció [12]	15
18. ábra Szemcsehatárok [2].....	16
19. ábra Hengerlés elvi vázlata [15]	17
20. ábra A hengerlés geometriája [16].....	17
21. ábra Befogás feltétele [14]	18
22. ábra Hengerlés erőviszonyai [15].....	19
23. ábra Hengerek belapulása [14]	20
24. ábra Henger behajlása [14]	21
25. ábra Duó hengerlés [15].....	21
26. ábra Trió hengerű [15]	22
27. ábra Kvartó hengerű [15].....	22
28. ábra Csoport hengerlés [15].....	22
29. ábra Négy állásos szalaghengerlő [15]	23
30. ábra Kör és négyzet keresztmetszetű rúd hengerlése [15].....	23
31. ábra Idom termék hengerlés [15]	24
32. ábra Szilárd állapotban történő átalakulások [1]	24
33. ábra Hőkezelések csoportosítása [1].....	25
34. ábra Hidegen alakított fémbe vagy ötvözetbe hevítés hatására végbemenő változások [6]	26
35. ábra Megújulás [2]	27
36. ábra Az újakristályosodás folyamata [7].....	28
37. ábra Szemcseméret az alakítottság és a hőmérséklet függvényében: újakristályosodási diagram [8]	29
38. ábra Szemcsedurulás közvetlenül az ϵ_{kr1} és ϵ_{kr2} után, az újakristályosodási diagram izotermás metszetén [2]	30
39. ábra Újakristályosodott hányad adott hőmérsékleten az idő függvényében [9]	31
40. ábra Atomak a szemcsehatáron és az inkohérens szemcsehatár vándorlása [4].....	31

41. ábra Elvi, polimer DSC görbe [20]	33
42. ábra Hő-fluxusos DSC elvi fölépítése [20]	34
43. ábra Tzero™ szenzoros DSC elvi vázlata [20]	35
44. ábra Energia-kompensációs DSC elvi felépítése [20]	36
45. ábra DSC csúcs kiértékelése [20]	37
46. ábra Viszkoelasztikus anyag reagálása szinuszosan oszcilláló feszültségre [20]	38
47. ábra Komplex rugalmassági modulus [20]	39
48. ábra Húzó, nyomó, nyíró és hajlító berendezés [20]	40
49. ábra Változtatható frekvenciás torziós-vibrációs apparát [20]	41

6. Irodalomjegyzék:

- [1] Dr. Gácsi Zoltán: Fémtan II. előadás jegyzet
- [2] Dr. Gácsi Zoltán, Dr. Mertinger Valéria: Fémtan, Műszaki Könyvkiadó 2000.
- [3] Dr. Végvári Ferenc: Gépipari Technológiák II. Hőkezelések, Kecskemét 1999.
- [4] Robert W. Cahn, Peter Haasen: Physical Metallurgy: Volume III. North-Holland 1996.
- [5] Hrabóczki Edina, Barkóczy Péter: Egyenlőtlen alakváltozás kimutatása újrakristályosodott szövetszerkezetben, Anyagmérnöki Tudományok, Miskolc, 36. kötet 2011.
- [6] <http://www.ndt-ed.org/EducationResources/CommunityCollege/Materials/Structure/strengthening.htm>
- [7] <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1044580304000944>
- [8] <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0263436810000600>
- [9] [http://en.wikipedia.org/wiki/Recrystallization_\(metallurgy\)](http://en.wikipedia.org/wiki/Recrystallization_(metallurgy))
- [10] <http://nptel.iitm.ac.in/courses/Webcourse-contents/IIT-ROORKEE/strength%20of%20materials/lects%20&%20pics/image/lect11/lecture11.htm>
- [11] Johanyák Edit: Anyagismeret II. előadás jegyzet 2011.
- [12] http://www.eet.bme.hu/publications/e_books/erlaki/erlak1.html
- [13] <http://hu.wikipedia.org/wiki/K%C3%A9p%C3%A9kenys%C3%A9gtan>
- [14] Dr. Végvári Ferenc: Előgyártási technológiák. előadás jegyzet, 2011.
- [15] George E. Dieter: Mechanical Metallurgy, SI Metric Edition 1988.
- [16] William F. Hosford, Robert M. Caddell: Metal Forming, Mechanics and Metallurgy, Cambridge University Press 2007.
- [17] Raymond A. Higgins: Engineering Metallurgy, Applied Physical Metallurgy, Hodder Headline Group 1993.
- [18] Metallic Materials Properties Development and Standardization, Office of Aviation Research Washington, D.C. 20591, 2003.
- [19] ASM Metals Handbook Desk Edition 2001. Volume 2: Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials
- [20] Joel R. Fried: Polymer Science and Technology
- [21] Bagány Mihály: Műszaki hőtan, Kecskemét 2009.
- [22] Barkóczy Péter, Önböli Norbert, Hegyes Tibor: OFHC réz újrakristályosodási kinetikájának vizsgálata, Anyagmérnöki Tudományok, Miskolc, 36. kötet 2011

