

Óbudai Egyetem

Bánki Donát Gépész és Biztonságtechnikai Mérnöki Kar

Anyagtudományi és Gyártástechnológiai Intézet

Anyag- és Alakítástechnológiai Szakcsoport



ORSZÁGOS TUDOMÁNYOS DIÁKKÖRI DOLGOZAT

ÁTALAKULÁSI FOLYAMATOK VIZSGÁLATA MELEGKEMÉNYSÉG-MÉRÉSEL ÉS DSC TECHNIKÁVAL

Szerző:

Povorai Gábor

Mechatronikai mérnök I. évfolyam

Konzulens:

Mucsi András

műszaki ügyintéző

Budapest, 2014.

Tartalom

1. Bevezetés, célkitűzés.....	3
2. Keménységmérő eljárások és az eredmények interpretációja.....	5
2.1 Hagyományos keménységmérő eljárások	5
2.2 Mikro- és nanokeménység mérő eljárások	11
2.3 Melegkeménység-mérő eljárások.....	12
3. Kísérleti módszerek.....	16
3.1 Saját fejlesztésű Vickers melegkeménység-mérő berendezés.....	16
3.2 Új típusú, folyamatos melegkeménység-mérő eljárás.....	17
3.3 Differenciális pásztázó kalorimetria.....	22
4. Átalakulási folyamatok vizsgálata	23
4.1 Hidegen hengerelt elektrolitréz újrakristályosodásának vizsgálata.....	23
4.1.1 Hagyományos Vickers-melegkeménység mérési eredmények	23
4.1.2 Újrakristályosodás vizsgálata DSC mérési eredmények alapján	26
4.1.3 Elektrolitréz újrakristályosodásának vizsgálata folyamatos melegkeménység- méréssel	28
4.2 Lágy elektrolitréz kúszásának vizsgálata	38
4.4 Polipropilén termikus viselkedésének vizsgálata	39
4.5 Al99.9 újrakristályosodásának vizsgálata	40
5. Összefoglalás.....	43
6. Irodalomjegyzék.....	44

1. Bevezetés, célkitűzés

A modern mérnöki anyagok gyártástechnológiájában széles körben alkalmazzák az átalakulási folyamatok által nyújtott lehetőségeket. Az anyagok szerkezete, struktúrája szabja meg azok mechanikai paramétereit, ezért az anyagok hő hatására végbemenő átalakulásainak ismerete elengedhetetlen. Az átalakulási folyamatok kvantitatív vizsgálatára többféle, különböző elven alapuló módszer létezik, néhány közülük az átalakulás hőleadását illetve hőfelvételét vizsgálja, míg mások valamely fizikai jellemző változását regisztrálja. Ezek mellett közvetlen módon is megvizsgálhatjuk az anyag mikroszerkezetét metallográfiai csiszolat készítésével, bár meg kell jegyezni, ennek a módszernek a hátránya az eszköz- és munkaigényessége.

A mérnöki anyagok vizsgálatához rendkívül hasznos eszközök a keménységbecslő eljárások. A keménység tulajdonképpen egy, a vizsgálandó anyagnál sokkal keményebb tárgy behatolása ellen mutatott viselkedést reprezentálja. Az anyagok keménysége és egyéb mechanikai tulajdonságai között (pl. fémek esetén szakítószilárdságuk között) szoros összefüggés áll fenn mind szobahőmérsékleten mind annál magasabb hőfokon. Igen sok átalakulási folyamat közben érzékelhető a keménység változása is, ezért a keménység vizsgálata információt szolgáltat az átalakulás lefolyásáról. Az átalakulási folyamatok jelentős része szobahőmérsékletnél nagyobb hőmérsékleten megy végbe, ezért az átalakulási folyamatok keménységméréssel való vizsgálatához a keménység mérést magas hőmérsékleten szükséges végrehajtani. A melegkeménység mérése az irodalomban fellelhető példák alapján eddig azon a módszeren alapult, hogy bizonyos hőmérsékletekre hevített próbatesteken hőtartás közben keménységmérést végeztek valamely hagyományos módszert alkalmazva. Ezzel a módszerrel csak diszkrét pontokhoz juthatunk, a vizsgálati hőmérsékletre való felhevítés során történő változás ismeretlen, továbbá a vizsgált próbatest felületi oxidációja nehezíti a lenyomat geometriájának pontos meghatározását. Amennyiben a melegkeménységet bármely pillanatban meg tudjuk határozni, folyamatos jelleggel nyomon követhetővé válik az átalakulás.

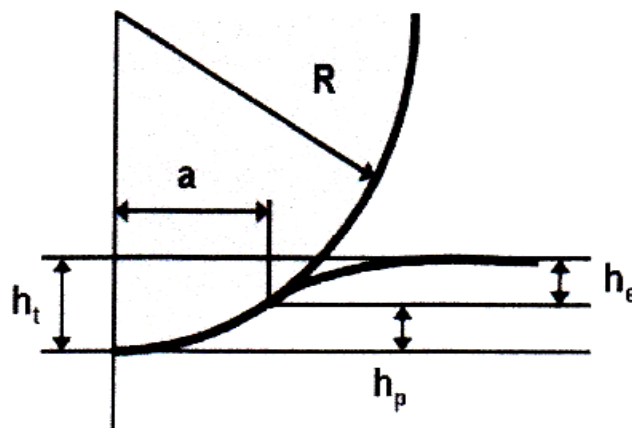
A kutatómunka célja egy olyan újszerű, egyszerűen kivitelezhető és kvantitatív mérési eredményekkel szolgáló melegkeménység-mérő berendezés és mérési eljárás elkészítése volt, mellyel különféle anyagok átalakulási folyamatai folyamatosan, bármilyen idő-hőmérséklet függvény alkalmazása mellett vizsgálhatók. További cél volt az új eljárással végzett mérési eredmények értelmezésének kidolgozása, az eredmények helyes interpretációja és

összehasonlítása hagyományos mérés technikával felvett eredményekkel. A dolgozatban bemutatásra kerül egy hagyományos elven működő Vickers-melegkeménység mérő berendezés, valamint az Óbudai Egyetem Anyag- és Alakítástechnológia Szakcsoportja által kifejlesztett és szabadalmaztatott folyamatos melegkeménységmérő berendezés. Ezzel a berendezéssel különböző tulajdonságú anyagokon vizsgálatokat végeztem. A dolgozatban hidegen hengerelt elektrolitréz és alumínium újrakristályosodási folyamata, lágy réz kúszásvizsgálata, valamint polipropilén termikus viselkedésének vizsgálata kerül bemutatásra.

2. Keménységmérő eljárások és az eredmények interpretációja

2.1 Hagyományos keménységmérő eljárások

A keménységmérő eljárások célja az anyag deformáció elleni ellenállásának mérése. A keménység több mechanikai paraméterrel kapcsolatban áll, például acélok esetében a szakítószilárdsággal szoros korrelációt mutat, így rendkívül hasznos információt nyújt. A hagyományos keménységmérő eljárások előnye, hogy az anyag csupán kisméretű károsításával nyerhető információ annak keménységéről. A hordozható, kézi keménységmérőkkel akárhol elvégezhető a mérés, nem szükséges minták előkészítése. A keménységmérési technikákat a terhelő erő szerint három típusba szokás sorolni: makró, mikró és nanokeménység-mérések. A mérnöki gyakorlatban leggyakrabban használatos hagyományos keménységmérő eljárások a Vickers , Brinell és Rockwell elven működő vizsgálatok. Ezek mind hasonló elven működnek: egy kemény szerszám anyagba való benyomásával maradandó deformációt hoznak létre az anyagban, ez a szerszám lenyomata. A lenyomat geometriai méreteit elemezve megállapítható a deformáció mértéke és az anyag keménysége. A kontaktmechanizmusok, mint a behatolásos keménység- nyomáeloszlásának közelítésére az adhézió nélküli klasszikus megoldások használhatók. Leggyakrabban gömb, gúla vagy kúp alakú szerszám használatos, gyakorlati tapasztalat, hogy a gúla alakú szerszámok jól közelíthetők a kúp modelljével. A klasszikus modell (nem lép fel adhéziós kapcsolat a szerszám és a munkadarab között) szerint két egyszerű eset kerül bemutatásra: gömbfelület és sík, majd kúp és sík reakcióját. A gömb és sík kontaktmechanizmusát pár feltétel kikötésével a Hertz-moddal [1] jól közelíthetjük (2.1.1 ábra).



2.1.1 ábra. A Hertz-modell sematikus ábrája gömb és sík érintkezésekor. [1]

Az ábrán R a behatoló gömb sugara, a a kontaktus sugara, h_t a felszín teljes elmozdulása, mely két részre bontható, h_e a kontaktus kezdetéig tartó elmozdulás és h_p a kontaktus és a teljes elmozdulás pontja közötti távolság. A modell szerint a kontaktus sugara (a) a következő összefüggés szerint adható meg a terhelő erő függvényében:

$$a^3 = \frac{3 \cdot F \cdot R}{4 \cdot E_r} \quad (2.1.1)$$

ahol a a kontaktus sugara, F a terhelő erő R az úgynevezett kombinált rádiusz, E_r pedig az úgynevezett redukált rugalmassági modulusz, mely a szerszám és a felszín közötti rugalmas kölcsönhatás leírására alkalmazott állandó. Utóbbi két paraméter meghatározása a következőképpen történik: E_r meghatározására kézenfekvő módszer a két testet sorban kötött rugókként értelmezni, ekkor:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1 - \nu_m^2)}{E_m} + \frac{(1 - \nu_n^2)}{E_n} \quad (2.1.2)$$

ahol E_r a redukált rugalmassági modulusz, E_m és E_n a két anyag rugalmassági modulusza, ν_m és ν_n a két anyag Poisson-aránya. A kombinált rádiusz a következő egyszerű képlettel fejezhető ki:

$$\frac{1}{R} = \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \quad (2.1.3)$$

ahol R a kombinált rádiusz, R_1 és R_2 a két test sugara. Ebben az egyenletben a gömb szerszám sugara mindig pozitív, a próbatest sugarát pedig pozitívnak vesszük, ha az illeszkedő kör középpontja a szerszámmal ellentétes oldalon található. Esetünkben a próbatest sík, így az ahhoz tartozó tagot elhanyagolhatjuk, a kombinált rádiuszt egyedül a szerszám sugara határozza meg. A felület pontjainak elmozdulását a kontaktus tartományában a következő egyenlettel írhatjuk le:

$$h = \frac{1}{E_r} \cdot \frac{3}{2} \cdot \frac{F}{4 \cdot a} \cdot \left(2 - \frac{r^2}{a^2} \right) \quad (2.1.4)$$

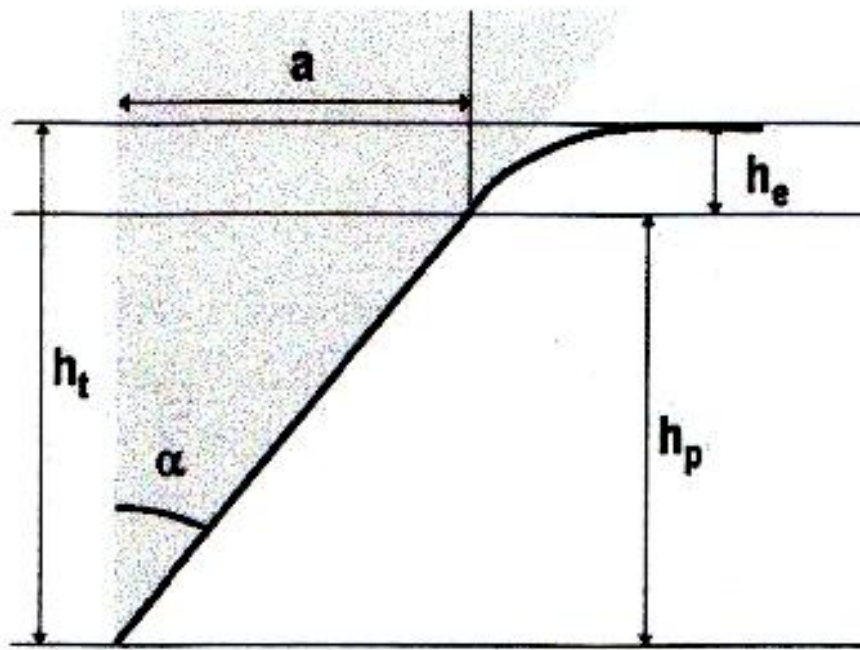
ahol h a pont elmozdulása a kiindulási helyzettől, r a sugárirányú távolság a szerszám szimmetriatengelyétől, E és a pedig az előzőekben megismert kifejezések. A kontaktus közben fellépő nyomás átlagértékének képlete:

$$P = \frac{F}{\pi \cdot a^2} \quad (2.1.5)$$

Hertz modellje csak a lokális deformációkat veszi figyelembe, de ez nem baj, a későbbiekben látni fogjuk, hogy a behatoló szerszám csak egy lokális plasztikus deformációs zónát hoz létre. A kúp szerszám modelljében a behatolás mélysége és a kontaktus sugara között a következő összefüggés áll fenn:

$$a = h_p \cdot \tan \theta \quad (2.1.6)$$

ahol h_p a behatolás mélysége, a a kontaktus sugara θ pedig a kúp palástja és a szimmetriatengelye között bezárt szög.



2.1.2 ábra. Kúp alakú szűrőszerszám és a munkadarab kölcsönhatása. [1]

A gömbszerszám hasonló paramétereit, azaz a kontaktus sugarát, a nyomás számtani közepét és a behatolás mélységét a következő összefüggésekkel írhatjuk le:

$$F = \frac{\pi \cdot a}{2} \cdot E \cdot a \cdot \cot \alpha \quad (2.1.7)$$

ahol $a \cdot \cot(\alpha)$ egyenlő a h_p elmozdulással.

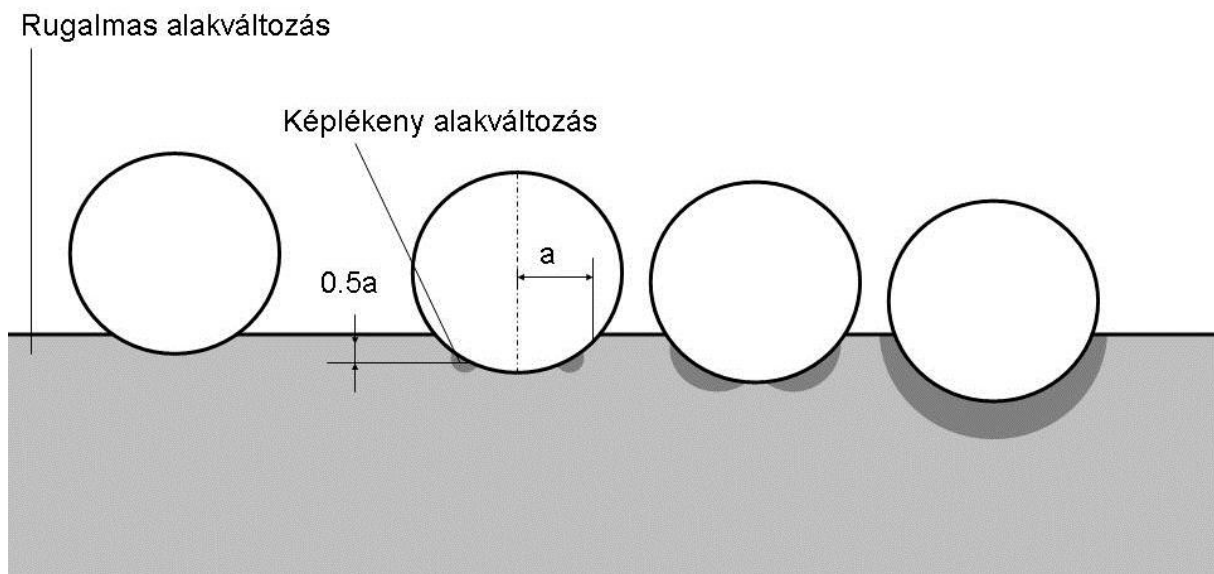
$$h = \left(\frac{2 \cdot E \cdot \tan \alpha}{\pi} \right) \cdot h_t^2 \quad (2.1.8)$$

ahol h_t a behatolás teljes elmozdulása a felszín síkjától.

A 2.1.6 képletet behelyettesítve 2.1.8-ba a következő képlethez jutunk:

$$F = \frac{2 \cdot E \cdot \tan \alpha}{\pi} \cdot h_t^2 \quad (2.1.9)$$

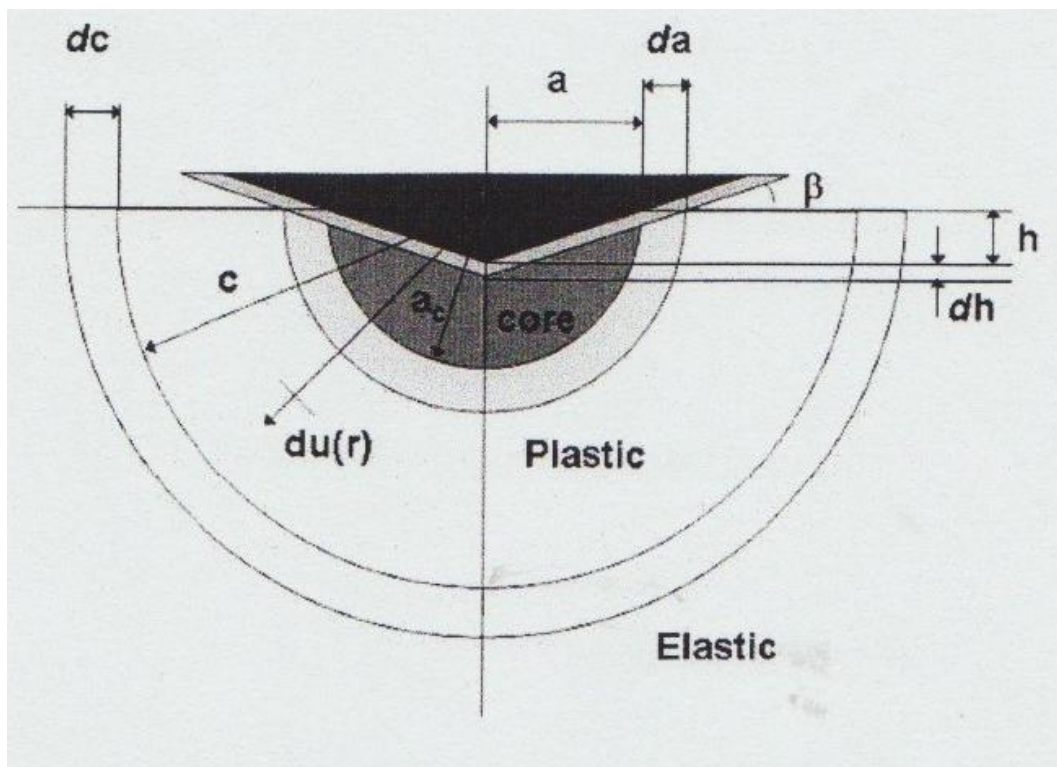
A nyomáseloszlás a gömbszerszámon könnyen meghatározható. Ha a szerszám geometriáját kicseréljük, ez a nyomáseloszlás megváltozik, ahogyan a terület-benyomódási mélység arány is. Gömbszerszám esetében a lenyomat (a) sugara sokkal gyorsabban növekszik, mint a benyomódás mélysége. Kúpos szerszámoknál ez az arány állandó, ezért a kúp geometriailag hasonló lenyomatot képez minden benyomódási mélységnél. Az anyag behatolásra adott válaszát a terhelő erő függvényében három fázisra bonthatjuk. Az első szakaszban a próbatest csupán elasztikus deformációval reagál a terhelésre. Ennek a szakasznak a határa kísérleti tapasztalatként $P_{\text{közép}} < 1.1Y$, ahol Y az anyag nyomószilárdsága. Eddig a pontig az anyagban nem lép fel maradandó alakváltozás. A legnagyobb nyírófeszültség mértéke gömbszerszám behatolásakor körülbelül $0.47P_{\text{közép}}$, ami a kontaktus sugarának (a) felével egyező mélységben lép fel. Von Mises vagy Tresca feltételét alkalmazva definiálhatjuk a plasztikus deformáció kezdetét. Von Mises feltételével ez a pont $P_{\text{max}} > 1.0Y$, Tresca feltételével hasonló $1.1Y$ érték adódik, ahol a legmagasabb nyírófeszültség $\tau_{\text{max}} = 0.5Y$. Ettől a ponttól fogva az anyagban maradandó, plasztikus deformáció lép fel. Ekkor $1.1 < P_{\text{közép}} < CY$ ahol C egy anyagtól és a behatoló szerszám geometriájától függő állandó. A plasztikus deformáció a felszín alatt kezdődik és folyamatosan növekszik a kiterjedése, egészen addig, míg el nem éri a felszínt. A 2.1.3. ábrán a képlékeny alakváltozás-zóna fejlődésének folyamata látható.



