

Miskolci Egyetem
Anyag- és Vegyészmérnöki Kar
Tudományos Diákköri Tanács



Nagy áramsűrűség hatása alumínium fólia újrakristályosodására

Tudományos Diákköri Dolgozat

Készítette: **Mészáros Mária**
BSc hallgató
Fémteni, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézet

Konzulens: **Bubonyi Tamás**
PhD hallgató
Fémteni, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézet

Tartalomjegyzék

Bevezetés.....	3
2 Irodalmi áttekintés	4
3 Célkitűzés.....	8
4 Vizsgálati módszerek ismertetése	9
4.1 Hengerlési hibák vizsgálata	9
4.1.1 Energiadiszipperzív analízis	12
4.2 A kísérleti munka bemutatása.....	16
4.2.1 A toroid szabályozó működése	17
4.2.2 A befogó-mintatartó	17
4.2.3 Szakítóvizsgálatok.....	19
5 Vizsgálati eredmények.....	23
5.1 Kemencében lágyított minták szakítógörbéi	24
5.2 Befogókeretben kezelt minták szakítógörbéi	26
6 Összefoglaló.....	28
Köszönetnyilvánítás	29
További kutatási tervek	30
Irodalomjegyzék.....	31
Melléklet.....	32

Bevezetés

Az utóbbi évtizedekben egyre jelentősebbé vált az alumínium fólia hengerlés. Hazánkban számos akkumulátor szeparátorfólia előállítással foglalkozó cég jelent meg az utóbbi időkben. Ennek oka a világpiaci fejlődés általi megnövekedett igény a korszerű, nagy teljesítményű Li-ion akkumulátorokra. Az ilyen típusú akkumulátorok előnye, hogy viszonylag kis tömegűek, és nagy kapacitásúak. Így alkalmazásuk az ipar számos területén lehetséges. A Li előnye, hogy a legnagyobb névleges cellafeszültséget biztosítja, amely háromszoros értéke az ólomakkumulátorokénak, illetve ezáltal az energiasűrűsége is duplája lesz.

A dolgozatomban vizsgált alumínium fóliát a tatabányai *LOTTE ALUMINIUM Hungary Kft.* állította elő. Az akkumulátor szeparátor fóliák kulcsfontosságúak az akkumulátor működésében, ugyanis megakadályozzák a rövidzárlatot az anód és katód között. A szeparátor fóliák fontos tulajdonsága a porózusság, ez biztosítja az ionok áramlását, az anód (grafit) és katód (fém-oxidok) között. A pórusok mérete fontos szempont, mivel elég kicsiknek kell lenniük ahhoz, hogy megakadályozzák a dentritek kialakulását, ami rövidzárlathoz vezetne. Az akkumulátorokban alkalmazott elektrolit lehet szerves oldószerben oldott LiPF_6 , LiBF_4 , vagy LiClO_4 sója.

Szeparátor fólia készülhet alumíniumból, illetve rézből is. A legtöbb esetben azonban az alumíniumból készült fóliákat alkalmazzák, melyeket gazdaságilag sokkal kedvezőbb előállítani.

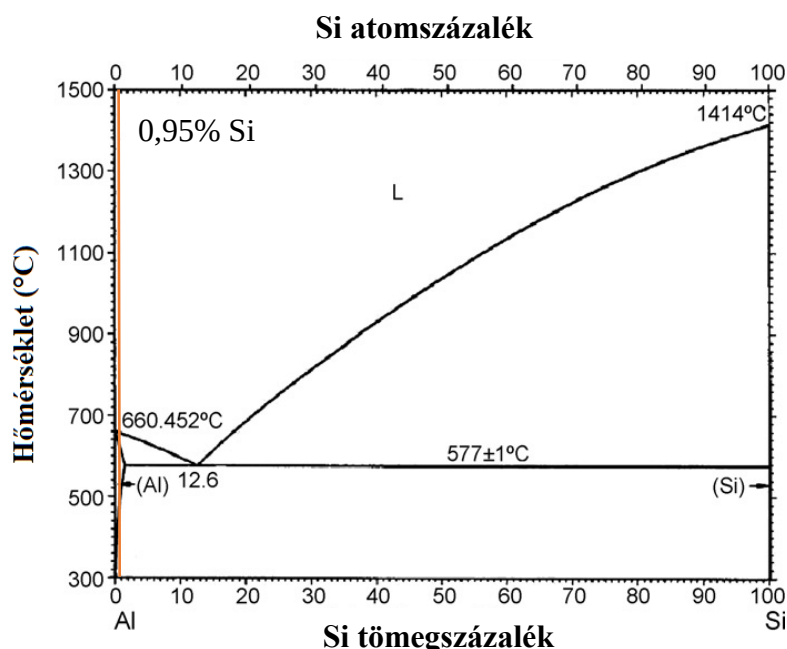
Az alumínium fóliák megújulása és újrakristályosodása fontos kérdése a modern akkumulátor gyártásnak és üzemeltetésnek. Főleg nagy áramsűrűségű villamos áram esetén következik be a fólia lágyulása, emiatt is érdekes a fóliák ilyen célú vizsgálata. Az áram átvezetését a fóliákon egy általam tervezett speciális minta befogó-tartóval valósítottam meg. Kísérleteim során $12\text{ }\mu\text{m}$ vastagságú alumínium fólia minták lágyulását vizsgálom kis terhelő erejű (maximum 1060 N) szakítógéppel elvégzett szakítóvizsgálatok eredményein keresztül. Ehhez referenciaként a nyers, alakított fólia vizsgálatát is elvégeztem.

Vizsgálataimat a Fux Zrt. laboratóriumában és a Miskolci Egyetem Fémteni, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézetében, valamint a 3D laboratóriumban végeztem.

2 Irodalmi áttekintés

A TDK dolgozatomban vizsgált alumínium fólia jelentős alakváltozással járó hengerléssel állítható elő. Ezen munkafolyamat során az alakváltozás hatására a szemcseszerkezet teljesen megváltozik (a hengerlés hatására a szemcsék megnyúlnak, illetve az alakítás irányával megegyezően orientálódnak) [1]–[3], melynek következtében a termék keménysége, folyási határa nagymértékben növekszik. Lapostermék hengerlés során az alakítani kívánt darabot két forgó mozgást végző, sima palástú henger közé helyezzük, azok távolságát minden szűrás (a darab áthúzása a hengerpáron) után folyamatosan csökkentjük addig, amíg vékony alumínium lemezt kapunk. A hengersorok felépítése lehet reverzáló vagy folytatólagos is.

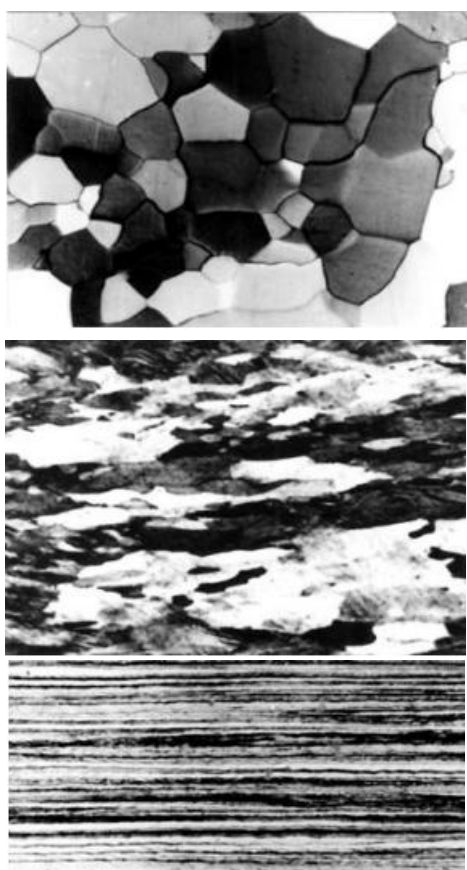
A hengerlés hőmérsékletétől függően megkülönböztetünk meleg-, és hideghengerlési módokat. Meleghengerlésről akkor beszélünk, amikor a darabot az újrakristályosodás megindulásának hőmérséklete fölé előmelegítjük. Az előmelegítéstől könnyebbé válik a diszlokációk mozgása és ezáltal egy szűrással nagyobb alakváltozás valósítható meg a darabon. Hideghengerlés esetében a hengerlés előtt nem történik előmelegítés, a hőmérséklet folyamatosan az újrakristályosodási hőmérséklet alatt marad.