2.1.3. ábra. A képlékeny alakváltozás zónájának növekedése.

A pontos geometria vizsgálata nehézkes, mivel felszín alatti és kismértékű alakváltozás játszódik le. Miután a plasztikus deformáció eléri a felszínt, kezdődik a harmadik szakasz. A harmadik szakaszban a plasztikus deformáció folyamatos, itt a szerszám által kifejtett nyomás átlagértéke konstans. Ez a nyomás megközelítőleg egyenlő a mért keménységgel. A keménység elméleti megközelítését a szerszám és az anyag válaszának függvényében csoportosíthatjuk. A behatoló szerszám térfogatát plasztikus vagy elasztikus deformáció biztosíthatja.

A már kialakult, harmadik fázisban lévő deformációs zóna leírására egy jó eszköz az úgynevezett „táguló üreg” modell. Ebben a modellben a szerszám behatolására az anyag válasza az elasztikus válasz mellett, a szerszám körül kialakuló két, félgömb alakú deformációs zóna: egy inkompresszibilis régió, a „hidrosztatikus mag” és a plasztikus deformáció zónája, aminek alakváltozása lehetővé teszi a szerszám térfogatfoglalását az anyagban. A „táguló üreg” modell a 2.1.4 ábrán látható.



2.1.4 A „táguló üreg” modell. [1]

Az ábrán a_c a hidrosztatikus mag, c a plasztikus deformációs félgömb sugara. Geometriailag hasonló szerszámok esetében (kúp és gúla) a következő összefüggés áll fenn a mag és a plasztikus zóna sugara között:

$$\frac{da}{dc} = \frac{a}{c} \quad (2.1.10)$$

Ebből Johnson a következő megállapítást tette a magban fellépő nyomás leírására:

$$\frac{p}{Y} = \frac{2}{3} \cdot \left[1 + \ln \left(\frac{(E/Y) \tan \beta + 4(1-2\nu)}{6(1-\nu^2)} \right) \right] \quad (2.1.11)$$

ahol p a magban fellépő nyomás, β a sík és a szerszám palástja által bezárt szög. Gömbszerszámok esetében, ahol β értéke kicsi, $\tan \beta$ helyettesíthető a/R -rel, az egyszerűsítést felírva következő egyszerűsített kifejezéshez jutunk:

$$P_{közép} = p + \frac{2}{3} \cdot Y \quad (2.1.12)$$

Egy ponttól fogva a felület is befolyásolja a plasztikus deformációs zóna alakját. Amikor a képlékenynél jóval kisebb mértékű a rugalmas deformáció, az anyag a szerszám által elfoglalt térfogatot másképpen biztosítja, megkezdődik az anyag felrakódása a szerszám köré az érintkezés éle mentén, ami fénymikroszkópos eljárások alkalmazásakor hibát okoz. Ez a modell jó közelítésnek adódott, és segít megérteni a behatoláskor keletkező deformáció fázisait.

A Brinell-típusú keménységmérés során egy edzett acélgolyót nyomnak a próbatest felületébe, ami kör alakú lenyomatot hagy maga után. A lenyomat átmérője, az acélgolyó átmérője és az alkalmazott terhelő erő figyelembe vételével meghatározható a Brinell keménység (HB):

$$HB = \frac{2 \cdot F}{D \cdot \pi (D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (2.1.13)$$

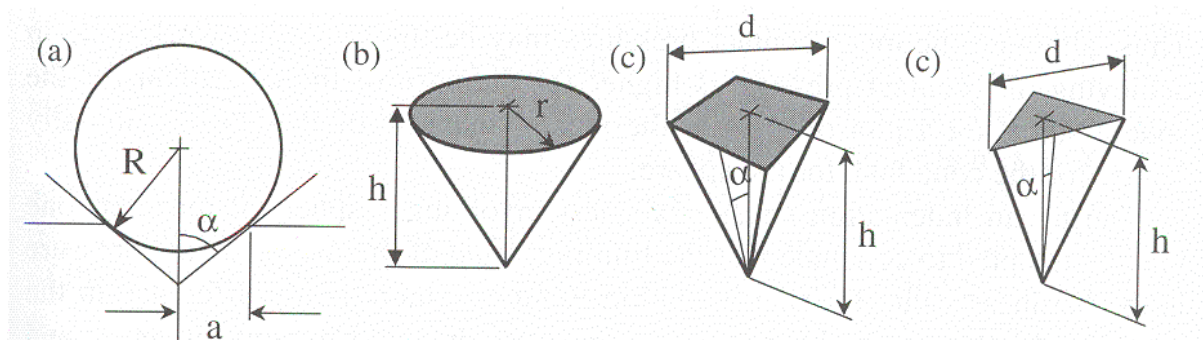
A módszer gyenge pontja, hogy 400 HB feletti keménységű próbatestek mérésekor az acél golyó is deformálódik, ami hamis eredményekhez vezet, ilyenkor más módszert, például Vickers eljárást kell alkalmazni. A Vickers-típusú keménységmérés során egy 136°-os lapszögű gyémántgúlát nyomnak a próbatest felületébe, majd a keletkező lenyomat átlóit vizsgálják mikroszkóp alatt. A gúla geometriailag hasonló lenyomatot képez a benyomódás mélységétől függetlenül. Az átlók átlagából és a terhelő erőből a következő képlettel számítható a Vickers-keménység (HV) :

$$HV = 1.854 \cdot \frac{0.102 \cdot F}{d^2} \quad (2.1.14)$$

ahol F a terhelő erő (N), d pedig a Vickers-lenyomat átlóinak számtani közepe (mm). Az eljárás előnye, hogy széles tartományban, folytonos skálával mérhetők vele keménységek, a Brinell-eljárással szemben. A dolgozathoz használt keménységmérések során mi is ezt a technikát használtuk.

2.2 Mikro- és nanokeménység mérő eljárások

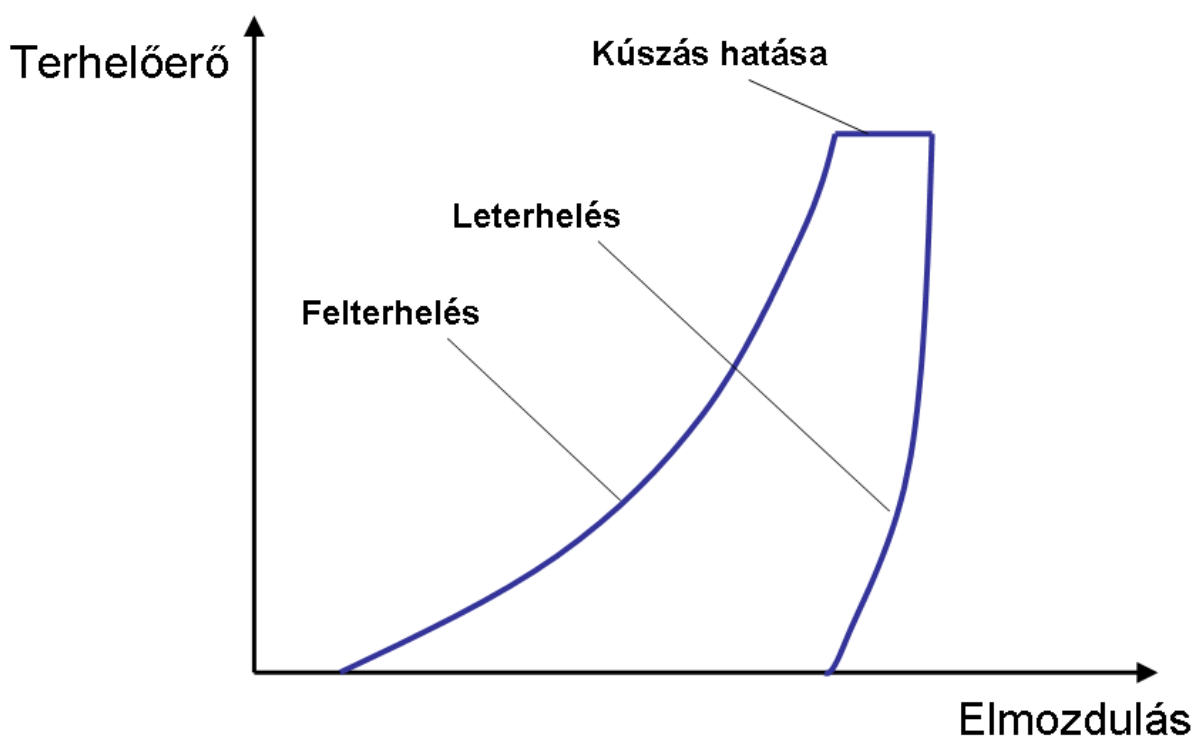
Mikrokeménység-mérésnek, vagy mikroindentációs keménységmérésnek nevezzük azokat az eljárásokat melyek során a terhelő erő 10 N alatti. A kis terhelőerő kis behatolási mélységgel jár, így vékony rétegek, bevonatok, kérgek keménységének vizsgálata is végrehajtható, emellett a módszerrel szövetelem keménysége is megállapítható. Mikrokeménység-mérésekhez leggyakrabban Vickers, Berkovich vagy Knoop szerszámot alkalmaznak, a szerszámok ábrája a 2.2.1. ábrán látható.



2.2.1.ábra. A leggyakrabban használt szerszámok: (a) gömbszerszám (Brinell-Rockwell) ,(b) kúp (Rockwell), (c) négyszög alapú gúla (Vickers), (d) háromszög alapú gúla (Berkovich).[3]

A Knoop szerszám a Vickershez nagyon hasonló, egyik átlója mentén elnyújtott gúlát alkalmaz, mely lehetővé teszi, hogy a lenyomatokat szorosan egymás mellé helyezték. Vickers-módszerrel végzett mérések tapasztalati alapján megállapították, hogy nagy terhelőerő-tartományban a HV érték konstans marad, azonban nagyon kicsi terhelő erőknél nagyobb érték adódik a valóságosnál, emellett a kis lenyomat optikai vizsgálata pontatlanabb, kis hibák az átmérőkben nagy szóráshoz vezetnek a keménységértékekben. Ezeket a hibákat leginkább úgy lehet elkerülni, ha mindig a lehető legmagasabb terhelőerőt alkalmazzuk. Ekkor azonban vigyázni kell arra, hogy a lenyomat mélysége az anyagvastagság tizedrészét ne haladja meg. Nanokeménység-mérésnek vagy nanoindentációs mérésnek olyan technikákat

nevezünk, melyeknél a lenyomat mérete a néhány mikrométertől nanométeres tartományban mozog, a terhelő erő néhány mN-ig terjed. Nanokeményiség-mérésnél a lenyomat elemzéséhez már nem elegendők a hagyományos optikai mikroszkópok, a lenyomat helyének megállapításához elektronmikroszkópot alkalmaznak. A lenyomat elemzése elektronmikroszkóppal nehézkes, így helyette a benyomódás mélységét, illetve a terhelő erőt mérik nagy pontossággal, majd a szerszám geometriájának pontos ismeretében ebből állapítják meg a lenyomat felületét és a nanokeményiséget. Ezt hívják az angolszász irodalomban Instrumented Indentation Testing-nek (továbbiakban IIT). A behatoló szerszám általában Berkovich-penetrátor, egy háromszög alapú gúla. A terhelő erőt a benyomódás mélységének függvényében ábrázolva egy jellegzetes görbét kapunk, mely a 2.2.2. ábrán látható.

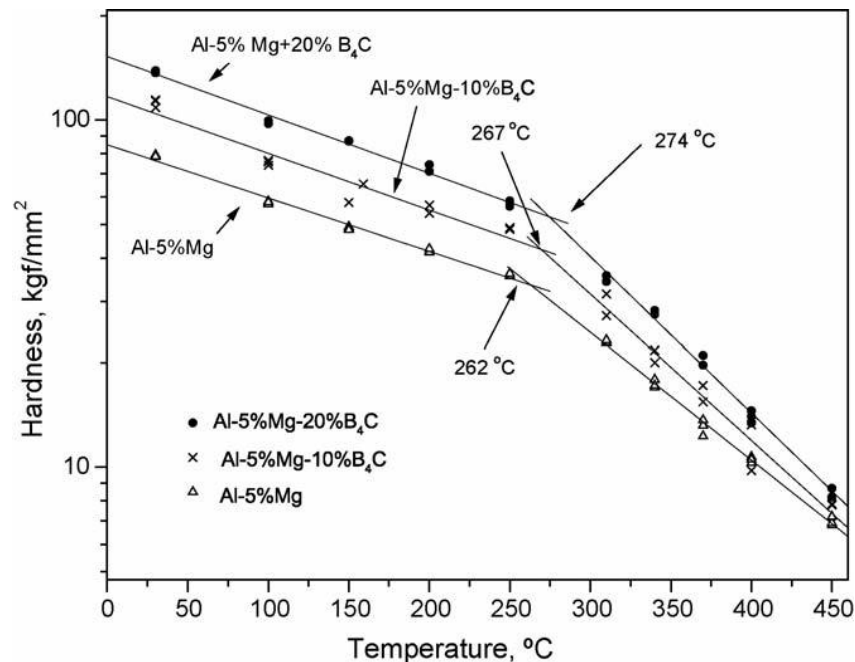


2.2.2 ábra. Nanoindentációs eljárások jellemző görbéje.

2.3 Melegkeménység-mérő eljárások

A melegkeménység mérése magas hőmérsékleten igénybe vett ötvözetek fejlesztésénél [21], vizsgálatánál különösen hasznos, gyakran használják például az atomerőművekben használt különféle ötvözetek vizsgálatára. A keménység sok egyéb anyagi jellemzővel korrelálható, gyors és egyszerű eljárás, ezért a melegkeménység-mérést egyre szélesebb körben alkalmazzák, például kúszási folyamatok aktiválási energiáját meghatározó

vizsgálatokra [20]. Ludvik [4] megfigyelte, hogy a hőmérséklet-keményiség görbén egy inflexiós pont található, mely ponthoz tartozó hőmérséklet arányos az anyag olvadáspontjával. Schwab [5] és Shihokin [6] ezeket a görbéket bizonyos módon ábrázolva (2.3.1. ábra) megfigyelte, hogy e pont két egyenes szakasz metszéspontjában található. Ez azt jelenti, hogy a töréspont két oldalán két különböző deformációs mechanizmus és/vagy határukon egy új jelenség (rekrisztallizáció, allotróp átalakulás) játszódhat le.

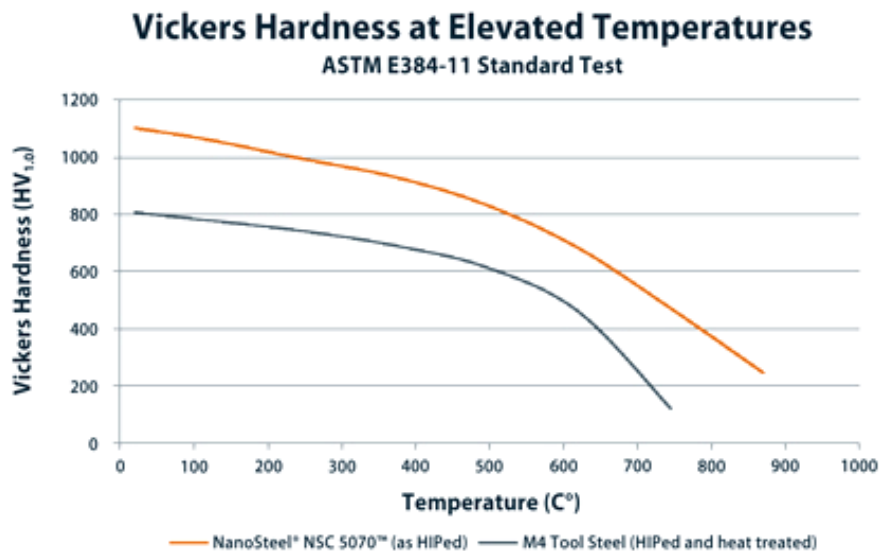


2.3.1. ábra. A melegkeménység-változás jellege különböző anyagok esetén. [7]

A melegkeménység (H) a hőmérséklet függvényében a következő összefüggés szerint változik:

$$H = A \cdot \exp(-B \cdot T) \quad (2.3.1)$$

ahol H a keménység, T a kelvinben értelmezett hőmérséklet, A az elméleti keménység 0K (-273 °C) hőmérsékleten, B pedig egy anyagminőségtől függő paraméter az ún. lágyulási együttható vagy termikus keménység-paraméter. Ez az elméleti összefüggés többé-kevésbé helytálló, ám minden anyag máshogy viselkedik hevítés hatására. A 2.3.2. ábra két gyorsacél melegkeménység-diagramját mutatja be példaképpen.



2.3.2.ábra. Két acél melegkeménysége a hőmérséklet függvényében. [8]

Az irodalomban több elmélet is fellelhető a mechanizmusok leírására. Ezekből néhány [7]:

- (a) A kristálystruktúra sűrűsödése a szerszám alatt fellépő nagy hidrosztatikus kompresszió hatására
- (b) Feszültségaktivált diszlokációcsúszás
- (c) Deformációs ikerképződés.
- (d) Mikrotörés

Borisenko és Kreschenko [9] szerint alacsony hőmérsékleten ($<0.1T_m$), a deformációt a szennyezőatomok kis hozzájárulása mellett a diszlokációk ütközése határozza meg. Közepes hőmérsékleten ($0.2-0.5T_m$), a szennyező atomok diszlokációk mozgásával szembeni ellenállás a meghatározó. Magas hőmérsékleten ($>0.5T_m$), a keménység erősen csökken a növekvő hőmérséklettel, a deformációt a diszlokációs csúszás és a diszlokációs ugrás határozza meg. A magas hőmérsékleten történő deformáció mechanizmusának magyarázatára Petty [10] a következő magyarázatokat ajánlja:

- (a) csúszás több mint egy sík és irány mentén, a megnövekedett atomi mobilitás miatt.
- (b) diszlokációs mászás (dislocation climb)
- (c) szemcsehatár-rotáció.

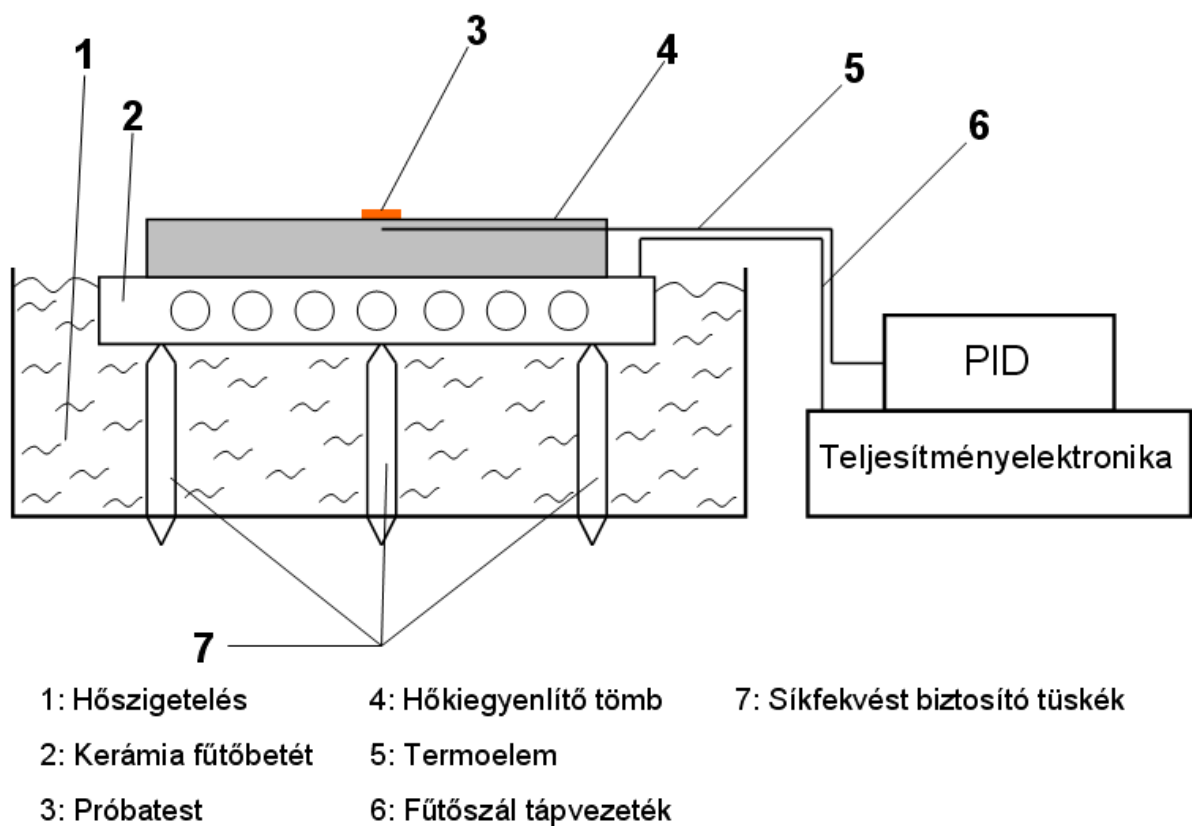
Megállapítható, hogy alacsony hőmérsékleten inkább csúszás (slip) jelenségek, magas hőmérsékleten pedig inkább diffúziós jelenségek a fő mechanizmusok a deformáció során.

Így a magas hőmérsékletű mérések során kifejezetten ügyelni kell a különböző diffúziós folyamatok (pl. kúszás) melegkéménységre gyakorolt hatásának vizsgálatára.

3. Kísérleti módszerek

3.1 Saját fejlesztésű Vickers melegkeménység-mérő berendezés

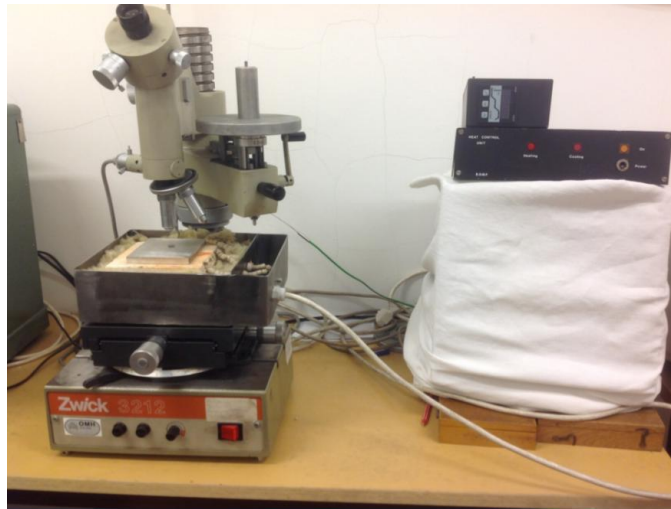
Az átalakulás folyamatok melegkeménység-méréssel történő vizsgálata érdekében egy hevítésre alkalmas kiegészítő eszközt készítettünk. A hevítésre szolgáló feltétet egy Zwick 3212 típusú Vickers-keménységmérő berendezés tárgyasztalára terveztük. A berendezés sematikus képe a 3.1.1. ábrán látható.



3.1.1.ábra. A hagyományos Vickers-melegkeménység mérő berendezés sematikus ábrája.

A próbatest (3) hevítésére egy hőszigetelésben (1) elhelyezett kerámia fűtőbetét (2) szolgált. A kerámia fűtőbetét hőmérsékletének idő-és hely szerinti kiegyenlítésére egy alumínium tömböt (4) helyeztünk a próbatest és a fűtőelem közé. A hőmérsékletet a próbatest alatt 3 mm-rel, az alumínium tömbbe helyezett K-típusú termoelemmel mértük. A hőmérséklet előre definiált, időbeli változását PID szabályozóval biztosítottuk. A próbatest stabil helyzetének

biztosítására a kerámia fűtőbetétet három ponton tűskékre helyeztük. Ez stabil síkfekvést biztosított a próbatestnek. A berendezés fényképe a 3.1.2 ábrán látható.



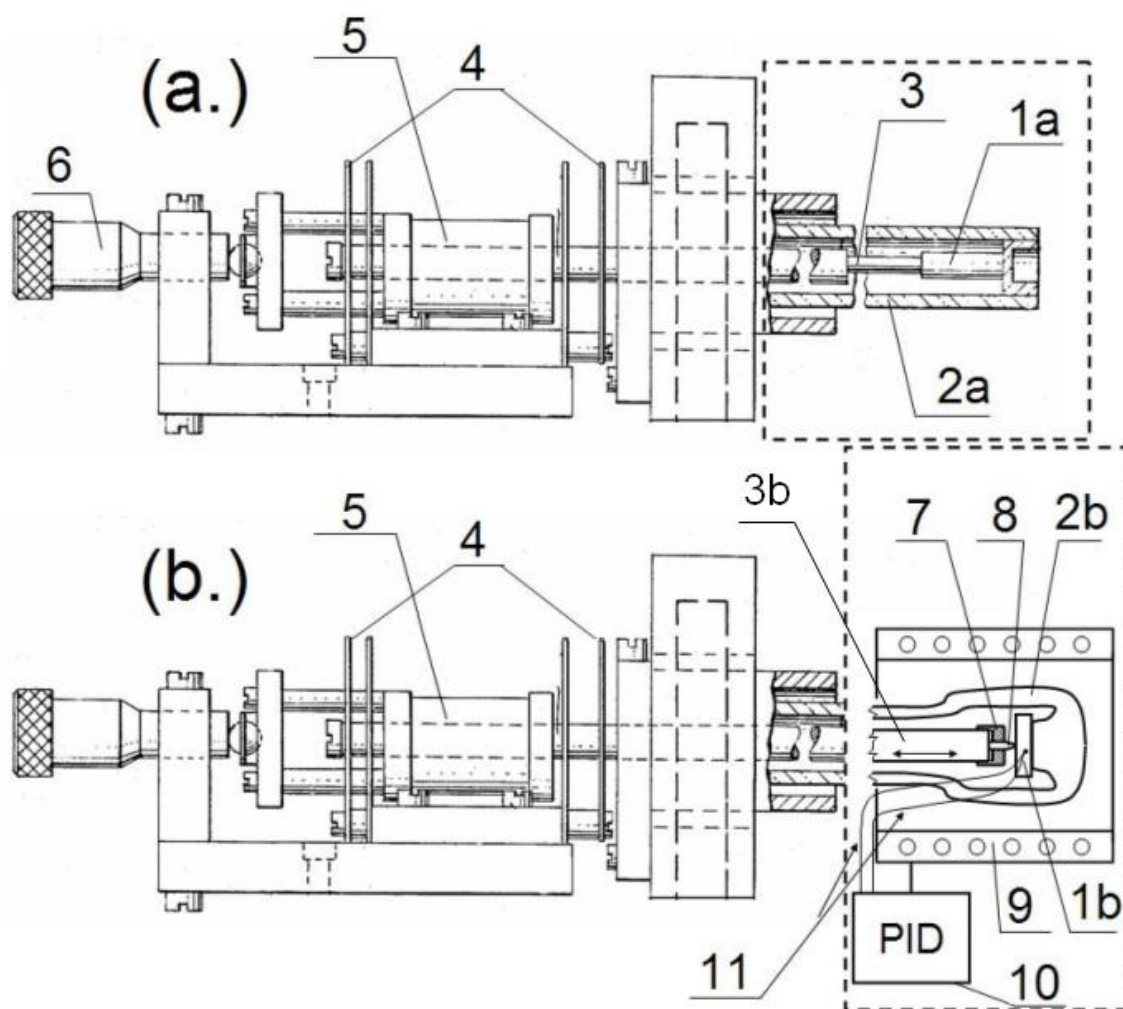
3.1.2. ábra. A Vickers melegkeménység mérésére használt berendezés.

3.2 Új típusú, folyamatos melegkeménység-mérő eljárás

A később bemutatásra kerülő mérési eredményekkel alátámasztottuk, hogy az újrakristályosodás kimutatható a melegen mért Vickers melegkeménységek változásaként, diszkrét hőmérsékletpontokban való mérésekkel. Ha képesek vagyunk folytonos időben mérni a benyomódás mélységét és a próbatest hőmérsékletét, akkor egy folytonos görbét kapunk, mely sok információval szolgálhat az anyag magas hőmérsékleten való viselkedéséről. Ebből kiindulva megszerkesztettünk egy berendezést, mellyel a vizsgálandó próbatestet előre definiált hőmérséklet-idő függvény szerint fűthetjük és közben folyamatosan mérjük egy nála sokkal keményebb szerszám behatolását. Ezt egy hőtágulás mérésére szolgáló berendezés (dilatométer) átalakításával valósítottuk meg. A dilatométer nagyon finom elmozdulásokat képes rögzíteni. Az eredeti, és az átalakított dilatométer sematikus képe a 3.2.1. ábrán látható. Az eredeti dilatométer működési elve a következő. A próbatest tágulását, azaz a kiindulási helyzettől való elmozdulást egy merev kvarcüveg rúd továbbítja egy induktív elmozdulásmérőbe (5), amely elektromos jelet generál az elmozdulás függvényében. A próbatest hőmérsékletét termoelemmel mérjük, a hőmérséklet függvényében regisztráljuk a próbatest tágulását. A regisztrátumból a hőtágulási tényező meghatározható. A próbatest fűtésére egy 1kW névleges teljesítményű villamos kemencét (9) használtunk, melyet egy programozható PID szabályzóval láttunk el. A dilatométerből és a kemencébe épített

termoelemből származó elektromos jeleket egy jelerősítő készülékkel felerősítettük, majd egy Phillips PM8133 X-Y író berendezéssel rögzítettük, a kapott eredményeket, görbéket pedig digitalizálás után értékeltük.

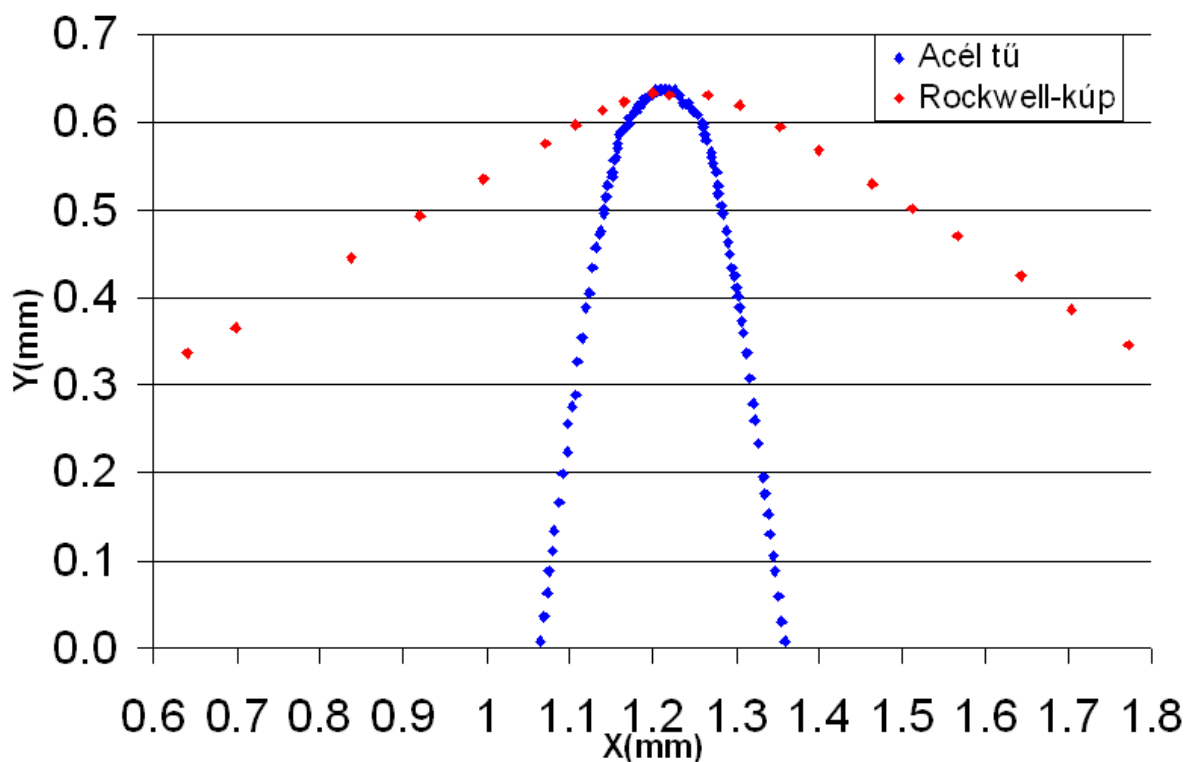
Az átalakított melegkeménység mérésre szolgáló berendezés működési elve a következő [18]. A próbatestet (1b) egy kvarcüveg mérőkeretbe (2b) helyezjük, mely mérőkeret felületének ütköztetjük a próbatestet. A tágulás mérésére szolgáló belső kvarcüveg rúd (3b) próbatest felőli végéhez (7) egy keménység mérésére szolgáló szűrőszerszámot (8) helyeztünk. Ezt a szűrőszerszámot az előfeszítő rugó (4) feszíti neki a próbatestnek. A próbatest hőmérsékletét K-típusú termoelemmel (11) mérjük és PID szabályozóval (10) szabályozzuk.



3.2.1.ábra. Az eredeti dilatometer(a) és az átalakított dilatometer (b) sematikus ábrája. [18].

A próbatest hevítése során az elmozdulásmérő által adott jel értékét növeli a szűrőszerszám és a próbatest hőtágulása, viszont csökkenti a szűrőszerszám próbatestbe történő behatolása. Az előfeszítést egy ismert rugóállandójú rugóval mértem ki, erről a mellékletben található kép. A mérések elvégzéséhez kétféle penetrátort használtam. Az egyik egy edzett, körülbelül 1% C-tartalmú acél varrótű volt, melyet edzett és 320 °C-on 3 órán keresztül megeresztett állapotban szereltünk a berendezésbe, ezért a tű további lágyulásával nem kellett számolni. A melegkeménység-mérésére nem csak acél tűt használtam, hanem egy szabványos Rockwell C gyémánt kúpot is. A szűrőszerszámok geometriája a 3.2.2. ábrán látható.

Az acél tű geometriáját pontosan megvizsgáltuk, és ahogy az a mikroszkópos képek elemzésekor sejthető volt (melléklet M3), vége egy gömbalakban végződött, melynek rádiusza kb. 50 μ m. A tű geometriájának mérési eredménye a 3.2.2. ábrán látható. A berendezésről készült fotók a mellékletben tekinthetők meg.



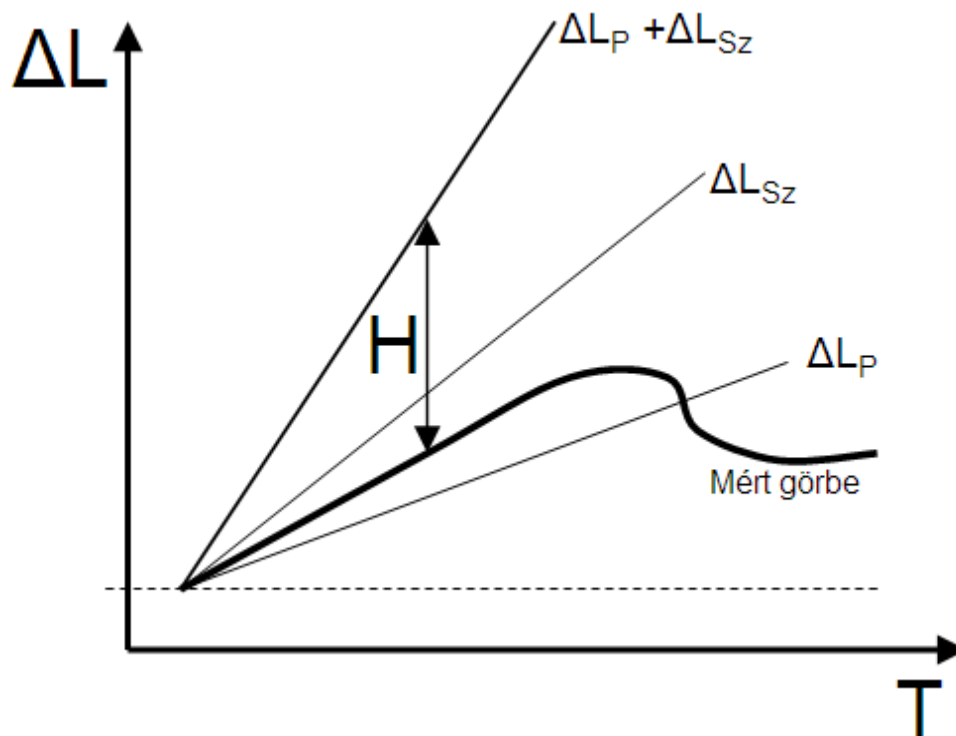
3.2.2.ábra. Az acél tű és a Rockwell-kúp geometriája.