1. ábra Al-Si fázisdiagram [4]

A vizsgálataim során használt alumínium fólia EN AW1100 összetételű alumíniumból készült (1. ábra).

Az alumínium fólia előállítása nem egyszerű feladat, így az előállítása nagy körültekintést és szakértelmet igényel [5]–[7]. A néhány 10 mikronos vastagság miatt egyre több szemcse kerül a lemez szélére, ahol könnyedén megjelenhet a szegregáció [8] illetve a deformációs mechanizmusok (csúszási rendszerek) is eltérést mutatnak a tömbi anyagokhoz képest, ahogy Suzuki és munkatársai [9] valamint Song és társai [10] tanulmányozták. Emiatt az irodalom már elkezdte vizsgálni az alumínium habszerkezeteket is a fólia esetleges kiváltására [11], azonban a dolgozatomban a továbbiakban is a fóliák előállítására és vizsgálatára fogok fókuszálni. A kiinduló lemezvastagság 300 μm volt, amelyet több lépésben összesen 12 μm vastagságra hengereltek. A vizsgálati fóliákon megfigyelhető, hogy a szokásos matt-fényes



2. ábra A szemcseszerkezet változása hideghengerlés közben [13]

oldalak helyett a fólia mindkét oldala fényes [12]. Ez annak köszönhető, hogy az előállításnál egyszerre csak egy fóliát hengereltek. A hengerlés folyamán a lemez hőmérséklete nem lépte át az újrakristályosodási hőmérsékletet, azaz hideghengerléssel készült.

A hengerlés okozta szövetszerkezeti torzulást mutatja be a 2. ábra. [13] Ezt a torzulást javíthatjuk újrakristályosító lágyítással, melynek célja a keménység csökkentése és az alakíthatóság fenntartása. [14] A lágyulási folyamatot az alumínium ötvözetekben okozhatja a megújulás, amikor a diszlokációk falakba rendeződnek, de az ötvözet továbbra is alakított jelleget mutat. [15] [16]

Újrakristályosításon azt a folyamatot értjük, amikor a deformált krisztallitokból új csírák képződnek és azok folyamatos növekedésével új szemcsék keletkeznek. A növekedés a deformált krisztallitok teljes elfogyásáig tart, amennyiben a növekedéshez szükséges

hőmérsékletet fenntartjuk. Az újonnan létrejött krisztallitokban már nem találhatóak meg a képlékeny alakítás következményei. [17] [18]

Liviu Dorin Pop 2019-es kutatásában [19] az 1050-es összetételű alumínium ötvözet újrakristályosodását figyelte meg. A vizsgálatai során 10x10x2 mm-es, 35 HV keménységű mintákon 64 kN 96kN és 105 kN terhelőerőt alkalmazott. Az erők hatására a kezdetben 35 HV-es minták 41,3 HV; 41,6 HV és 41,7 HV keménységgel rendelkeztek. Ezeket a mintákat később különböző hőmérsékleteken (320°C; 400°C; 480°C) lágyították 15 illetve 30 percen keresztül. A hőkezelés hatására jelentős változások voltak megfigyelhetők a minták keménység értékeiben (3. ábra). Az újrakristályosító lágyítás után a keménység 400°C-on mért értéke jelentősen lecsökken a 320°C-éhoz képest, majd 480°C-on jelentéktelen mértékben csökken a 400°C-on mérthez képest.

			<i>Első minta</i>	<i>Második minta</i>	<i>Harmadik minta</i>	
<i>Deformáció előtt</i>			Kezdeti keménység	35	35	35
			Az alkalmazott erő (Deformáció mértéke %-ban)			
<i>Plasztikus deformáció után</i>			64 kN (44%)	96 kN (55%)	105 kN (58%)	
			Deformáció utáni keménység	41,3	41,6	41,7
<i>Hőmérséklet</i>			<i>Idő</i>			
<i>Hőkezelés után</i>	320°C	15 perc	Hőkezelés utáni keménység	30,6	33,8	34,1
		30 perc		25,4	26,5	28,1
	400°C	15 perc		23,4	24,3	25,1
		30 perc		22,3	23,6	23,8
	480°C	15 perc		22,1	22,6	23,6
		30 perc		21,8	22,5	22,8

3. ábra Különböző ideig tartó lágyítás hatása a keménységi értékekre [19]

A vizsgálatok alapján megállapítható, hogy az optimális lágyítási hőmérséklet a 390°C és a 410°C között helyezkedik el. A lágyulás mértékét nem befolyásolta a hosszabb hőntartási idő, a 15-20 perc elegendőnek bizonyult a minta kilágyításához.

Egy másik tanulmányban [20] R. Králik és társai az AA8079- es alumínium ötvözet homogenizálását vizsgálták in-situ transzmissziós elektronmikroszkóppal (TEM). A vizsgált ötvözet 1,06 w% Fe-t és 0,06 w% Si-t tartalmazott. A 7 mm vastag lemezeket mechanikus és

elektrokémiai polírozási technikák kombinációjával polírozták. A mintákat optikai-, és transzmissziós elektronmikroszkóppal is megfigyelték. A valós idejű változások nyomon követése TEM segítségével volt lehetséges, amely sokkal több információval szolgált, mint a hagyományos utólagos analízisek.

Az in-situ izzítást TEM segítségével végezték, egy Pt-PtRh termo-elemmel felszerelt JEOL fűtőtartó segítségével. A fűtés a minta termikus károsodásáig folytatódott, közvetlenül 600°C alatt. A tényleges fűtési sebesség 5°C/perc volt 25°C-os lépésekkel. Az optikai mikroszkópos vizsgálatok eredményei kimutatták, hogy az öntvényben lévő primer fázisok intermetallikus részecskéi az eutektikus cellák mentén telepeket alkotnak, amelyek a hengerlés során alkalmazott erők hatására megnyúltak.

Finom szemcsék a lemez felületi rétegében alakultak ki a rendkívül nagy hűtési sebesség miatt, ami az olvadt ötvözet vízhűtéses hengerekkel való közvetlen érintkezésének köszönhető. A lemez többi része részben hosszúkás szemcsékből áll, amelyek hosszabb tengelye a hengerlési irányba dől. A hosszúkás szemcsék és a hengerlési irány közötti szög, amely a felülethez közeli rétegekben a legnagyobb, fokozatosan csökken, és a lemez közepén nulla közeli értéket vesz fel. A szemcsék a darab felszínéhez közelebb nagyobb oldalarányt mutatnak, amely a közepéhez közeledve csökken a minta egész területén a hűtési sebesség miatt.

A transzmissziós elektronmikroszkópos vizsgálatok részletesebben mutatják az optikai mikroszkópon megfigyelteket. A vizsgálatokból megállapítható volt, hogy az ötvözet hexagonális α -AlFeSi fázisokból épül fel. Már a lágyítás első szakaszában a diszlokációk rendeződni kezdenek, aminek hatására az anyag fajlagos ellenállása csökken. Ez a csökkenés egészen 420°C-ig tart.

A TEM minták átláthatósága befolyásolhatja a felületi diffúziót a vékony mintában, és befolyásolhatja az in-situ kísérletek eredményeit. Ezt összehasonlítva a folyamat utáni megfigyelésekkel megállapítható, hogy az öntvényben megfigyelt változások jó összhangban vannak a vizsgálat során megfigyelt változásokkal.

A gömb alakú részecskék az anyagban a homogenizálás után egy alacsonyabb hőmérsékleten, azáltal alakulnak ki, hogy az öntés után jelen lévő, eredetileg hosszúkás részecskék átalakulnak. Az eredeti részecskék több kisebbre hasadnak a mátrix kiürülése után, és gömbölyödni kezdenek. Ezért a részecskementes zónák megmaradnak az eredeti eutektikus

cellákon belül. alacsonyabb lágyítási hőmérsékleten. Az új magok keletkezése magasabb lágyítási hőmérsékleten kezdődik ezekben a részecskementes zónákban.

A mátrix kimerülése 450°C-on a finom primer részecskék gömbölyödéséhez és új részecskék nukleációjához vezet. Több szferoidizált részecske és újonnan nukleálódott részecske nő a legtöbb eredeti részecske rovására 550°C-ig. Ezután az oldott anyag koncentrációjának reverziója következik be, ami az ellenállás monoton növekedését okozza. A részecskék oldódása és növekedése 550 °C felett felgyorsul és csupán egy kis hányada marad 575°C-on. Az újonnan képződött részecskék sokkal durvábbak, és bináris $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ fázisként azonosították őket.