A melegkeménység mérése az új típusú folyamatos melegkeménység-mérő berendezéssel bármely penetrátor alkalmazása mellett a következőképp történt. A próbatestet a kvarcüveg mérőkeretbe (2b) helyeztük, majd konstans (az esetek többségében 10 °C/perc) hevítési sebesség mellett elkezdjük fűteni. A hőmérséklet függvényében regisztráltuk az

elmozdulásmérő (5) által adott jelet. Ahogy az előzőekben leírtam az elmozdulásmérő által adott jelet három tényező befolyásolja:

1. A szerszám hőtágulása (ΔL_{sz})
2. A próbatest hőtágulása (ΔL_p)
3. A szerszám próbatestbe történő behatolása (H)

A mérés során rögzített görbe $\Delta L(T)$ a szerszám és a próbatest hőtágulásának és a szerszám próbatestbe történő behatolásának különbsége lesz.



3.2.3. ábra. A folyamatos melegkeménység-méréssel felvett görbe értelmezése. [18]

A melegkeménység meghatározásához szükség van a próbatest és a szerszám hőtágulási görbéinek ismeretére, ezek a dilatometer standard üzemmódjában határozhatók meg. Ha ismert a próbatest és a szerszám hőtágulásának T hőmérsékletre vonatkozó értéke, akkor ezen és az átalakított melegkeménység-mérő berendezéssel mért görbe ugyancsak T hőmérsékletre vonatkozó értékének különbségeként kaphatjuk meg a H behatolási mélységet. A behatolási mélységet a próbatest behelyezése után mérhetjük csak. A melegkeménység számszerű értékének meghatározásához viszont szükséges a kezdeti hőmérsékleten behelyezett próbatest szűrőszerszámmal történő felterhelése során képződő kezdeti benyomódás (h_k) ismerete. Ezt többféleképpen is meghatározhatjuk:

1. Egy folytonos erőmérő rendszerrel látjuk el a (3b) jelű kvarcüveg rudat, mellyel a próbatest felterhelésének pillanatában az erőnövekedés kezdetétől a végső állapot kialakulásáig

regisztrálható a terhelő erő. A terhelő erő 0-ról történő megváltozása során elérjük a próbatest felületét, ettől a pillanattól kezdve a teljes előterhelés beálltáig mérjük a h_k kezdeti benyomódást.

2. Megmérjük a (4) előfeszítő rugó rugóállandóját, felvesszük az (5) elmozdulásmérő által mutatott jelet próbatest nélküli, szabad állapotban. Ezután behelyezzük a próbatestet és megmérjük az útdő (5) által mutatott elmozdulás értékét. Mivel a (4) előfeszítő rugó és az (5) útdő egy tengelyben vannak elhelyezve, ezért a próbatest felterhelésekor létrejövő elmozdulás értékéből az előfeszítő erő (F_e) meghatározható. Ezen kívül szükséges még a szúrószerszám felületének ismerete a szerszám csúcsától a szerszámtest felé mért távolság függvényében (A_p). Ez a függvény szerszámgeometriát jellemző görbék (3.2.2., 3.2.3. ábrák) szimmetriatengely körüli megforgatásával és a Pappus-Guldin tétel alkalmazásával határozható meg. Szükséges még ezen kívül a 25 °C-on mérhető Vickers vagy Brinell keménységérték is (HV, HB). Végül ezek ismeretében a HV illetve HB keménységre jó közelítéssel írható:

$$H_{25^\circ C} = \frac{F_e}{A_p(h_k)} \quad (3.2.1)$$

Melyből az A_p felületfüggvény ismeretében h_k könnyen számítható.

A kezdeti benyomódás ismeret után a melegkeménység (H_{it}), a behatolás értékének ismeretében (H) bármely hőmérsékleten számítható az alábbi összefüggéssel:

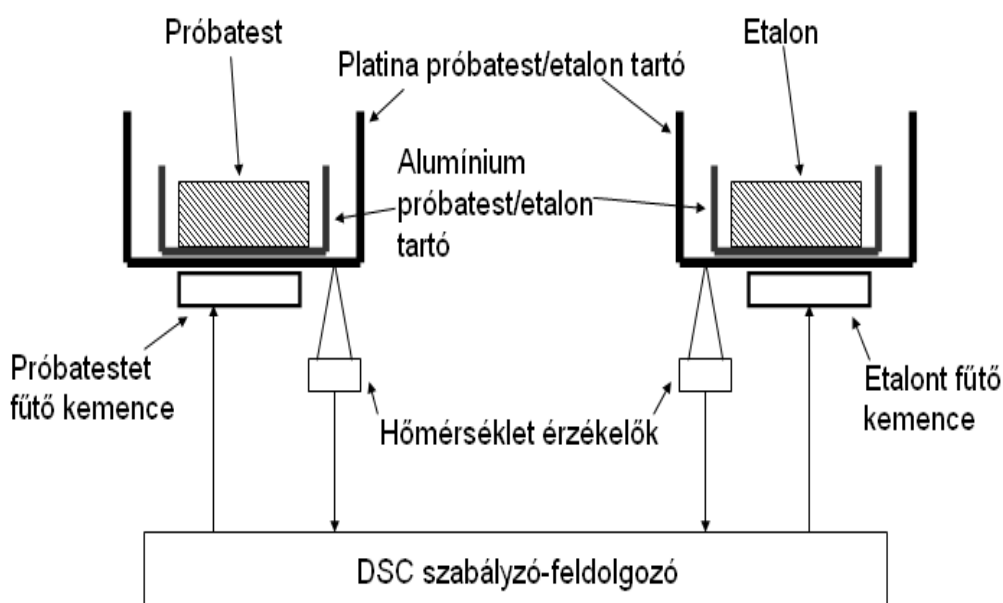
$$H_{it} = \frac{F_e}{A_p(h_k + H)} \quad (3.2.2)$$

A melegkeménység görbék az előfeszítő erő és a kezdeti benyomódás ismerete nélkül is hasznos információt hordoznak. Amennyiben a hevítés során intenzív keménységváltozással járó folyamat játszódik le, abban az esetben a görbe meredeksége megváltozik. Megfordítva: amennyiben az új, általunk kifejlesztett melegkeménység-mérő berendezéssel kapott tágulási görbén intenzív meredekség-változás tapasztalható, ott a melegkeménység is intenzíven változik. Ahogy a későbbiekben látható lesz, ezt felhasználhatjuk átalakulási folyamatok kvantitatív jellemzésére.

Annak érdekében, hogy az új eljárással kapott eredményeket az eddigi ismereteinkkel összehasonlítsuk, a folyamatok hőeffektusát is regisztráltam. Ezt DSC-vel (differenciális pásztázó kalorimetriával) végeztem.

3.3 Differenciális pásztázó kalorimetria

A differenciális pásztázó kalorimetria (Differential Scanning Calorimetry, továbbiakban DSC) egy termoanalitikai mérési technika, mely hőeffektussal járó folyamatok, például újrakristályosodás, fázisátalakulás vizsgálatára alkalmazható. A DSC technika lényege, hogy a mintát és egy alkalmasan megválasztott referenciadarabot együtt fűtjük szabályozott körülmények között, úgy hogy a felfűtés lehetőleg lineáris legyen és a két darab hőmérséklete megegyezzen. Exoterm vagy endoterm folyamatok lejátszódásakor a minta fűtéséhez szükséges teljesítmény megváltozik, a minta és az etalon fűtéséhez szükséges teljesítmény különbségét mérjük. Az eredmény egy görbe, melyen a hőfluxus pillanatnyi értékei az y-tengelyen, a hőmérséklet értékei az x-tengelyen ábrázoltak. Az alkalmazott technikától függően az exoterm folyamatok egy pozitív vagy negatív csúcsként jelennek meg. A csúcs alapvonaltól viszonyított területe az átalakulás teljes hőmennyiség-változása. Mivel a diszlokációk és egyéb energiátárolók megszűnése a kristályban energia felszabadulásával jár, az újrakristályosodás például egy exoterm reakció, így DSC technikával kimutatható. A teljesítménykompenzációs elven működő DSC berendezés felépítése látható a 3.3.1. ábrán.



3.3.1. ábra. A DSC berendezés szerkezeti vázlata.

Munkánk során egy Perkin Elmer DSC-8000 típusú teljesítménykompenzációs elven működő berendezést használtunk.

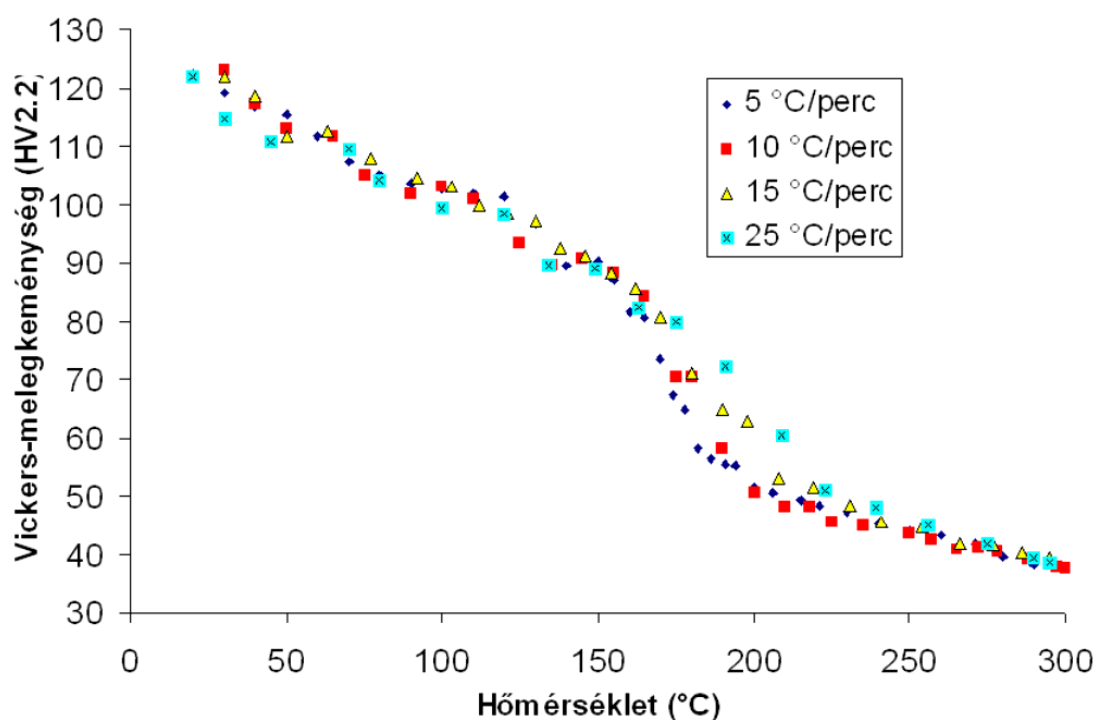
4. Átalakulási folyamatok vizsgálata

4.1 Hidegen hengerelt elektrolitréz újrakristályosodásának vizsgálata

Ebben a pontban az elektrolitréz újrakristályosodásának vizsgálati eredményeit fejtem ki a 3. fejezetben ismertetett módszerek alkalmazásával, először a hagyományos Vickers-melegkeménységmérő berendezés, majd a folyamatos melegkeménység-mérő berendezés alkalmazásával. Az újrakristályosodás tényét a vizsgálati hőmérsékleten azonos próbatestekről készült metallográfiai csiszolatok is alátámasztják (melléklet M7 és M8 ábra). A vizsgálatok megkezdéséhez a réz tűnt a megfelelő anyagnak, mivel nem játszódik le allotróp átalakulás hevítéskor, így kizárólag a hidegen hengerelt próbatestek rekrisztallizációs folyamatára koncentrálnánk. A próbatestként használt darabokat 80%-ban hidegen hengerelt, 1.5 mm vastag lemezből vágtuk ki, majd hengereket esztergáltunk belőlük, így nyerték el végleges formájukat.

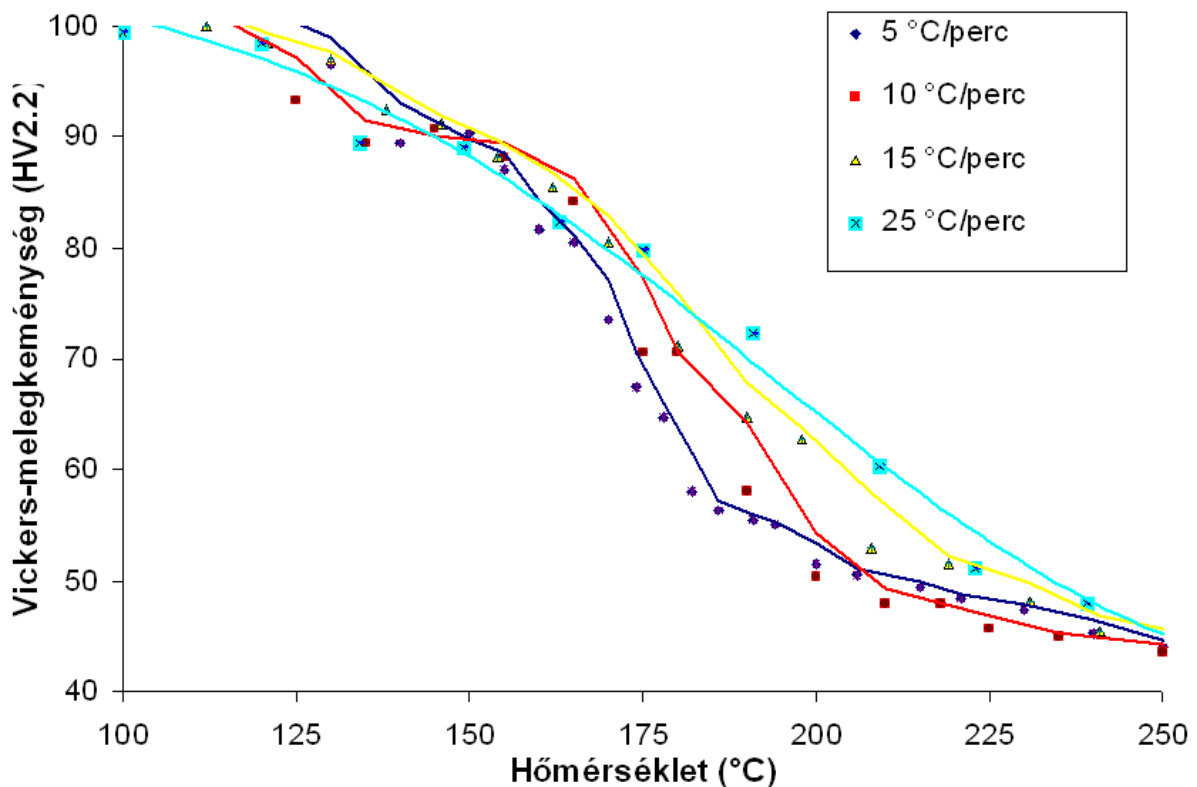
4.1.1 Hagományos Vickers-melegkeménység mérési eredmények

A 3.1 pontban ismertetett módszer szerint négy különböző hevítési sebességen (5, 10, 15 és 25 °C/perc) hajtottam végre méréseket 80%-ban hidegen hengerelt elektrolitréz próbatesteken. A 4.1.1.ábrán a hagyományos módszerrel mért melegkeménység-értékek láthatók a hőmérséklet függvényében ábrázolva.



4.1.1. ábra. A hagyományos Vickers melegkeménység mérés eredményei 5, 10, 15 és 25 °C/perc hevítési sebességnél.

Ismert tény, hogy az átalakulás hőmérséklet-tartománya függ a hevítés sebességétől; minél nagyobb a felfűtés sebessége, annál magasabb hőmérsékleten kezdődik és fejeződik be az átalakulás. Az ábrán jól látható a két lineáris és a köztük fekvő nemlineáris régió, ami az újrakristályosodást reprezentálja továbbá az is, hogy a felfűtési sebesség növelésével nagyobb hőmérsékletek felé tolódik a pontsor. Az intenzív keménységcsökkenés régiója a 130-220°C közötti hőmérséklettartományba esik, ez látható a 4.1.2 ábrán.

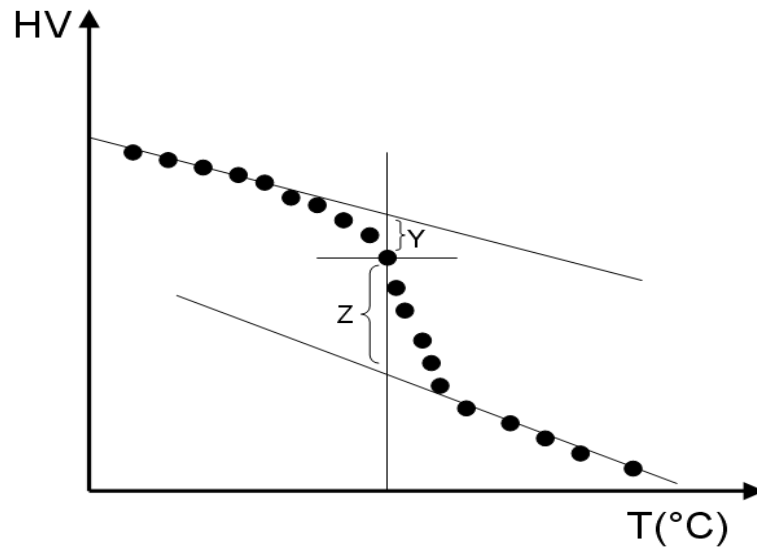


4.1.2. ábra. A hagyományos keménységmérésekből származó pontsorozatok.