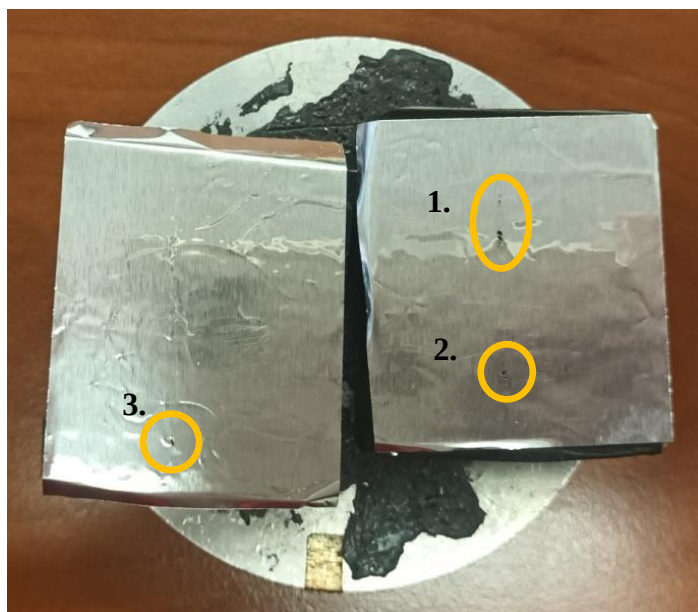
3 Célkitűzés

Kutatómunkám során szeretném megvizsgálni, hogy milyen kihívások jelenhetnek meg a lemeztermék gyártása során, illetve szeretném megvizsgálni, hogy az áram milyen mértékben befolyásolja az alumínium fóliák lágyulásának folyamatát, továbbá a kapott eredményeket kontextusba helyezve a szakirodalmi eredmények alapján hagyományos kemencés hőkezelésekkel is össze kívánom hasonlítani a tapasztalataimat.

4 Vizsgálati módszerek ismertetése

4.1 Hengerlési hibák vizsgálata

Amint azt az előző fejezetben is említettem, az alumínium fólia előállítása nem egyszerű feladat. A hengerműveknek számtalan előírásnak kell megfelelniük az előállítás során. Ennek ellenére mégis előfordulhatnak hengerlési hibák.

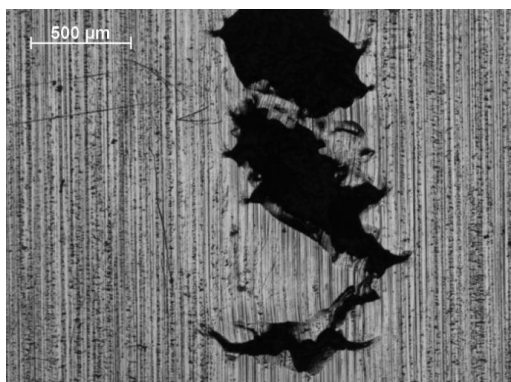


4. ábra Hibahelyek jelölése a fólián (saját felvétel)

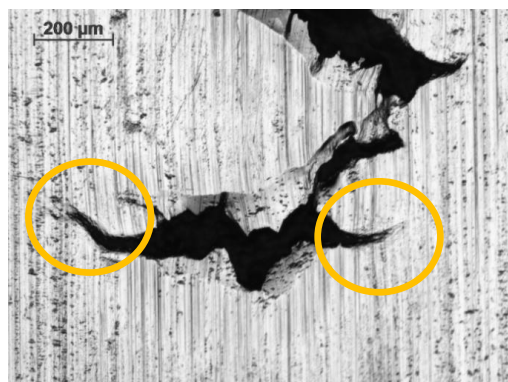
Az alumínium lemez egyes részein apró lyukakat, gyűrődéseket figyeltem meg (4. ábra). A hibás területeket elkülönítettem a fólia hiba mentes részeitől, majd optikai mikroszkóp és pásztázó elektronmikroszkóp segítségével megvizsgáltam.

A vizsgálatok alapján megállapítható volt, hogy a hibák nem utólag kerültek a fóliára, hanem a hengerlés során alakultak ki.

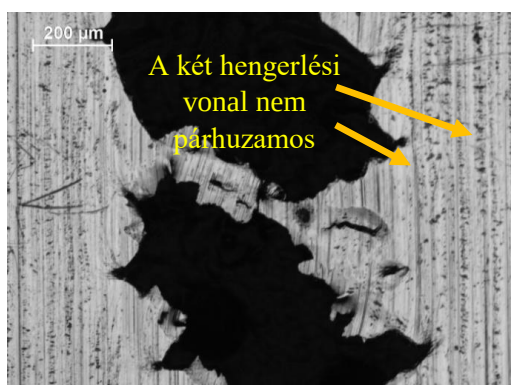
Ezt bizonyítja az alakító henger nyoma, mely jól kivehetően nem párhuzamos. Továbbá megfigyelhető, hogy a lyukak kezdeti repedések tovább terjedésének eredményei. Ezeket mutatja be az 5. - 7. ábra.



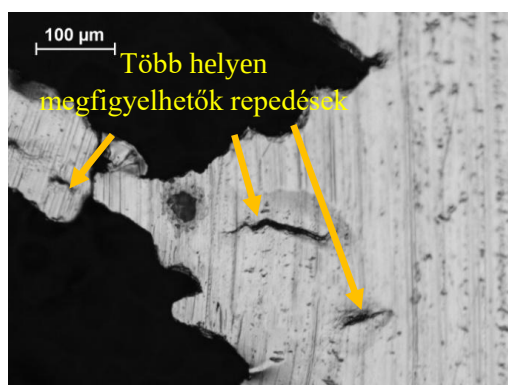
a)



b)



c)

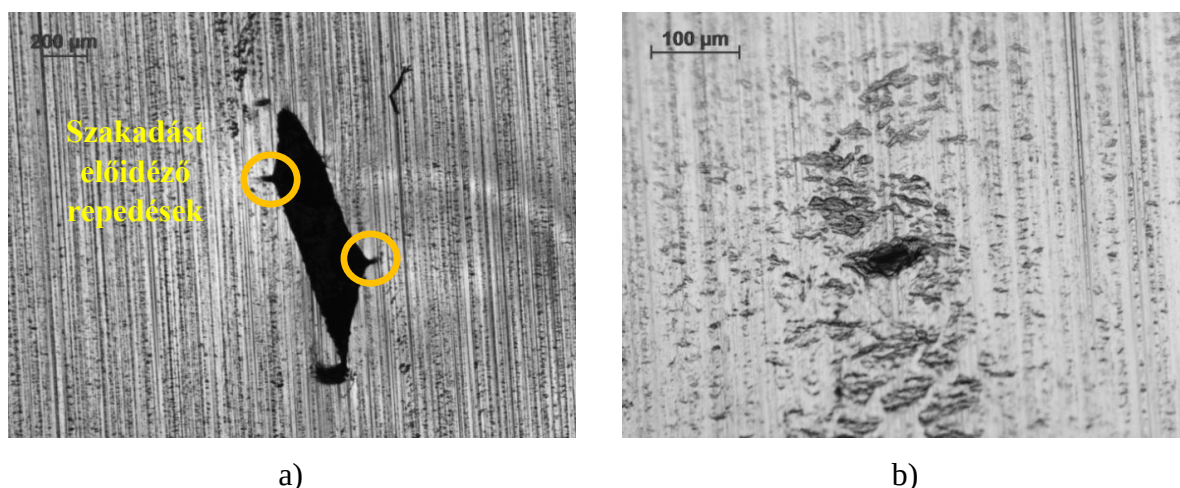


d)

5. ábra Első hibahely optikai mikroszkópos képei a hibák megjelölésével

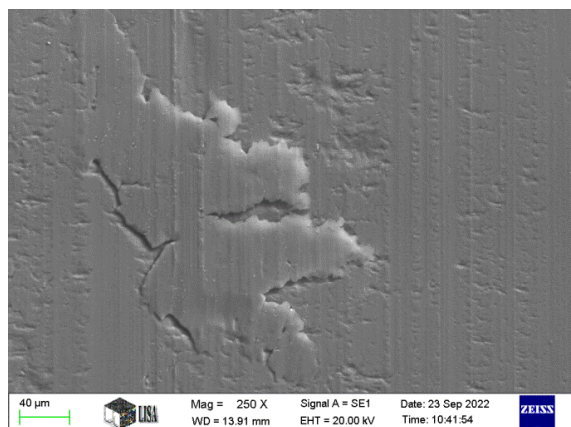


6. ábra Második hibahely optikai mikroszkópos képen

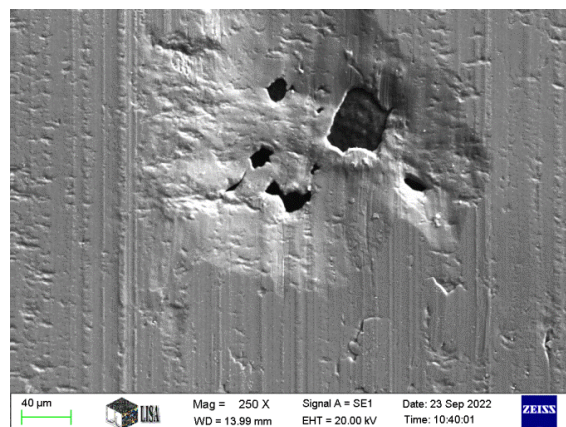


7. ábra a) Harmadik hibahely optikai mikroszkópos képen, b) A hibahely körüli bemélyedések bemutatása

A 7. ábra is jól mutatja a lyuk szélén lévő repedéseket, illetve a hiba körüli bemélyedéseket, amelyek apró felületi repedések. A repedések túlalakítás során alakultak ki, amikor az anyag már nem képes további képlékeny alakváltozásra, eléri az alakváltozó képességének a határát, majd elszakad. Ilyen jellegzetes hibákat az ún. feltapadások okozhatnak. Az alakítási hőmérséklet, a hengerléshez használt emulzió, illetve a lemeztermék felületének szennyezettsége együttesen egy szennyezett réteget képeznek az alakító henger felületén. Ez a kopadék. Amikor ez a kopadék réteg elér egy kritikus vastagságot, akkor feltöredezik, és apró darabokban a lemeztermékre kerülhet. Ezek a feltapadások a keménységüktől függően vagy elkenődnek a lemeztermék felületén (lágyabb kopadék: 8. a) ábra) vagy belenyomódnak a fólia felületébe (keményebb kopadék: 8. b) ábra), lokálisan túlalakítva a lemezterméket, ezzel szakadást előidézve. A fólia számos területén észlelhetők voltak feltapadások, illetve benyomódások.



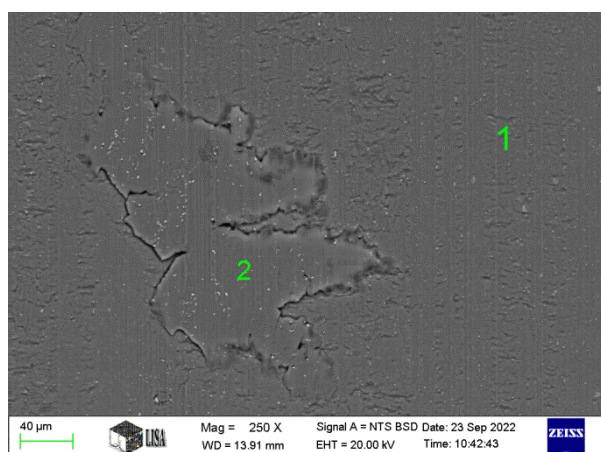
a)



b)

8. ábra Feltapadt és benyomódott területek; a) Lágyabb kopadék eredménye b) Kemény kopadék eredménye

4.1.1 Energiadisziperzív analízis



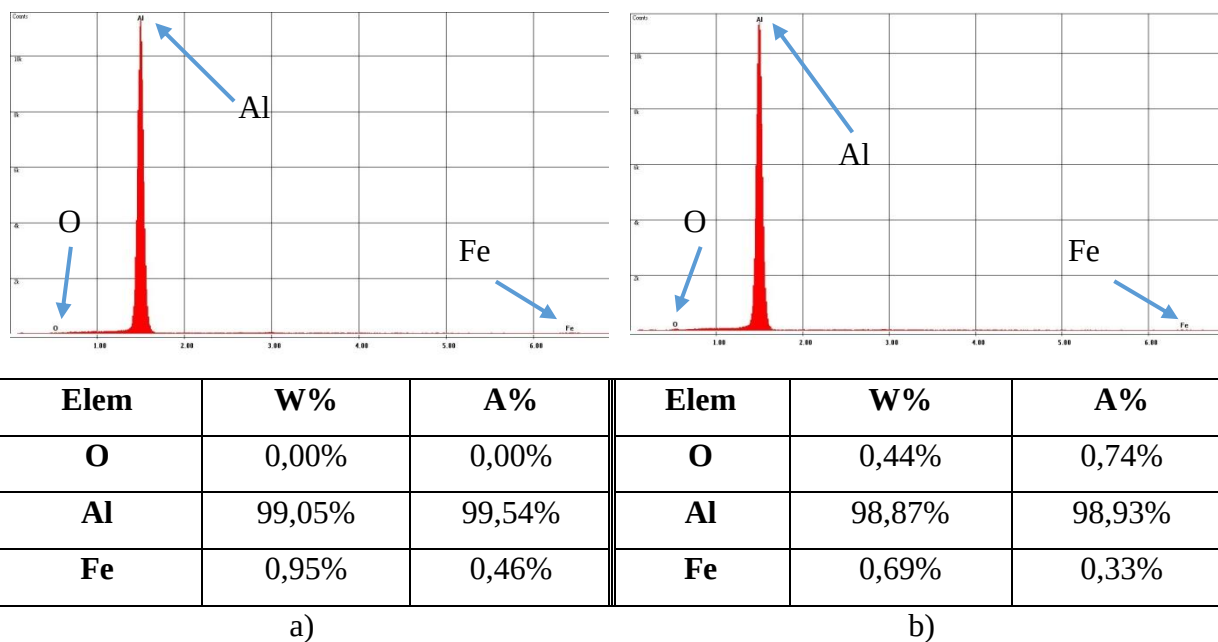
9. ábra Energiadisziperzív analízissel vizsgált terület; 1. feltapadás nélküli normál anyagrész; 2. feltapadt anyagrész

Annak érdekében, hogy a kopadékról szóló elméletem teljes bizonyosságot nyerjen, a feltapadt és normál anyagrészek összetételbeli azonosítását energiadisziperzív analízissel (SEM-EDS) is elvégeztem, a vizsgált területeket a 9. ábra mutatja be.

Az energiadisziperzív analízis során, a karakterisztikus röntgenfotonok energiáját mérjük. A karakterisztikus röntgenfotonok energiája és hullámhossza megadja a vizsgált pontban lévő elemet. A mérés során a

röntgensugárzás áthalad egy félvezető detektoron, ahol a röntgenfotonok becsapódása miatt a félvezető vezetővé válik, áram keletkezik melynek impulzusa arányos az érkező röntgenfoton energiájával. Ezáltal valósul meg a vizsgált elem kvalitatív és kvantitatív elemzése.

A vizsgálat eredményeként egy EDS spektrumot kapunk, amely két tengelyből épül fel. A vízszintes tengelyen található meg a karakterisztikus röntgenfoton energiája. A függőleges tengelyen pedig a röntgenfoton mennyisége látható. Az egyes intenzitáscsúcsok magassága az elem mennyiségével arányos.



10. ábra Első (a) és második (b) terület összetétele

Az 1. terület analíziséből megállapítható, hogy a normál anyagrészek összetételében az alap alkotókon kívül (Al, Fe, O) nem találhatók jelentős mértékű szennyezők (10. a ábra).