A hagyományos Vickers-eljárással mért melegkeménység-mérések során fellépő keménységcsökkenés relatív értékét a 4.1.3. ábrán látható módon határoztam meg. A T hőmérsékleten mérhető relatív keménységcsökkenés (X_{HV}) a következőképp számítható:

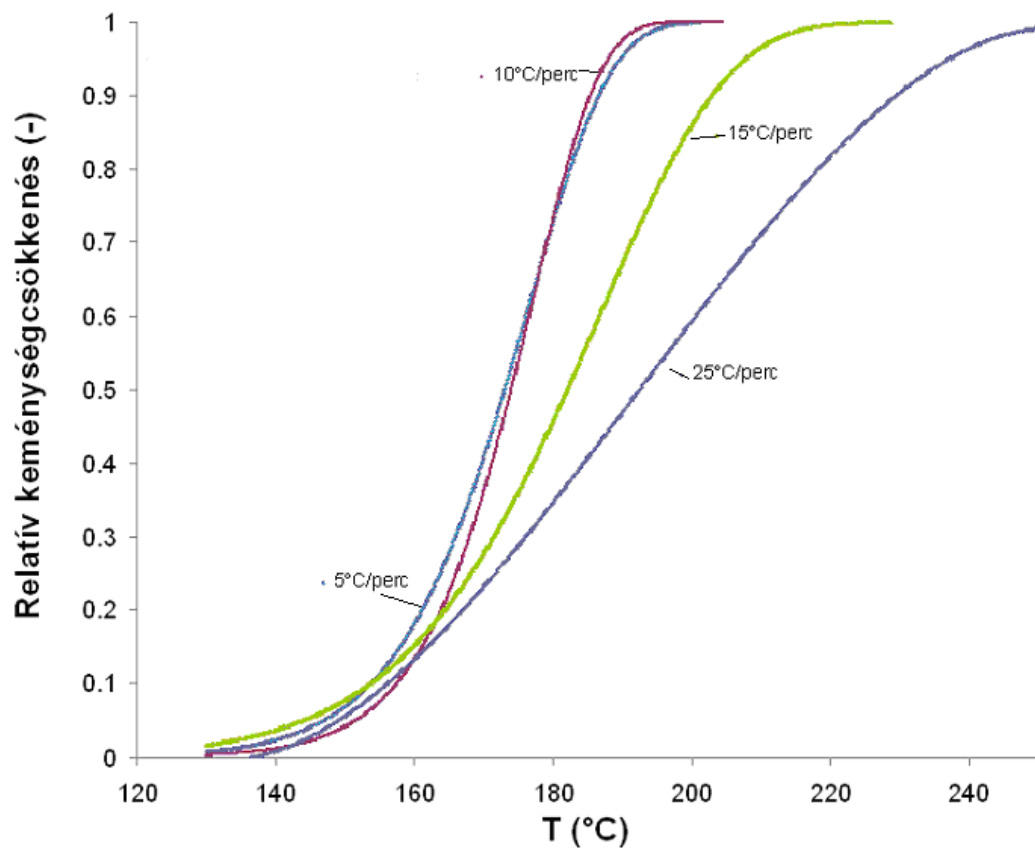
$$X_{HV} = \frac{Y}{Y + Z} \quad (4.1.1)$$

ahol Y és Z az adatpont távolságai az illesztett egyenesektől.



4.1.3. ábra. A relatív keménységcsökkenés kiértékelésének módszere újrakristályosodás közben. [19]

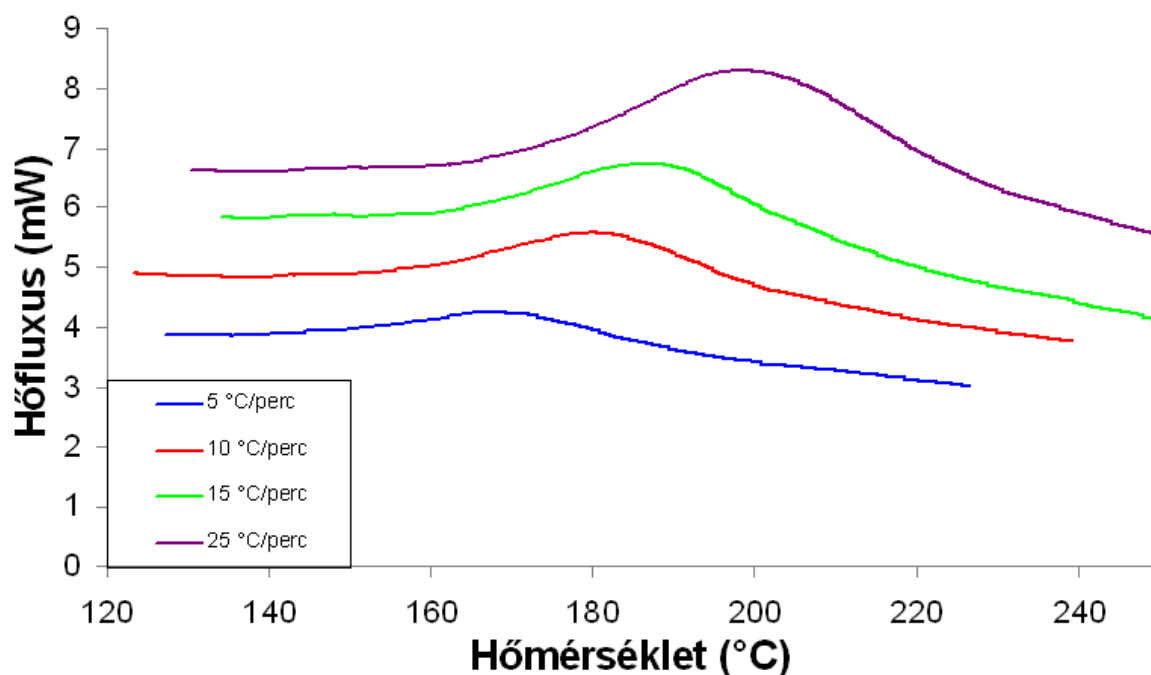
A hagyományos melegkeménységekből származtatott relatív keménységcsökkenések mind a négy hevítési sebességen a 4.1.4. ábrán láthatók.



4.1.4. ábra. A HV melegkeménység méréseiből származó relatív keménységcsökkenések.

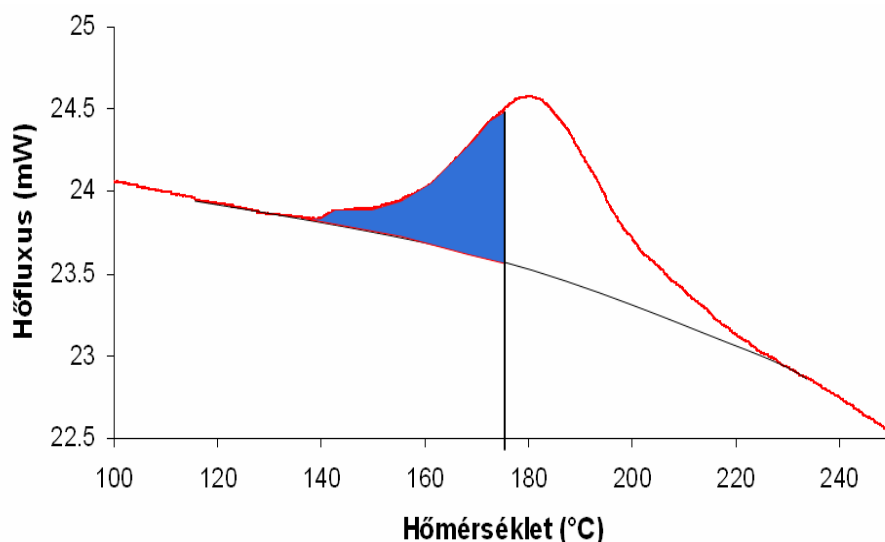
4.1.2 Újrakristályosodás vizsgálata DSC mérési eredmények alapján

Azonos, elektrolitréz próbatesteken DSC méréseket is végeztem a melegkeménység mérése során alkalmazott hevítési sebesség mellett, ezek eredményei jól egybevágnak a hagyományos Vickers eljárással mért újrakristályosodás eredményeivel. A hőeffektus hőmérséklettartománya jól egyezik az előbbivel mért 130-220 °C-os tartománnyal. A DSC technikával végzett mérések eredménye a 4.1.5 ábrán látható.



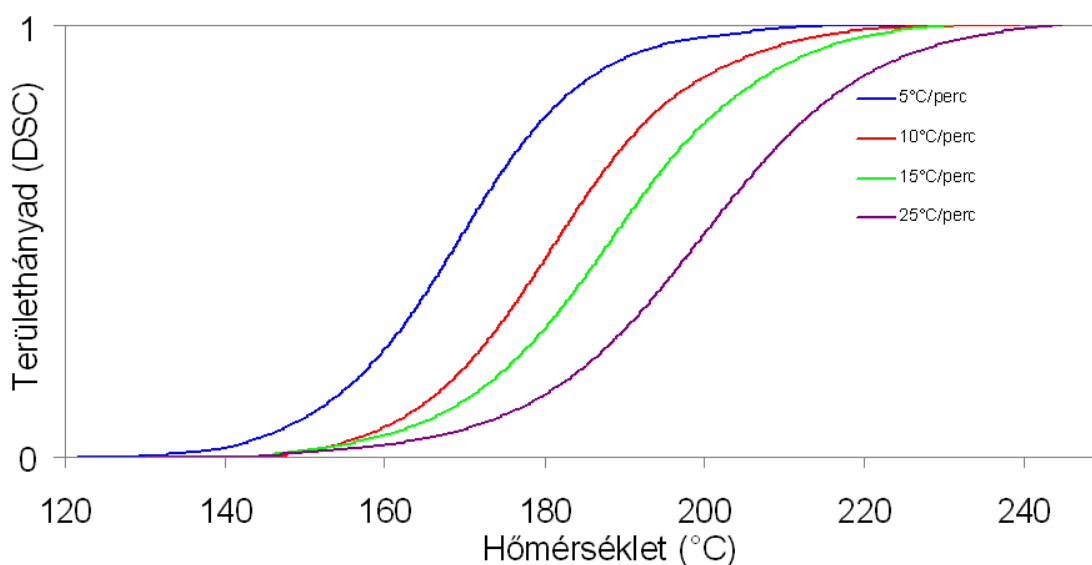
4.1.5. ábra. A DSC mérési eredmények a négy felfűtési sebesség esetében.

A DSC mérési eredmények kiértékelése a hőeffektus csúcsának segítségével történik. A csúcs területét úgy számolhatjuk ki, ha a csúcs alatti szakaszra görbét illesztve (alapvonal) integráljuk a csúcs és az alapvonal közötti területet. Adott T hőmérsékleten a hőeffektus területhányadát jelölje X_{DSC} .



4.1.6 ábra: A DSC csúcs alatti területhányad meghatározásának módszere 10 °C/perc hevítési sebességű próbatétel példáján.

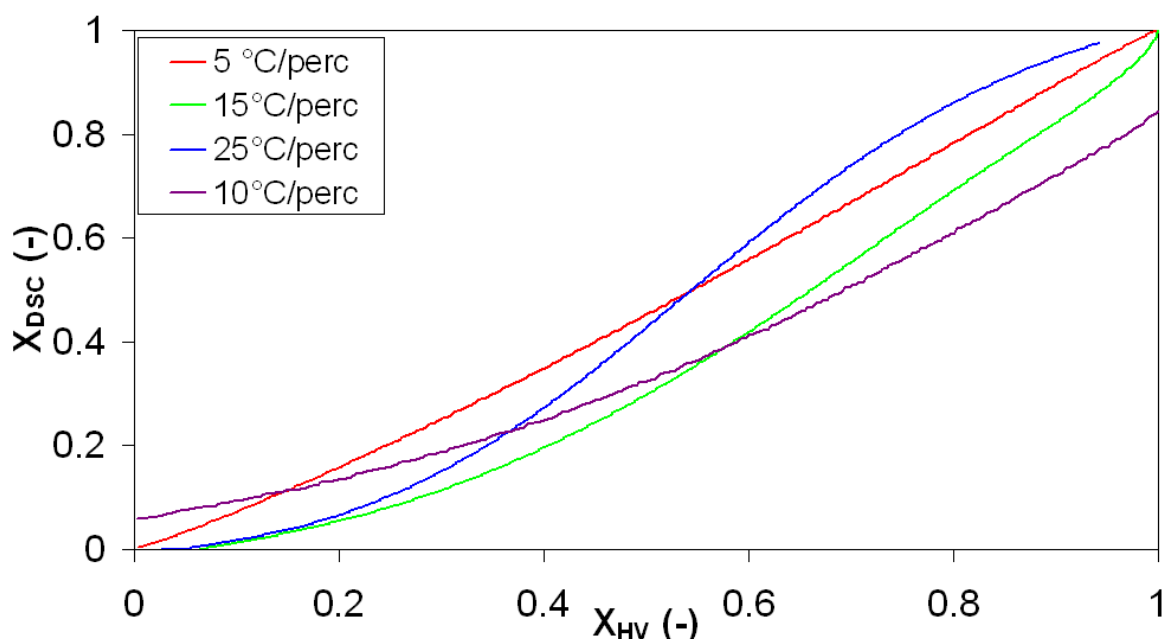
Amennyiben egymás mellett ábrázoljuk a négy hevítési sebességen vizsgált, DSC mérésekből számított relatív területhányadokat, megfigyelhető, hogy az egyre nagyobb hevítési sebességekhez tartozó görbék a nagyobb hőmérséklet-tartományok felé tolódnak. Ez azzal magyarázható, hogy az kisebb sebességgel hevített próbatesteknek több idő állt a rendelkezésükre, hogy kisebb hőmérsékleten újrakristályosodjanak, míg a nagyobb sebességgel felfűtött próbatestek azonos átalakult hányadot csak nagyobb hőmérsékleten érhettek el.



4.1.7. ábra. A négy felfűtési sebességhez tartozó, DSC mérésekből számított relatív területhányadok.

A négy különböző felfűtési sebességhez tartozó, hagyományos Vickers melegkeménység-mérésekből szerzett pontsorozatot együtt ábrázolva szintén megfigyelhető a DSC mérések jellemzője, miszerint a nagyobb felfűtési sebességhez tartozó pontsorozatok a nagyobb hőmérséklet-tartományok felé tolódnak. A jelenség magyarázata vélhetően azonos az előbbiével.

Összehasonlítottam a DSC és a Vickers melegkeménység-méréssel történő relatív területhányad és a relatív keménységcsökkenés közti összefüggést, ez látható a következő ábrán.



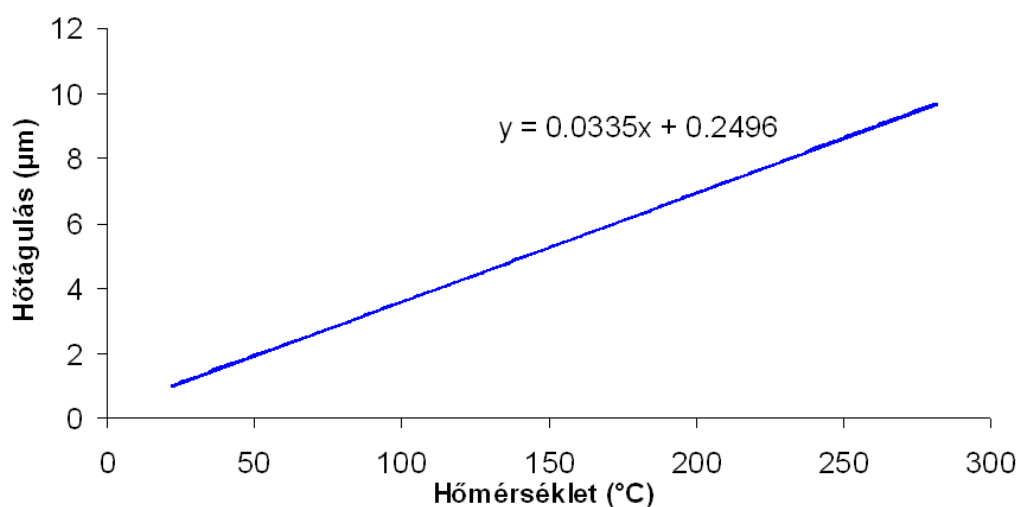
4.1.8.ábra. A két módszerrel meghatározott közelítő átalakult hányadok összefüggése.

4.1.3 Elektrolitréz újrakristályosodásának vizsgálata folyamatos melegkeménység-méréssel

Az új folyamatos melegkeménység-mérő berendezéssel először hidegen hengerelt elektrolitréz próbatestek újrakristályosodását vizsgáltam. Mint azt korábban említettem, az átalakított dilatométerrel felvett relatív elmozdulások értékei több folyamat együttes hatásának eredménye. A 4.1.2 egyenlet alapján a behatolást (H) megkaphatjuk, ha a szerszám és a próbatest hőtágulásainak összegéből ($\Delta L_{sz}(T) + \Delta L_p(T)$) kivonjuk a szerszám+próbatest együttesen felvett görbét. Mivel a benyomódás a kúszás miatt ($\Delta L_K(T)$) és a melegkeménység-változás (ΔL_M) miatt jön létre, ezért írhatjuk:

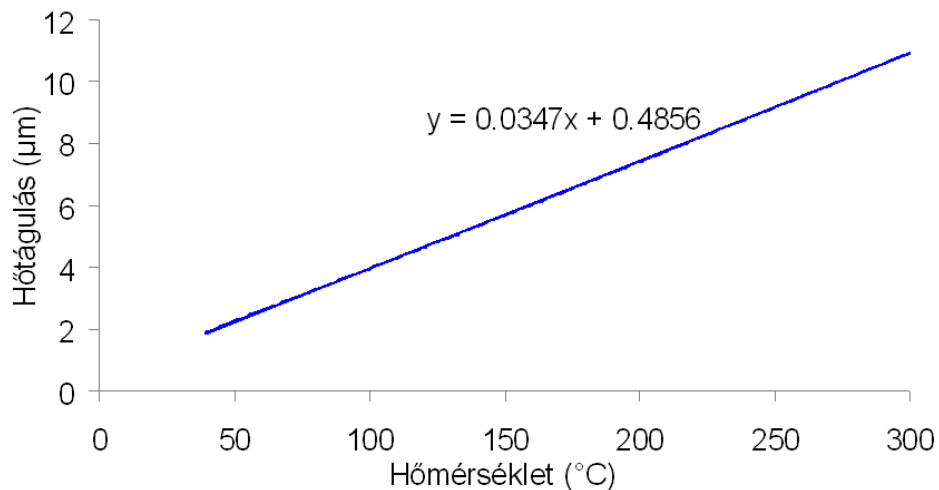
$$\Delta L = \Delta L_{sz}(T) + \Delta L_p(T) - \Delta L_M(T) - \Delta L_K(T) \quad (4.1.2)$$

A próbatest hőtágulását a hagyományos módon mértem, szerszám nélkül, kizárólag a kvarcüveg rúddal támasztva a próbatestet. A termoelem egy, a réz próbatest oldalába fúrt furatban lett elhelyezve. A felvett görbe a 4.1.8 ábrán látható. Tisztán látszik a lineáris hőtágulás. A görbére egyenest illesztettem, melynek meredeksége a próbatest hőtágulási tényezője. A meredekség és a tengelymetszet ismeretében előállítható a próbatest hőtágulás-értéke bármely hőmérsékleten, ez a későbbiekben fontos lesz.