A 2. terület összetételéből megállapítható, hogy a feltapadásokat nem a lemezben lévő szennyezők hozták létre, hanem valóban az emulzió és a felületi szennyezettség eredményei (10. b ábra). A lyukak és gyűrődések mellett megfigyelhetők voltak apró sötétebb foltok is az alufólián (11. - 12. ábra)

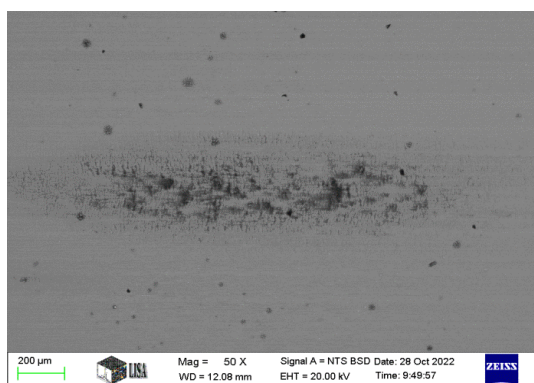


11. ábra Hibahelyek bemutatása a fólián (saját felvétel)

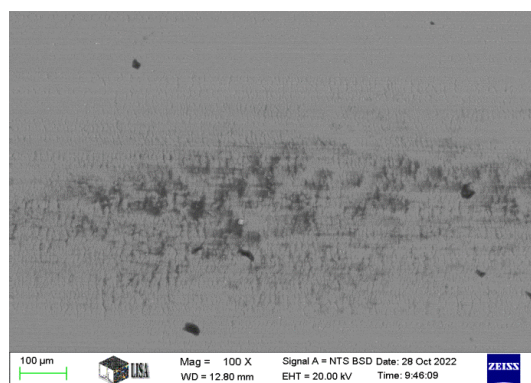


12. ábra A felületen lévő lerakódások jelölése

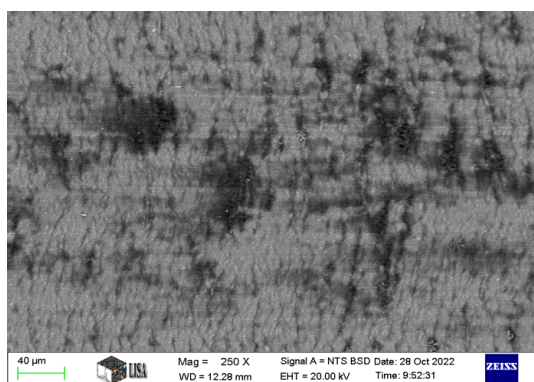
A foltok vizsgálatát az előzőekhez hasonlóan pásztázó elektronmikroszkóppal és energiadiszperzív analízissel végeztem.



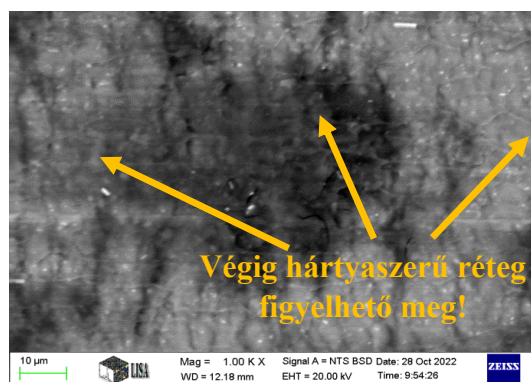
a)



b)

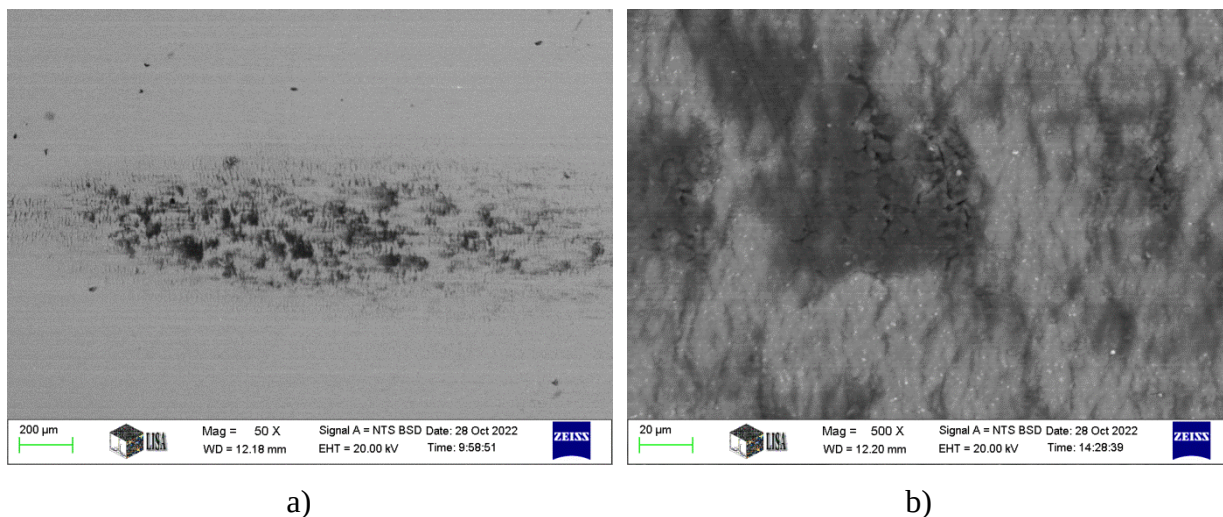


c)

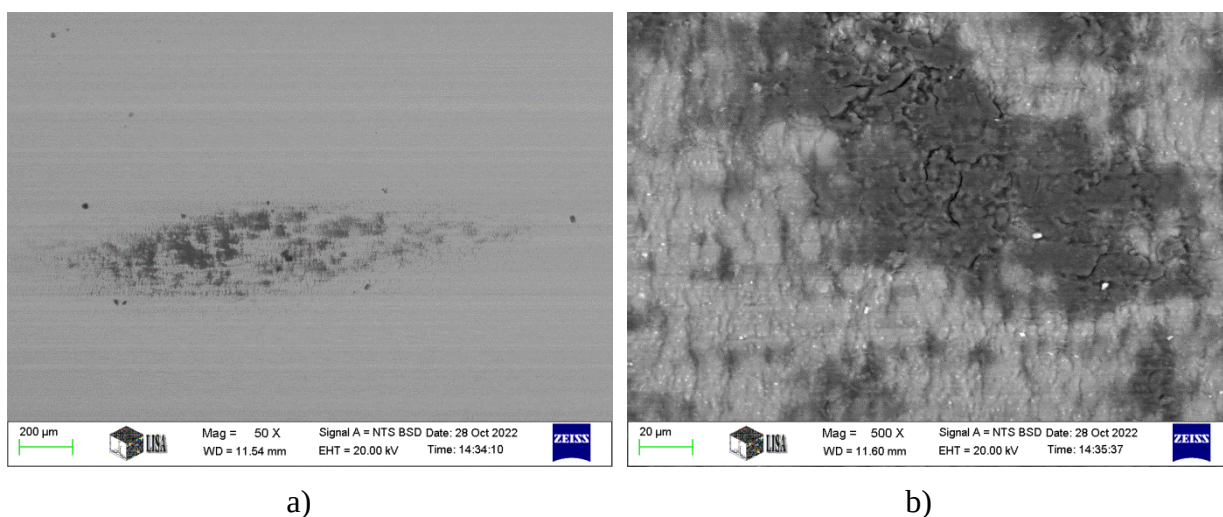


d)

13. ábra Első hiba SEM felvételei



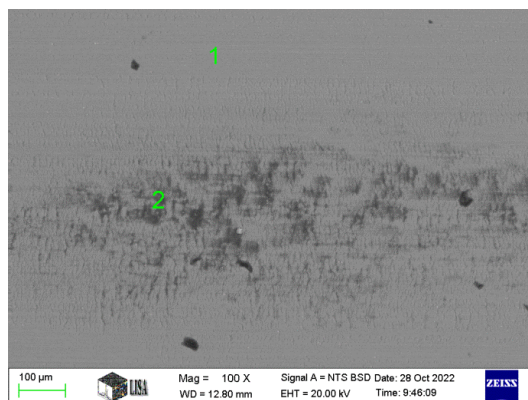
14. ábra Második hiba SEM felvételei



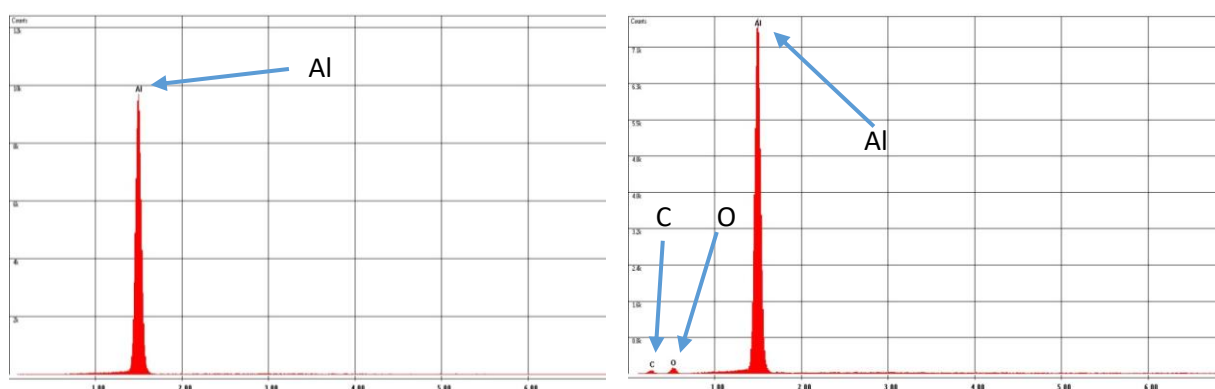
15. ábra Harmadik hiba SEM felvételei

A 13. ábra c) és d) képein megfigyelhető egy hártyszerű réteg, vagyis a fólián egyfajta szuszpenzió hártya alakult ki, amiben a fekete lerakódások a hengerek kenésére használt emulzió maradványai.

A 13. ábra c) képén a foltok környékén jól megfigyelhető, hogy a felület barázdáltabb. A barázdák azért alakultak ki, mert a hengerlés során a lemez elkezdte elérni az alakíthatósági határát. Ezekben a bemélyedésekben könnyebben megtapad a hengerlés során használt emulzió. A további hibahelyeknél ugyanezek a jelenségek figyelhetők meg (14. – 15. ábra). A továbbiakban energiadiszperzív analízis segítségével megvizsgálom a fólia hiba mentes és hibás területei közötti összetételbeli különbségeket (16. - 17. ábra).



16. ábra Első hibahelyen lévő első lerakódás energiádiszperzív analízissel vizsgált területe



Elem	Wt%	At%	Elem	Wt%	At%
Al	100,00%	100,00%	C	8,68	16,97
			O	5,96	8,74
			Al	85,36	74,29

a)

b)

17. ábra Első (a) és második (b) terület összetétele

A vizsgálatból megállapítható, hogy a foltok is a hengerléshez használatos emulzió maradványai.

4.2 A kísérleti munka bemutatása

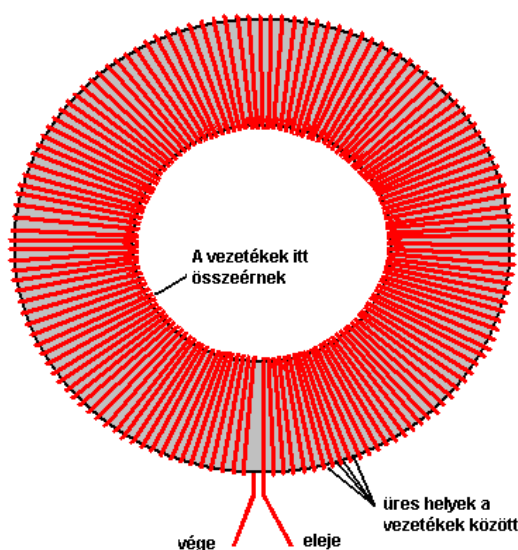
A vizsgálatokhoz szükséges nagy áram előállítása nem bonyolult feladat, azonban a fólia mintán történő átvezetése sok kérdést vet fel főleg a villamos kontaktusok esetén. Így egy speciális befogó-mintatartó kidolgozására volt szükség, ami a fóliát rögzíti és a kontaktellenállást alacsony értéken tartja akár emelt hőmérsékleten is.

Erre a feladatra megfelelő minta tartó-befogót terveztem és egy mérési összeállítást, amiben akár váltó, akár egyenáram átvezethető a fólia mintán. A befogót A4 lapméretű mintákhoz terveztem. Az áramerősséget egy toroid szabályozóval emeltem.

4.2.1 A toroid szabályozó működése

A vizsgálatok során az átfolyó áram szabályozását toroiddal végeztem. Toroidnak nevezzük azt a tórusz alakú tekercset, amelynek mágnesszelepe egy fémmag köré tekert huzalból kialakított elektromágnesből áll (18. ábra). A tekercs mágneses mezőjének erőssége függ a tekercselés mennyiségétől. A toroid tekercs mágneses mezeje a tekercs belső térfogatában ébred, a tekercsen kívüli szórt mágneses tere rendkívül kicsi.

A tekercsen belül a mágneses mező erőssége nem egyenletes. A tekercs belső átmérőjében (ahol sűrűbben helyezkednek el a huzalok) erősebb a mező, míg a külső átmérőnél gyengébb. Az áram szabályozása egy forgó mágnessel oldható meg. Minél mélyebbre hatol a mágnes a tekercsben, annál nagyobb lesz az áramerősség.

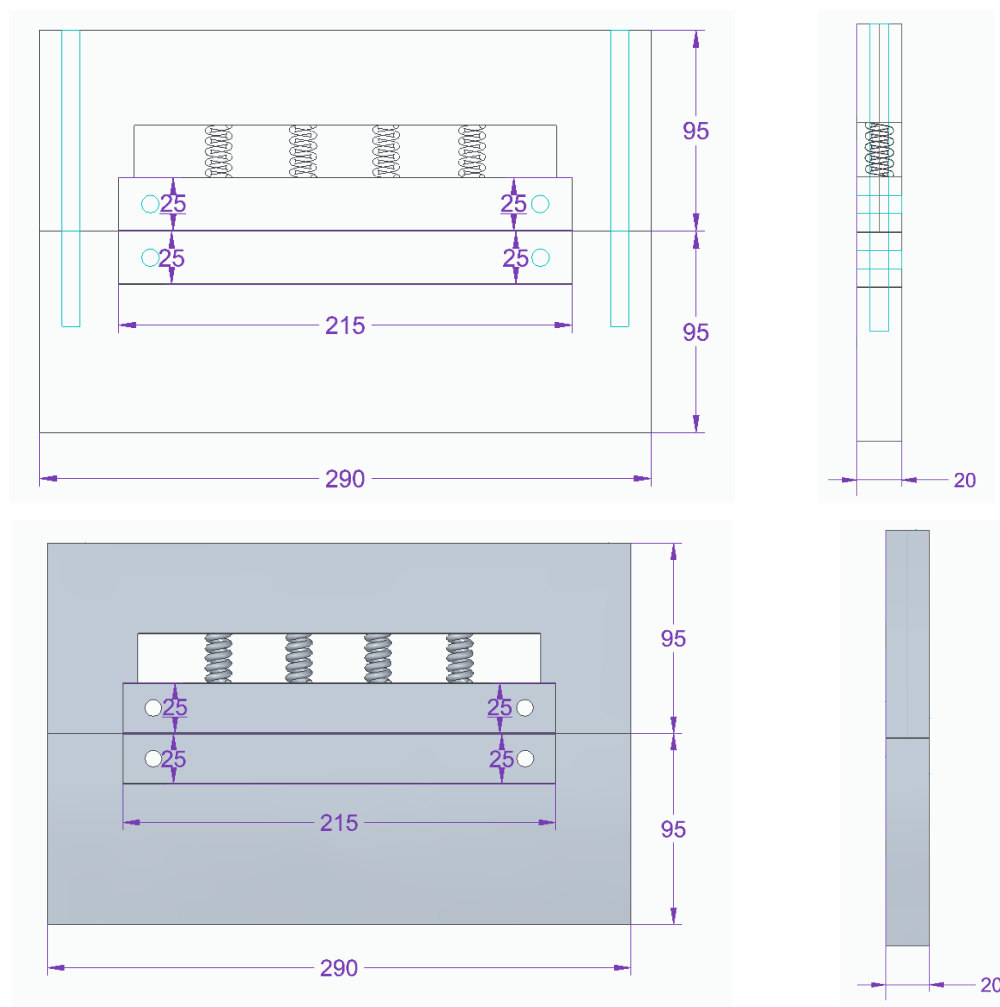


18. ábra Toroid tekercs [21]

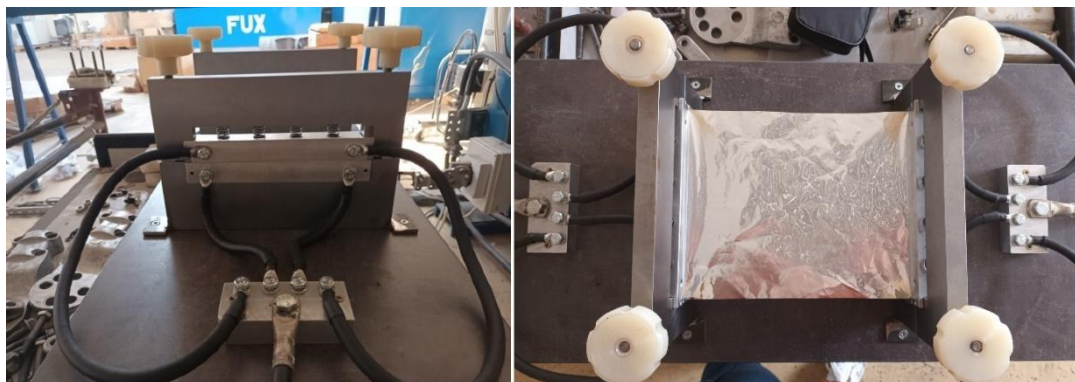
4.2.2 A befogó-mintatartó

A befogó-mintatartó tervezése során az áram egyenletes eloszlását tűztem ki célul. Ennek érdekében a befogókeretet úgy terveztem meg, hogy az alumínium fólia befogását a fólia két végén lévő, alul-felül 1-1 alumínium befogópofával biztosítottam. A minél egyenletesebb

árameloszlás érdekében befogópofáknként 2-2 helyen M10-es csavarokra sarus csatlakozóval rögzítettem az áramforrást. A felső- és alsó szerszámfél rögzítését 2 db M10-es csavarral biztosítottam. Az elektromos áram okozta dilatációt rúgós megtámasztással oldottam meg (19. – 20. ábra).