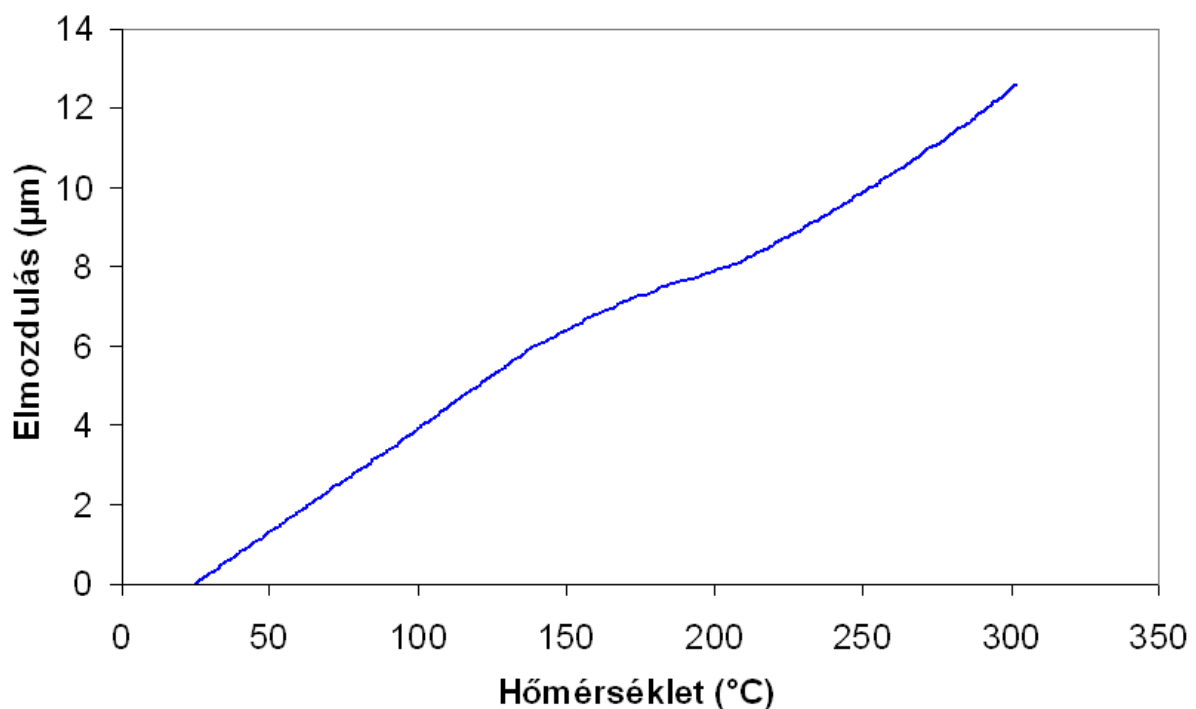
4.1.8. ábra. A réz próbatest hőtágulása 10 °C/perc hevítési sebességnél.

Ugyanezt a mérést elvégeztem a Rockwell szerszámon is, de ekkor a kvarcüveg-rúdra ráhelyeztem a szerszámot, amit a mérőkeret túlsó felületéhez nyomtam. A termoelem a szerszám palástjához volt hegesztve. Jól látható, hogy a szerszám hőtágulása is lineáris jellegű, a felvett adatokból a réz próbatestnél alkalmazott módszerrel jutottam a szükséges adathoz.



4.1.9.ábra. A Rockwell-kúp szerszám hőtágulása 10 °C/perc hevítési sebességnél.

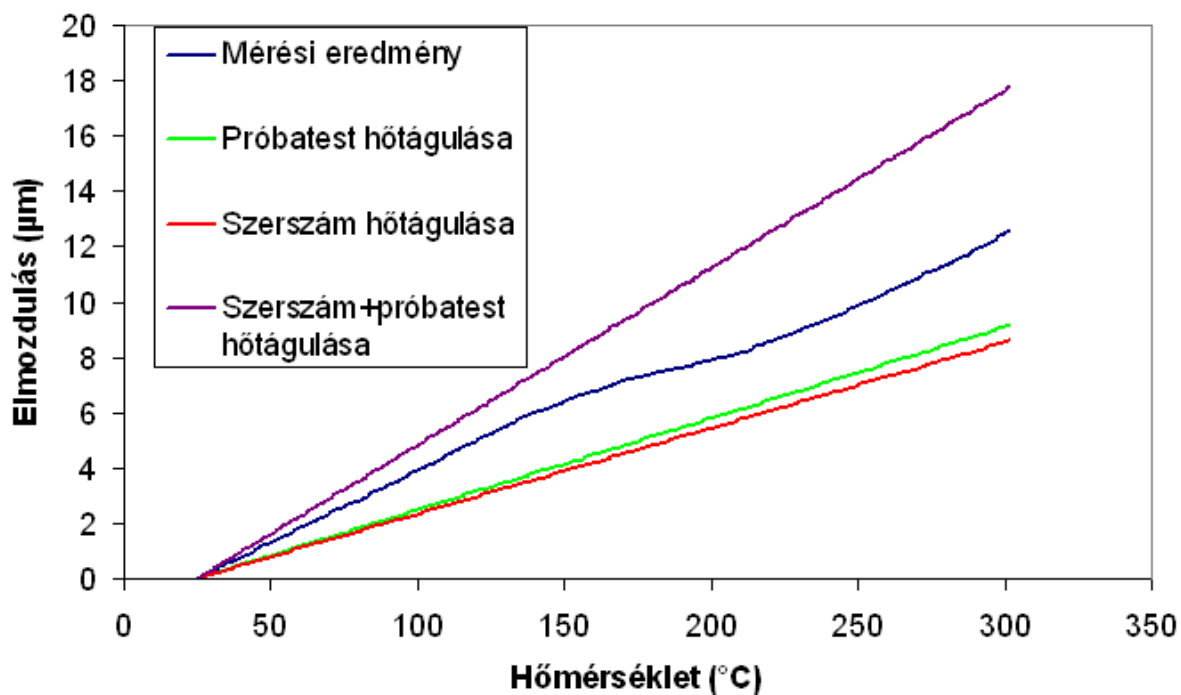
Az elektrolitréz próbatestek újrakristályosodásának az új folyamatos melegkeménység-mérő berendezéssel végzett vizsgálatát kétféle szűrőszerszámmal is elvégeztem. Az eredmények bemutatását a Rockwell-kúppal felvett görbékkel kezdem. Jól látható az újrakristályosodás, ami egy meredekség-csökkenésként jelenik meg a 140-200 °C-os hőmérséklet-tartományban.



4.1.10.ábra. A Rockwell-kúppal felvett réz próbatest görbéjének jellege (10 °C/perc hevítési sebesség).

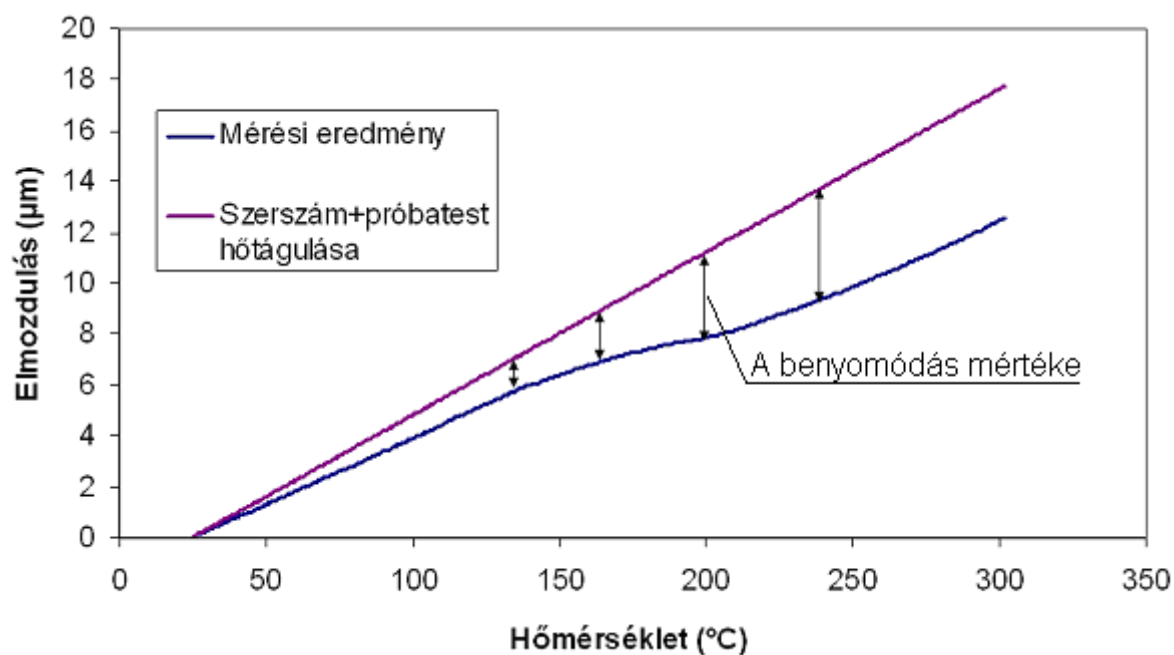
Az új görbe, a próbatest és a szerszám hőtágulás-függvényének birtokában, a kúszást elhanyagolva (a kúszást a következő pontban mutatom be) megállapítható a behatolás

mértéke. A 4.1.2 egyenlet alapján bármely hőmérsékletpontban megállapítható a hozzá tartozó behatolás-érték. A 4.1.11. ábrán látható, hogy a próbatest és a szerszám hőtágulás-függvényének összege meredekebb, mint a felvett görbe, továbbá megállapítható az is, hogy a görbén nincs olyan pont, amihez tartozó érintő meredeksége meghaladná az együttes szerszám-próbatest hőtágulás-függvény meredekségét, mivel ez a szerszám próbatestből való kilöködését jelentené.



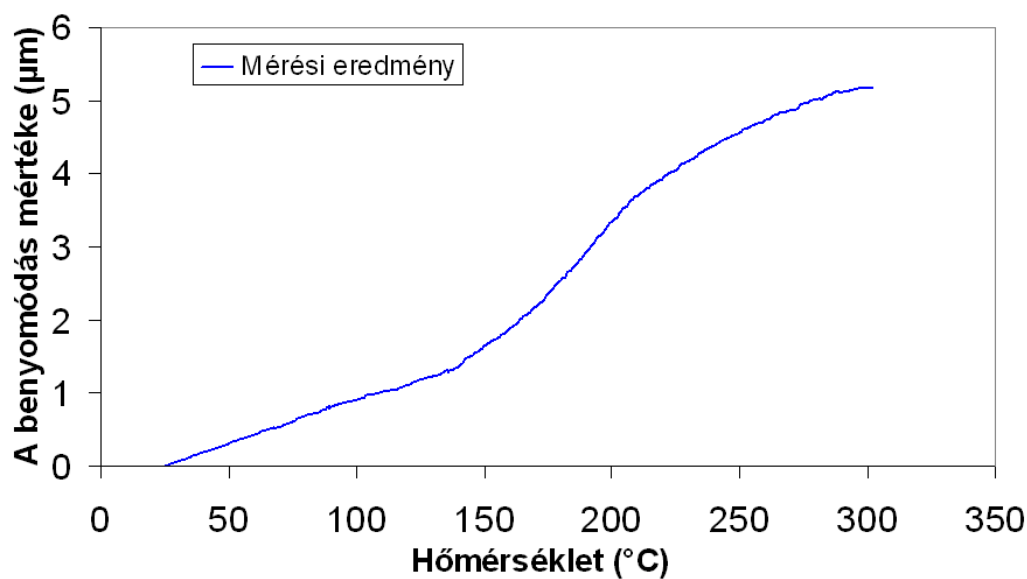
4.1.11.ábra. A felvett görbe, a próbatest és a szerszám hőtágulásának függvénye és azok összege.

Az egyes hőmérsékletekhez tartozó behatolás-értékeket (H) a 4.1.2 egyenlet alapján a korábbiakban említett kikötésekkel az összegfüggvény és a felvett görbe értékének különbségeként kapható (4.1.12 ábra).



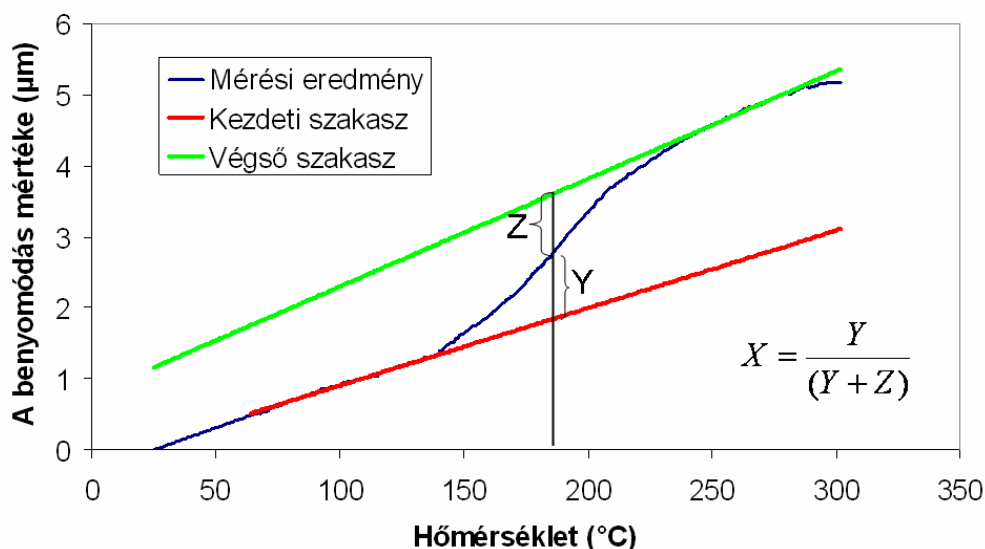
4.1.12. ábra. A behatolás-értékek meghatározásának módszere.

A mérésből származó H értékeket a hőmérséklet függvényében ábrázoltam (4.1.13. ábra).



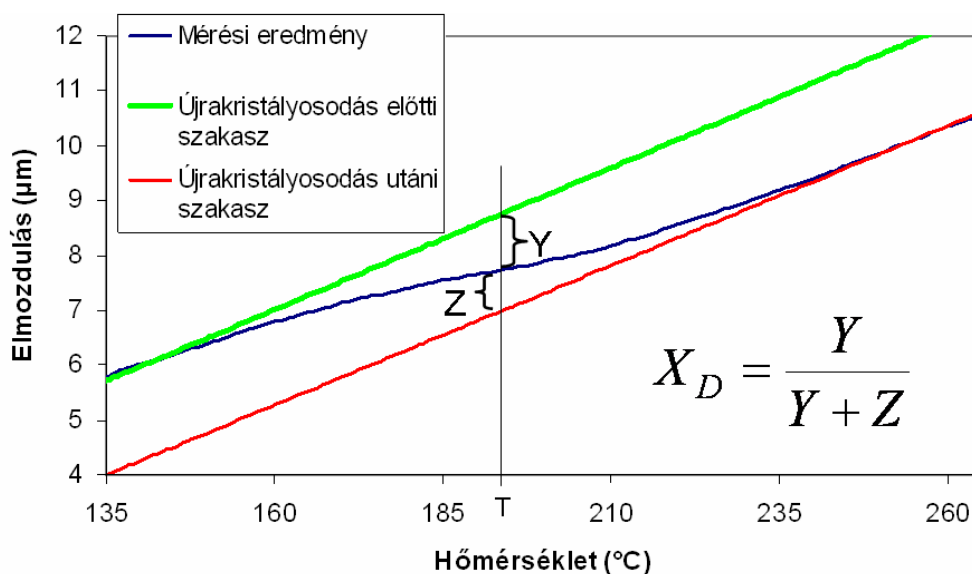
4.1.13. ábra. A behatolás-értékek a hőmérséklet függvényében.

Az ilyen módon kapott görbét a hagyományos melegkeménység-méréseknél alkalmazott módszerhez hasonlóan, a két szélső lineáris szakaszára egyenest illesztve egy relatív behatolási mérték-növekedés számítható, mellyel az újrakristályosodott hányad közelíthető (4.1.14. ábra).



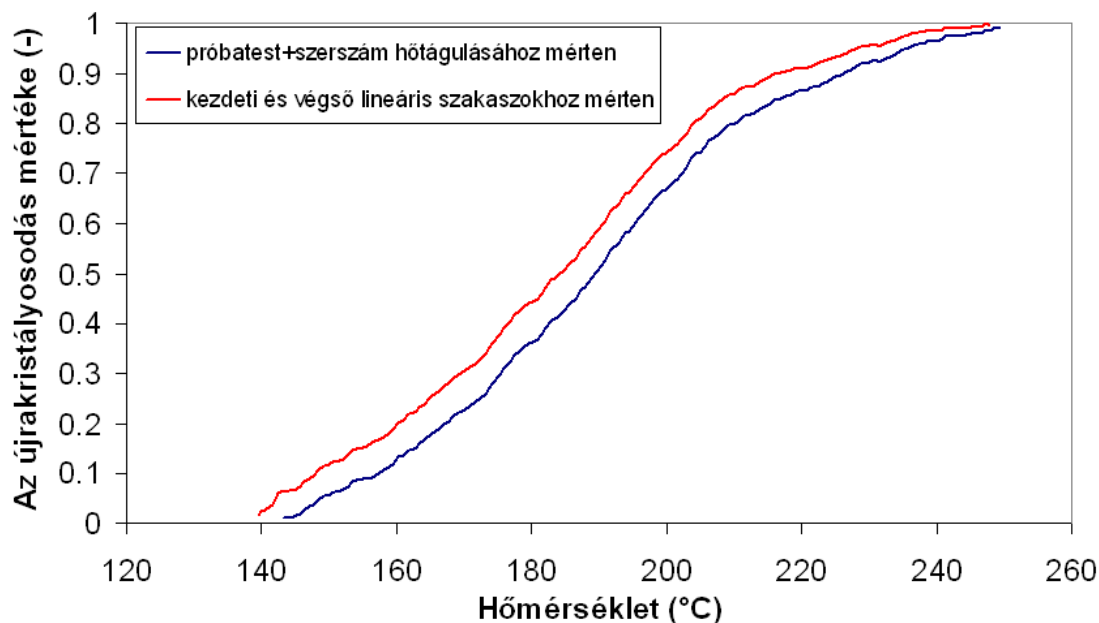
4.1.14. ábra. A relatív behatolási mérték-növekedés indirekt számítási módja az összefüggvény és a görbe különbségéből.

A korábbiakban említettem, hogy a Rockwell-szerszám geometriájából adódik, hogy egységnyi behatolás egységnyi felület-növekedéssel jár. Ebből következik, hogy a felvett görbék rendelkeznek azzal a tulajdonsággal, hogy a közel lineáris keménységsökkenés ugyanígy jelenik meg a felvett görbén, ezáltal az újrakristályosodási tartomány mindkét oldalán (a tüvel végzett próbák során az újrakristályosodás után már nem volt egyértelmű a harmadik szakasz jellege), így a relatív behatolási mérték-növekedés meghatározható az erre a két egyenes szakaszra illesztett egyenes és a görbe átalakulás-tartománybeli képéből.