19. ábra A befogó-mintatartó tervrajza CAD-ben elől- és oldalnézetben (saját ábra)



20. ábra Az elkészült befogó-mintatartó (saját felvétel)

4.2.3 Szakítóvizsgálatok

A vizsgálatok során hamar kiderült, hogy 270A áramerősségnél laboratóriumi körülmények között az átfolyó áram okozta hő hatására az alumínium fólia a befogókeret közelében izzani kezdett, majd elégett. Emiatt a további lágyításokat 240A, 250A és 260A áramterheléssel végeztem el különböző időtartamokig (5 perc, 10 perc, 20 perc). A fóliák hőmérsékleteit előzőleg 2 ponton beállított infra-hőmérővel mértem, melyeket az 1. táblázatban foglaltam össze.

Az eredmények könnyebb értelmezése és összevetése miatt kemencében izoterm hőkezeléseknek is alávettem a fólia mintákat azonos ideig, mint az árammal kezelt mintákat.

1. táblázat Az alkalmazott áramerősségek és a fólián mért maximális hőmérsékletek; A kemence hőmérsékletei

	Árammal kezelt minták		Kemencében kezelt minták
Kezelési időtartamok	Alkalmazott áramerősségek	A mért maximális hőmérsékletek	Kezelési hőmérsékletek
5 perc	240 A	113°C	200°C
10 perc	240 A	114°C	200°C
20 perc	240 A	116°C	200°C
5 perc	250 A	124°C	230°C
10 perc	250 A	135°C	230°C
20 perc	250 A	146°C	230°C
5 perc	260 A	140°C	250°C
10 perc	260 A	153°C	250°C
20 perc	260 A	142°C	250°C

Az átfolyó árammal, illetve a kemencében kezelt alufóliákból szakító próbatesteket készítettem, majd szakítóvizsgálatokat végeztem. A vizsgálatokhoz egy kis terhelő erejű *Deben CT5000RT* típusú szakító berendezést használtam, melynek erőmérő cellája 1060 N mérésére kalibrált és maximum 1000N mérésére alkalmas (21. ábra).

A vizsgálat során csak az alsó szerszámfél mozog, ezért a felső szerszámfelet állványozni kell. Ez megnehezíti a minta egyenes befogását. Ha nem egyenesen fogjuk be a mintát akkor

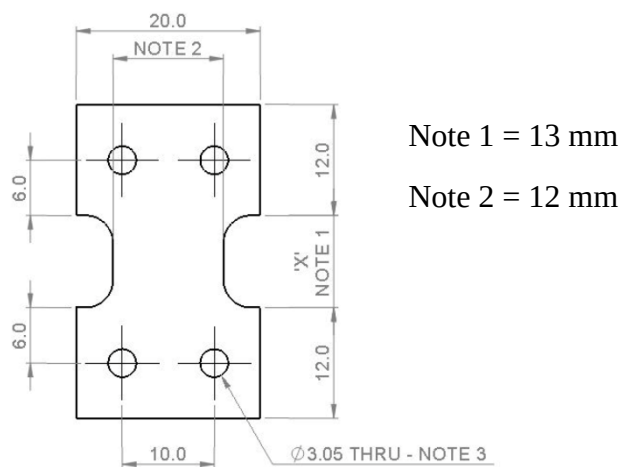
nem valósul meg az egytengelyű igénybevétel. A gyártó által ajánlott szakítótest geometriát a 22. ábra mutatja be.



21. ábra Deben CT5000RT in-situ vizsgálatra alkalmas anyagvizsgáló berendezés (saját felvétel)

A vizsgálatokat a lehető legkisebb húzási sebességgel végeztem (0,1 mm/min). Így a lassú alakváltozás miatt több idő áll a rendelkezésre, hogy a szemcsék szépen be tudnak állni az alakítás irányába, emiatt a nyúlás is maximalizálódik.

A próbatestek szakítógépbe helyezése különös körütekintést, és nagy óvatosságot igénylő feladat, hiszen akár néhány N terhelő erő hatására is képesek elszakadni. A szakítómintákat minden esetben az áramiránnyal megegyezően és a hengerlési irányra merőlegesen vettem fel. Először a hidegen hengerelt fűliák (kiinduló állapot) vizsgálatát végeztem el (23. ábra).

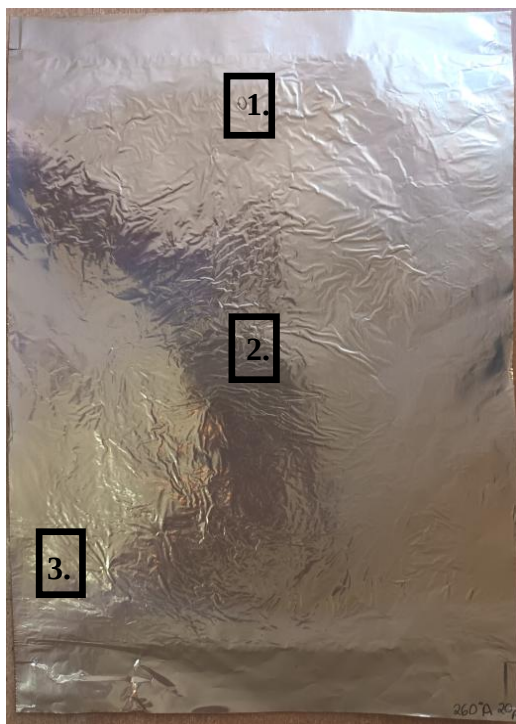


22. ábra A szabványos próbatest méretei (A Deben CT5000RT berendezés kézikönyve alapján)

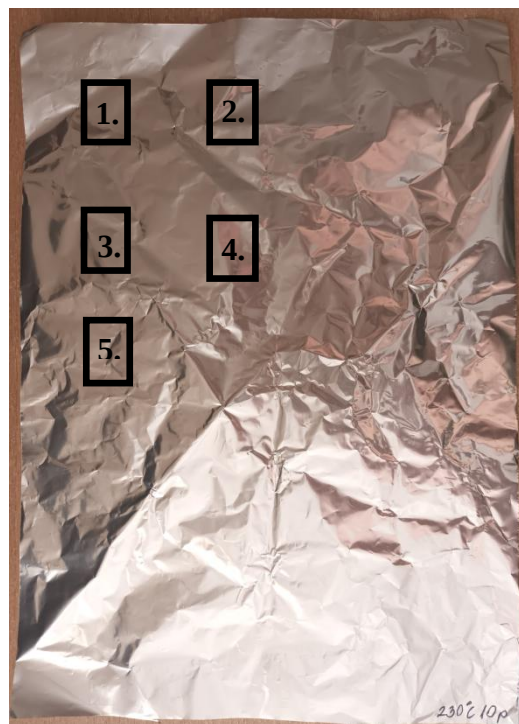


23. ábra Kiinduló állapotú szakító próbatestek (saját felvétel)

Az átfolyó árammal és a kemencében kezelt fóliák esetében a mintavétel minden esetben a következő helyekről történt (24. ábra):



a)



b)

24. ábra Átfolyó árammal (a) és kemencében kezelt (b) alumínium fóliák mintavételi helyei (saját felvétel)

Mivel a kemencében lágyított alufóliáknál nem volt jelentős hőmérséklet gradiens megfigyelhető, így ezeknél a mintáknál a mintavételt egymáshoz közeli helyekről végeztem. Mivel a próbatest szakítógépbe helyezése precizitást és pontosságot igénylő feladat, így az esetleges hibázási lehetőségeket figyelembe véve a szükségesnél több próbatestet készítettem (25. ábra).