4.1.15. ábra. A relatív behatolási mérték meghatározása közvetlen módon.

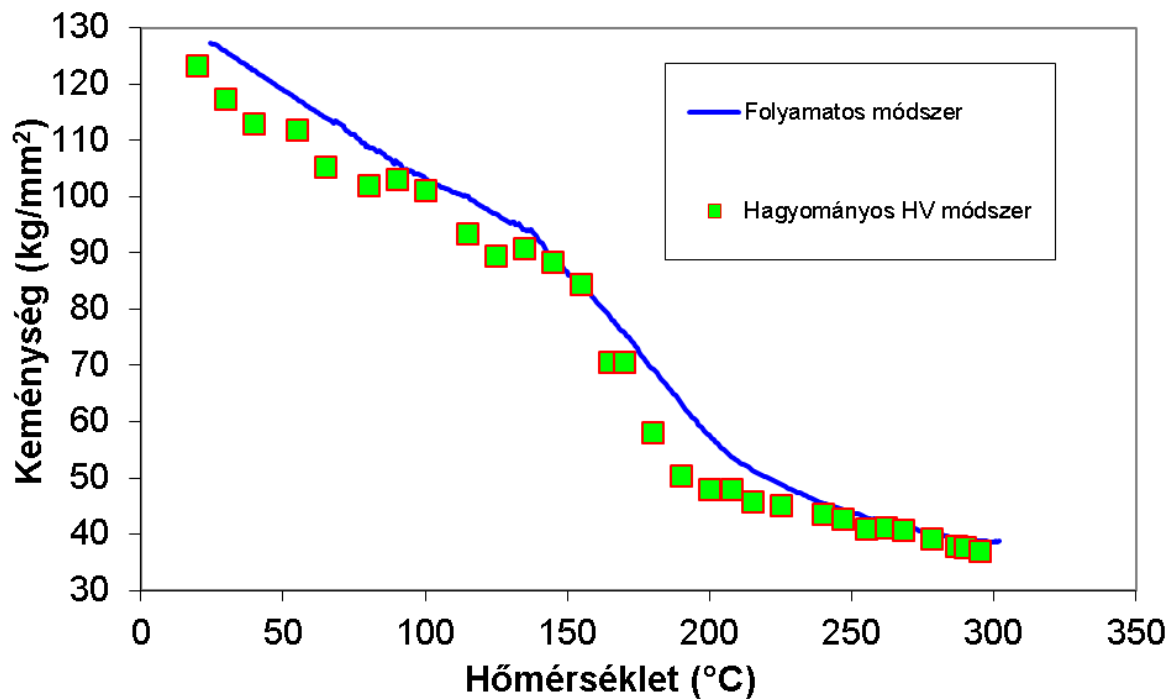
A közvetlen, illetve az illesztett egyeneseket használó módszerekkel meghatározott relatív behatolási mérték-növekedések nagyon szoros hasonlóságot mutatnak. Ezek az értékek felhasználhatók az újrakristályosodás mértékének közelítésére, a két módszerrel meghatározott relatív újrakristályosodott hányadok összehasonlítása a 4.1.16. ábrán látható.



4.1.16. ábra. A közvetlen, illetve az illesztett egyeneseket használó módszerrel meghatározott relatív átalakult hányadok összehasonlítása (10 °C/perc).

(a.) újrakristályosodás vizsgálata Rockwell-penetrátorral

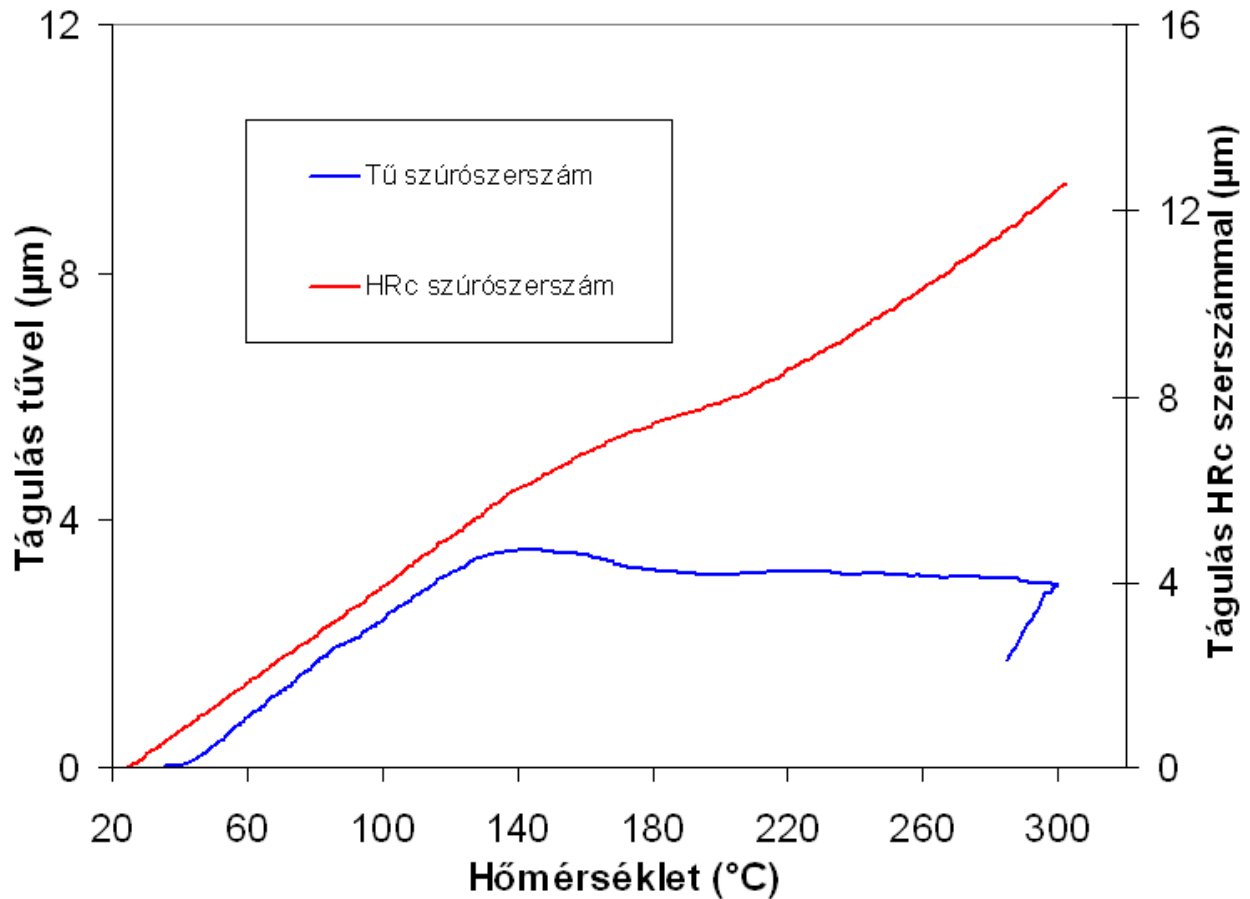
A Rockwell-szerszámot használva a folyamatos melegkeménységet is meg tudtam határozni a 3.2.2 egyenlet segítségével. A kiindulási felületet, amin a szerszám a próbatesttel érintkezik a hagyományos keménységmérésből származó, alakítás utáni keménységből számoltam ki, ebből pedig a behatolás és az érintkező felületek közötti összefüggés ismeretében következtethettem a kezdeti benyomódásra. Tetszőleges hőmérsékleten megadható az épp aktuális behatoláshoz tartozó felület. Ennek kiszámításához csak meg kell keresni a kezdeti behatolás és az aktuális behatolás összegéhez tartozó érintkező felület értékét. A terhelő erő (F_e) és az érintkező felület $A_p(h_k+H)$ rendelkezésre állásával kiszámítható az aktuális melegkeménység. A folyamatos és a hagyományos melegkeménységek együtt a 4.1.17 ábrán láthatóak.



4.1.17.ábra. A hagyományos és a folyamatos melegkeménységmérés eredményei réz próbatesteken, 10 °C/perc hevítési sebességnél.

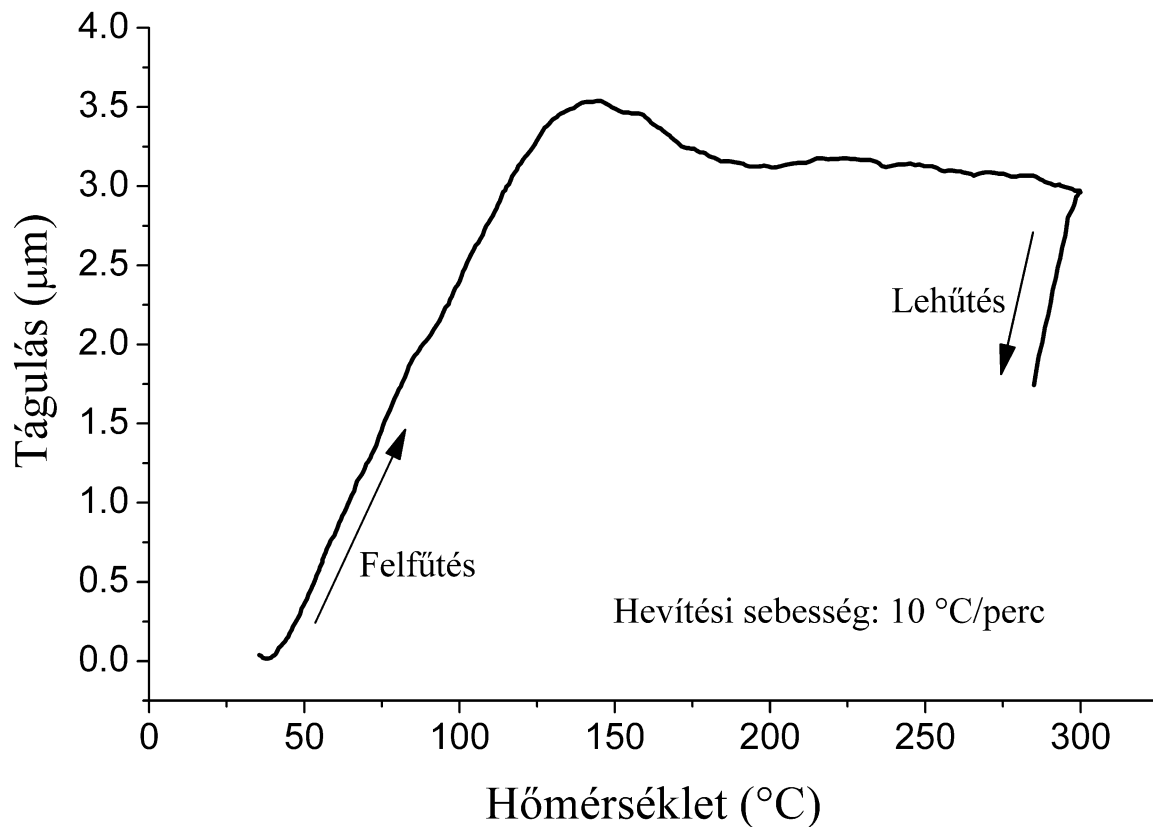
(b.) újrakristályosodás vizsgálata acél tűvel

Szúrószerszámként a Rockwell-kúp mellett a acél tűvel is végeztem vizsgálatokat. Ezen vizsgálatok görbéi merőben eltértek a kúppal vizsgáltakétól, az összehasonlítás megkönnyítésére a 4.1.18. ábrán a két görbét egymás mellett mutatom.



4.1.18.ábra A réz próbatesteken tűvel és a Rockwell-kúp szerszámmal végzett mérések görbéi (10 °C/perc).

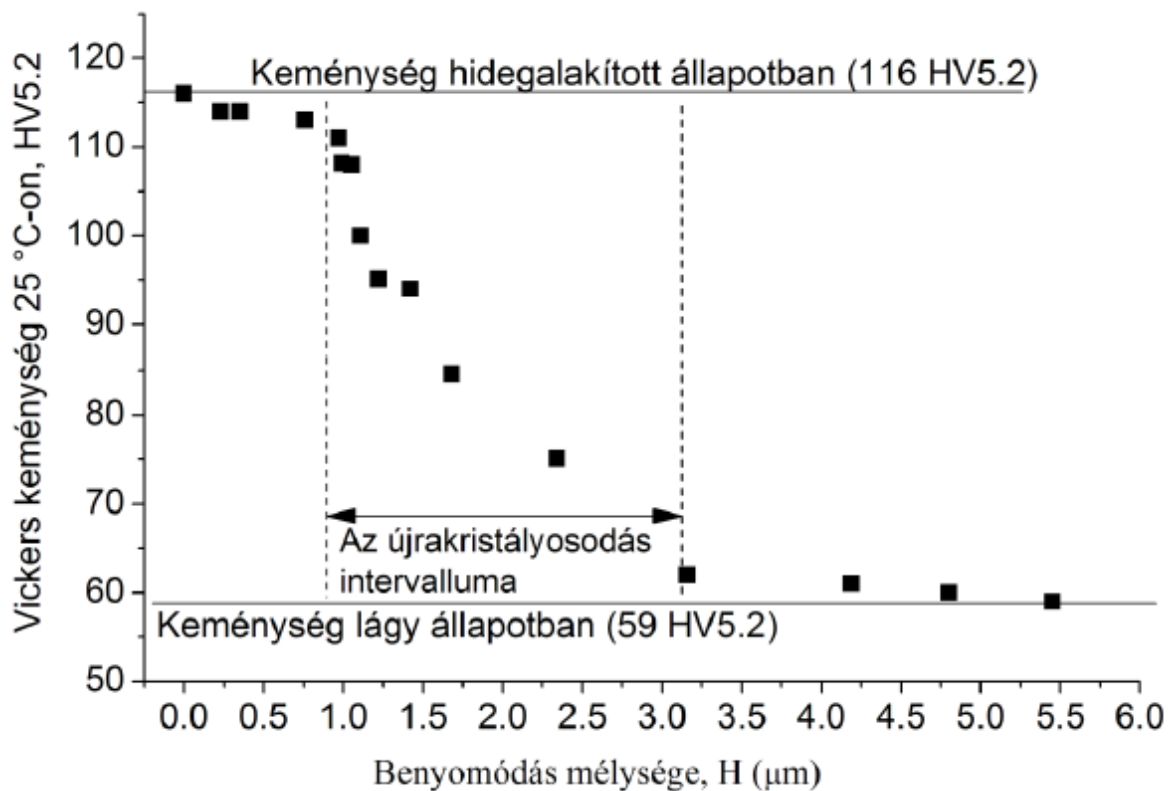
Az acél tűvel az új típusú folyamatos melegkeménység-mérő eljárással, réz próbatesten végzett mérésekből származó görbék mind hasonló jellegűek voltak. Ezeket a görbéket három szakaszra lehet bontani. Az első szakasz egy egyenes, mely az anyag hőtágulását reprezentálja, meredeksége minden réz próbatest esetén hasonló volt. Ekkor a szerszám relatív, felszínhez mért behatolása igen kicsi, mert a próbatestek anyaga képes ellenállni az alkalmazott terhelőerővel neki feszített szerszámnak. A második szakasz az első szakasz egyeneséből folytatódó konkáv görbe, mely később konvex jelleget vesz fel, amit megtart a harmadik szakasz kezdetéig. A meredekség csökkenése a lágyulás jele, azt mutatja, hogy az anyag többé nem képes ellenállni a neki feszített szerszámnak, a szerszám elkezd behatolni az anyag belsejébe így a felszíntől mért relatív behatolás folyamatosan növekszik. A görbe harmadik szakaszában már együttesen jelen van a hőtágulás és a folyamatos behatolás hatása, a 3. szakasz meredeksége minden esetben kisebb volt, mint az első szakaszé. A réz próbatestekkel végzett mérések jellemző görbéje a 4.1.19.ábrán látható.



4.1.19.ábra. A folyamatos melegkeménység-mérő berendezéssel, réz próbatesteken végzett vizsgálatok jellemző görbéje acél tű szűrőszerszám alkalmazása esetén. [18]

Az újrakristályosodás folyamatának vizsgálatához a következő eljárást alkalmaztam: az újrakristályosodási szakaszban megszakítottam a hevítést, majd lehűlés után megmértem a próbatest keménységét Vickers-módszerrel. A görbe első szakaszára egyenest illesztettem, mely egyenest kiterjesztettem a második szakasz tartományára is, így leolvashattam az illesztett egyenes és a görbe közötti távolságot, mely a behatolás (H) mértékével arányos. A mérések előtt megállapítottuk a dilatometer egységnyi behatolásra adott válaszjelét, így ki tudtuk számítani, hogy az illesztett egyenes és a görbe közötti távolság mekkora benyomódásnak felel meg. A hidegen mért keménységet a behatolás mértékének függvényében ábrázoltam (4.1.20. ábra.)

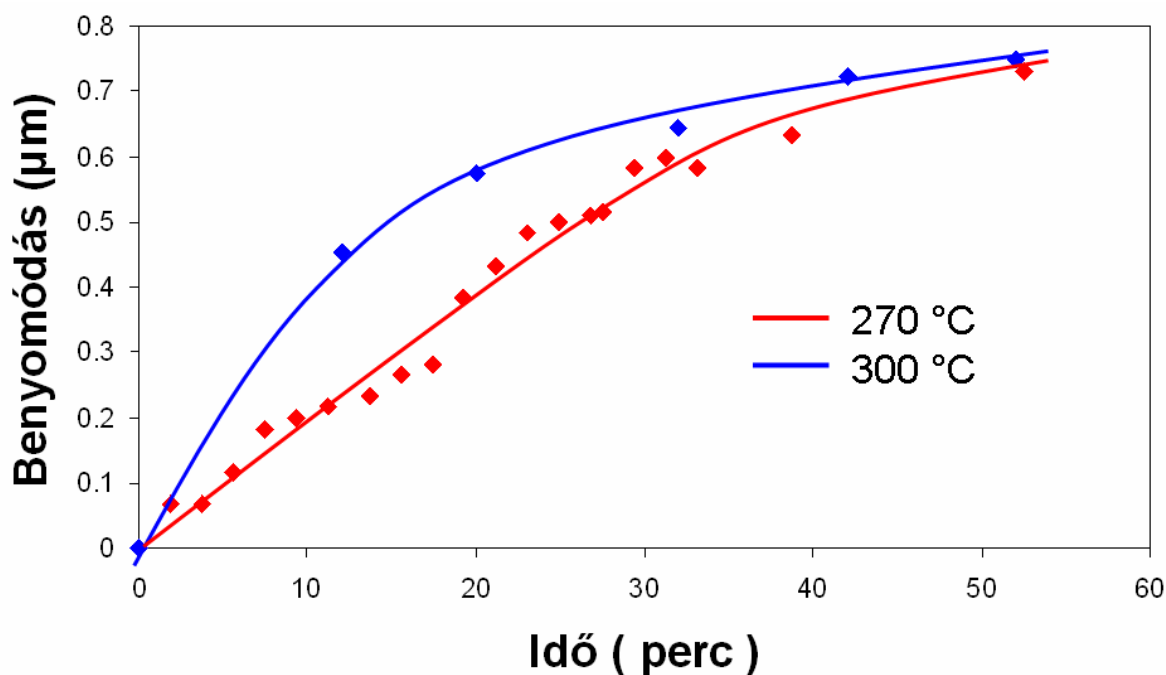
A lehűtés után végzett Vickers-keménységmérések 5,2kg-os terhelő erővel, 10 másodperces terhelési idővel voltak végezve. A benyomódás mértéke (H) és a 25 °C-on mért Vickers keménység közti összefüggés a 4.1.20. ábrán látható.



4.1.20.ábra. A hidegen mért Vickers-keménységek és a hozzájuk tartozó benyomódások.

4.2 Lágy elektrolitréz kúszásának vizsgálata

Kérdéses volt az is, hogy a szűrőszerszám állandó terhelés és hőmérséklet mellett, időben hogyan hatol egyre bentebb a próbatestbe (kúszási jelenség), valamint hogy ez a jelenség az eddigi mérési eredményeinket mennyiben befolyásolja. A kúszásvizsgálatot a következőképpen hajtottam végre: Az átalakulás-mérések során a legnagyobb hőmérséklet megközelítőleg 300°C volt. A próbatest kúszását ezért két hőmérsékleten, 300°C-on illetve 270°C-on vizsgáltam, mert amennyiben ezen a hőmérsékleten kismértékű behatolás van csak jelen, úgy az alacsonyabb hőmérsékleten, rövid ideig tartó mérések során feltételezett kúszás szintén elhanyagolható. A hőmérsékleteket indokolja az a tény is, hogy 260 °C felett az újrakristályosodás teljesen befejeződik, tehát időbeli hatása, azaz további lágyulás nem befolyásolja a mérést. A próbatestet az adott (270 vagy 300 °C) hőmérsékletre 10 °C/perc hevítési sebességgel felfűtve kb. egy órás hőntartás közben vizsgáltam az X-Y író mozgását azonos időközönként pontokat véve.



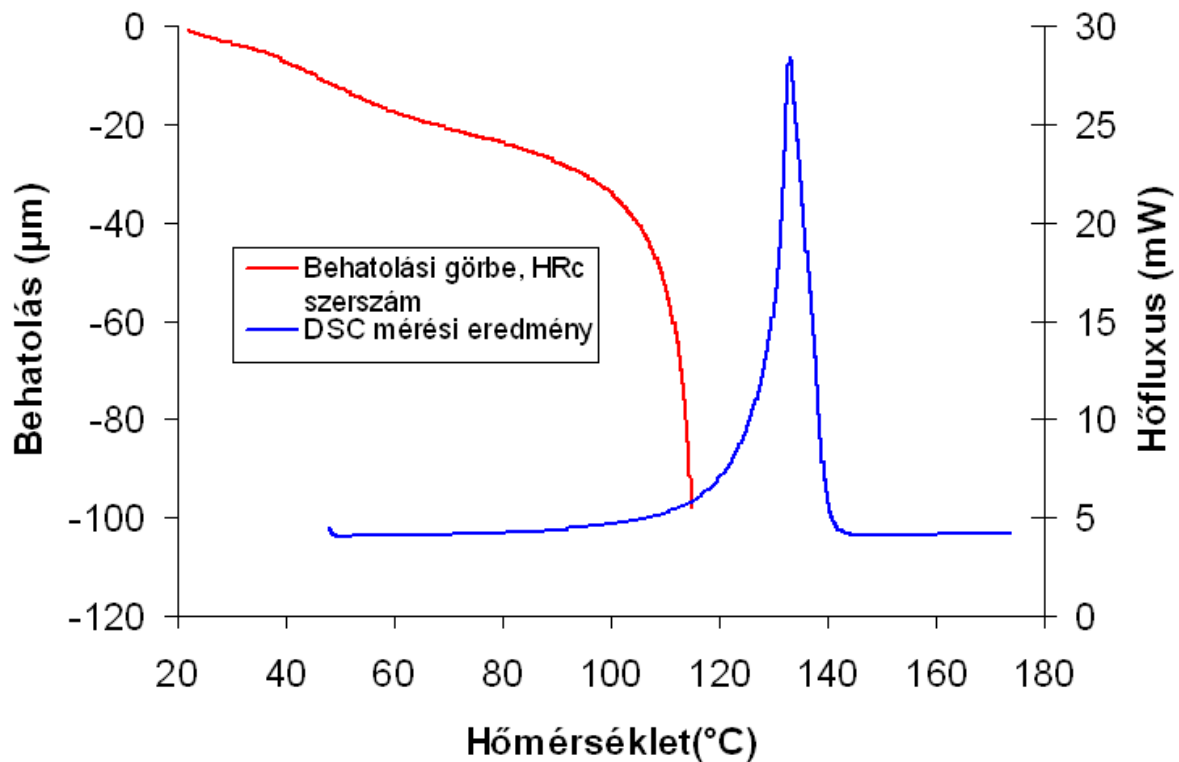
4.2.1.ábra. Újrakristályosodott réz próbatétel kúszása 270 °C-on és 300 °C-on, az idő függvényében.

A próbatételt lehűtve újabb 30 percig ismételtém az eljárást, hogy megbizonyosodjak arról, hogy az érzékelt jelváltozás nem a mérőerősítő, a jelkondicionáló vagy egyéb elektronikus berendezés driftje okozza. A mérést elvégezve a 4.2.1. és ábrán látható pontsorozathoz juthattam, melyből világossá vált, hogy 300°C-on 30 perc elteltével a kúszás mértéke nem haladja meg a 0.7μm-t. Ennél rövidebb ideig végeztem a méréseket és a hőmérséklet is jelentősen alacsonyabb volt, ezért kijelenthetjük, hogy a kúszás hatását elhanyagolhatjuk. A 270°C-on végzett kúszásvizsgálat során az egy óra alatt mért legnagyobb behatolás körülbelül 0.7 μm volt.

4.3 Polipropilén termikus viselkedésének vizsgálata

Az új folyamatos melegkeménység-mérő berendezéssel polimer próbatesteken is végeztem méréseket. Ezeket az 1mm vastag korong alakú próbatesteket egy 5L-es vizespalack kupakjából vágtuk ki. A folyamatos melegkeménység-mérés során Rockwell-kúp szúrószerszámot alkalmaztam, 10 °C/perc hevítési sebességet használva, a maximális hőmérséklet 120 °C volt. Azonos próbatesteken elvégeztem DSC-méréseket is, ugyancsak

10°C/perc hevítési sebességgel, 180 °C-ig. A két mérési technikával végzett mérések eredményeit a 4.4.1 ábrán közlöm. A DSC mérés görbéjén jól látszik az olvadás hőeffektusa (endoterm csúcs), továbbá az is, hogy ahogy az olvadási folyamat elkezdődik (110-115 °C), az anyag nem képes ellenállni a szűrőszerszámnak, az folyamatosan hatol az olvadó próbatestbe.

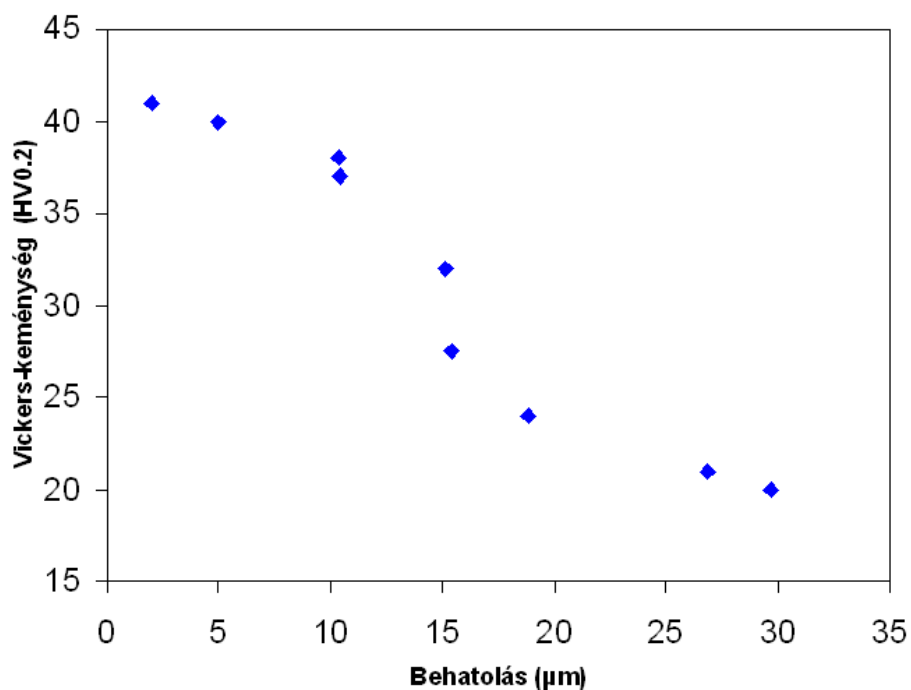


4.4.1.ábra. A Polipropilén próbatestekkel végzett mérések eredményei (10 °C/perc).

4.4 Al99.9 újrakristályosodásának vizsgálata

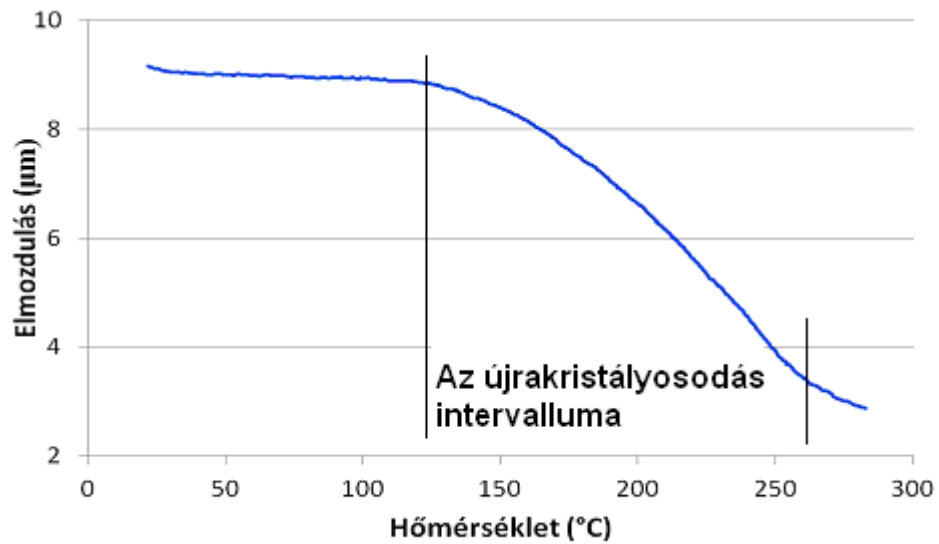
Az elektrolitrézzel végzett kísérletek eredményinek kiértékelése után áttértem a nagy tisztaságú alumínium próbatestekkel végzett vizsgálatokra, behatoló szerszámként először az acél tűt, majd később a Rockwell-kúpot használva. A próbatestek 80%-ban hidegen hengerelt 99,9%-os tisztaságú alumínium lemezekből lettek elkészítve. Az első eredmények után azt gondoltuk, hogy hasonló eljárással kell kiértékelni az új eredményeket, mint a réz esetében: a második szakaszban megszakítva a felhevítést, hidegen megmérjük a próbatest Vickers-keménységét, ebből megállapítjuk az újrakristályosodás hőmérséklet-tartományát majd összevetjük a kapott görbén leolvasott behatolás-értékkel. Több mérés elvégzése után kiderült, hogy bár a görbéken leolvasható behatolás, azokhoz sokáig nem tartozik hideg

állapotban mért keménységcsökkenés. Hogy információt kapjak az átalakulás hőmérséklet-tartományáról, DSC technikával méréseket végeztem azonos próbatesteken. Az eredmények azt mutatták, hogy az átalakulás lényegesen magasabb hőmérsékleteken megy végbe, mint ahogy azt a felvett görbékől sejthető volt. Ennek az a magyarázata, hogy az alumínium sokkal lágyabb, mint a réz, már alacsony hőmérsékleten is képtelen ellenállni a neki feszített acél tűnek. Az újrakristályosodás régiójának végét azonban görbe meredekségének enyhe növekedése jelzi. Az átalakulás régiójában megszakított felhevítésű próbatestek rendre keménységcsökkenést mutattak hideg állapotban, így biztossá vált, hogy a rekrisztallizációt mely hőmérséklet-tartományon kell keresni. A megszakított felhevítésű próbatesteken, szobahőmérsékleten végzett keménységmérések eredményeit hozzárendeltem a megszakításkor aktuális relatív behatolás mértékéhez. Az így kapott diagram a 4.5.2 ábrán látható.



4.5.2.ábra. A behatolás és a 25°C-on mérhető Vickers keménység közti összefüggés alumínium próbatestek esetén (10 °C/perc).

Az alumínium próbatestek az acél tű szerszámmal végzett mérések során túl lágnak bizonyultak, a velük felvett görbék kiértékelése nehézkes. Azonos próbatesteken megismételtem a méréseket, ezúttal Rockwell-penetrátort használva szerszámként. Az így felvett görbék már nagyon hasonlóak voltak a rézzel végzett mérések görbéihez. Jellegük miatt kiértékelésük hasonló módszer szerint végezhető el.



4.5.3.ábra Alumínium újrakristályosodása Rockwell-szerszámmal (10 °C/perc).

Következtetésképpen megállapítható, hogy a folyamatos melegkeménység-mérő berendezés alumínium melegkeménységének vizsgálatára is alkalmas, a megfelelő szerszám alkalmazásával.

5. Összefoglalás

Az utolsó pontban röviden összefoglalom a dolgozat főbb megállapításait.

A melegkeménység mérése, mint egy vizsgálati módszer, és e módszer alapján végzett kísérletek végrehajtására alkalmas berendezések alkalmasságát vizsgáltam átalakulási folyamatok kvantitatív elemzésére. Az új módszerrel kapott eredményeket összehasonlítottam egy széles körben használt módszerrel (DSC technikával) végzett mérések eredményeivel.

A dolgozatban bemutatott új melegkeménység-mérési eljárás azon a jelenségen alapszik, hogy a vizsgált fémes anyagok átalakulása, annak hőmérséklettartományán a melegkeménység csökkenésével jár. A melegkeménységek pillanatnyi értékének meghatározására az intézetben két berendezés lett kifejlesztve. Az első egy módosított, hagyományos Vickers-keménységmérő berendezés, melyet a próbatest egyenletes fűtését biztosító fűtőtesttel, és az azt szabályzó elektronikával szereltünk fel. A második berendezés egy átalakított dilatóméter, melynek kvarcüveg mérőrúdjának próbatest felőli végére szűrőszerszámot helyeztünk, majd azt a próbatestnek feszítettük. Ez a berendezés lehetővé teszi a próbatestbe a keménységsökkenés hatására behatoló szerszám elmozdulásának regisztrálását. Munkám során négy anyagot vizsgáltam: elektrolitréz, 99.9% tisztaságú alumínium és polipropilén. Az elektrolitréz esetében hidegen hengerelt próbatestek újrakristályosodását vizsgáltam mindkét berendezéssel. A kísérletek eredményei alapján kidolgoztunk egy módszert mely egy, az átalakult hányad közelítésére szolgáló arányszám meghatározására szolgál. Az új módszerrel és a DSC technikával végzett mérések eredményeit összehasonlítva megállapítható, hogy az újrakristályosodás jól nyomon követhető a melegkeménységek változását vizsgálva. Az újrakristályosodás nyomon követése mellett a berendezés a pillanatnyi melegkeménység-értékek meghatározására is alkalmasnak bizonyult. A nagy tisztaságú alumínium próbatesteken végzett méréseim alapján megállapítható, hogy a berendezés alkalmas alumínium melegkeménységének vizsgálatára, azonban az anyag lágyága miatt fontos a megfelelő szűrőszerszám kiválasztása.

6. Irodalomjegyzék

1. Handbook on Instrumented Indentation. CSM Instruments Manual. 2009.
2. Lendvai László: Nemesíthető Alumíniumötvözetek Kiválási Folyamatainak Vizsgálata – TDK munka OE-BGK 2011.
3. P. Mencin ,C.J. Van Tyne: A Method for Measuring the Hardness and Elastic Modulus of the Surface Layer on Hot Forging Dies Using a Nano Indentation.
4. P. Ludwik, Z. Phys. Chem. 91 (1916) 232.
5. G.M. Schwab, Trans. Faraday Soc. 45 (1949) 385. Kirity Bhusan Khana, T.R.G. Kutty a, M.K.
6. V.P. Shishokin, Z. Anorg. Chem. 189 (1930) 263.
7. Surappa: Hot hardness and indentation creep study on Al–5% Mg alloy matrix–B4C particle reinforced composites Materials Science and Engineering A 427 (2006) 76.
8. <http://nanosteelco.com> (2014.03.28)
9. V.A. Borisenko, V.P. Krashchenko, Acta Metall. Mater. 25 (1977) 251.
10. E.R. Petty, Metallurgica 56 (1957) 231.
11. David Tabor: The Hardness of Metals , Oxford University press, 1951
12. Gerhard R. Clusener: Dilatometer, US 3680357, 1970.09.21.
13. Gerhard R. Clusener: Differential Dilatometer, US 3898836, 1974.04.08.
14. Karl Betz: Electrical Zeroing Means for a Dilatometer, US 3919879, 1974.09.03.
15. <http://www.metallography.com/amp/micro.htm> (2014.02.14)
16. www.keytometals.com/Articles/Art140.htm (2014.02.15)
17. <http://www.staging.gearsolutions.com/article/detail/5809/wear-mechanisms-of-hss-cutting-tools> (2014.02.14)
18. Mucsi András-Óbudai Egyetem: Berendezés és eljárás anyagok melegkeménységének vizsgálatára, 114209-16805 FT/Ko - Magyar szabadalmi bejelentés, 2014.04.14.
19. Povorai Gábor, Mucsi András: Hidegen hengerelt elektrolitréz újrakristályosodásának vizsgálata melegkeménység-méréssel és DSC technikával. XIX. FMTÜ, Kolozsvár, 2014.03.20-22

20. Kirity Bhusan Khan, T.R.G. Kutty, M.K. Surappa: Hot hardness and indentation creep study on Al-5% Mg alloy matrix-B₄C particle reinforced composites. Materials Science and Engineering A 427 (2006) 76-82.
21. Chin-You Hsu, Chien-Chang Juan, Woei-Ren Wang, Tsing-Shien Sheu, Jien-Wei Yeh, Swe-Kai Chen: On the superior hot hardness and softening resistance of AlCoCr_xFeMo_{0.5}Ni high-entropy alloys. Materials Science and Engineering A 528 (2011) 3581-3588.