25. ábra a) Átfolyó árral kezelt fóliák szakító próbatestei; b) Kemencében kezelt fóliák szakító próbatestei (saját felvétel)

5 Vizsgálati eredmények

A következőkben a szakítógörbékől levonható következtetéseket csak néhány diagramon mutatom be. A további szakítógörbék a *Mellékletben* találhatóak meg.

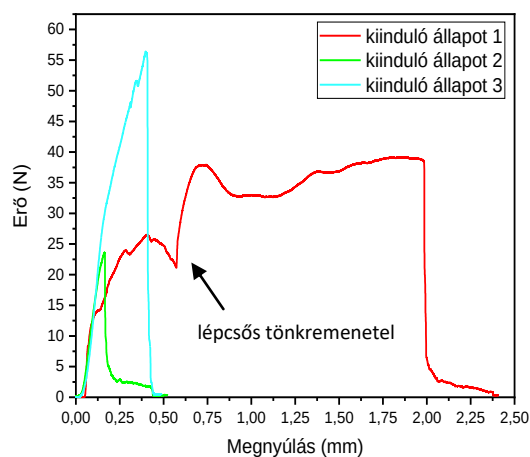
A szakítóvizsgálatok eredményeiből megállapítható, hogy a rugalmas szakasz vélhetően erősen függ a vizsgálat, jelen esetben a megfogás körülményeitől.

A kiinduló állapotú alumínium fóliák szakítóvizsgálat eredményei jelentős eltéréseket mutatnak a szakítóerő és a megnyúlás tekintetében is (2. táblázat).

2. táblázat Kiinduló állapotú minták szakítóerői és átlaguk

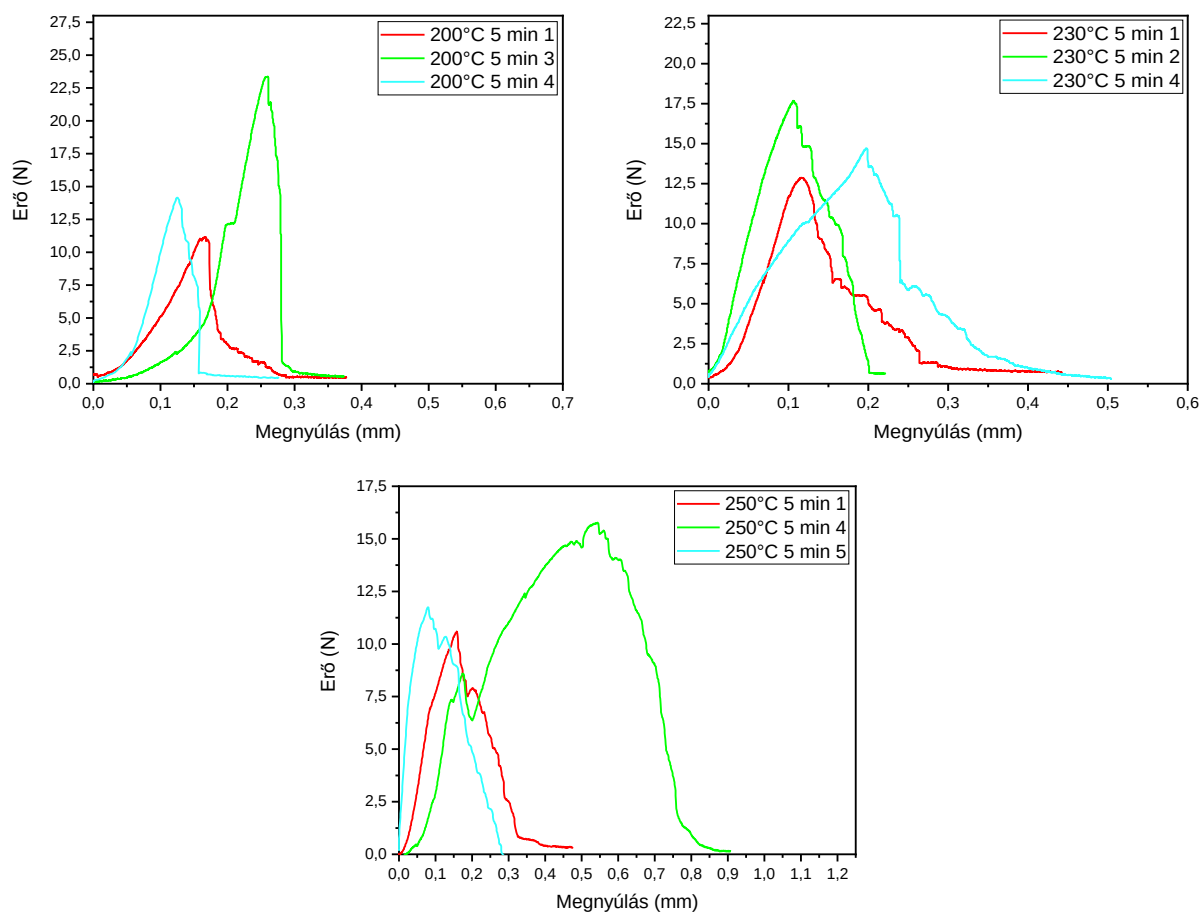
Kiinduló állapot 1	39,19 N
Kiinduló állapot 2	23,59 N
Kiinduló állapot 3	56,38 N
Átlag	39,72 N

A tönkremenetel számos esetben lépcsősen megy végbe, ez látható a szakítódiagramokon és az elszakított próbatesteken is. Ilyen lépcsős tönkremenetel látható a 26. ábrán.



26. ábra Kiinduló állapotú minták szakítógörbéi

5.1 Kemencében lágyított minták szakítógörbéi

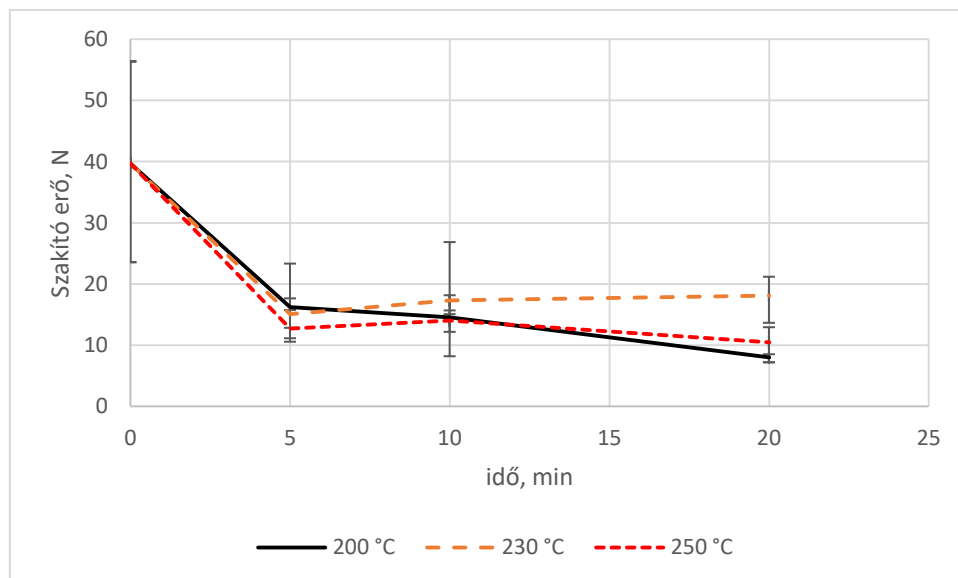


27. ábra Különböző hőmérsékleteken, azonos időig kezelt minták szakítógörbéi

3. táblázat Átlagos szakítóerők adott időközön és hőmérsékleteken

	5 perc	10 perc	20 perc
200°C	16,23 N	14,56 N	8,01 N
230°C	15,09 N	17,30 N	18,12 N
250°C	12,70 N	14,01 N	10,45 N

A kemencében lágyított próbatestek görbéin (27. ábra) megfigyelhetők a szakítóerők jelentős változásai (3. táblázat). A következő ábra (28. ábra) a szakítóerő változását mutatja be az idő függvényében.



28. ábra A kemencében kezelt fóliák szakítóerőinek változása az idő függvényében

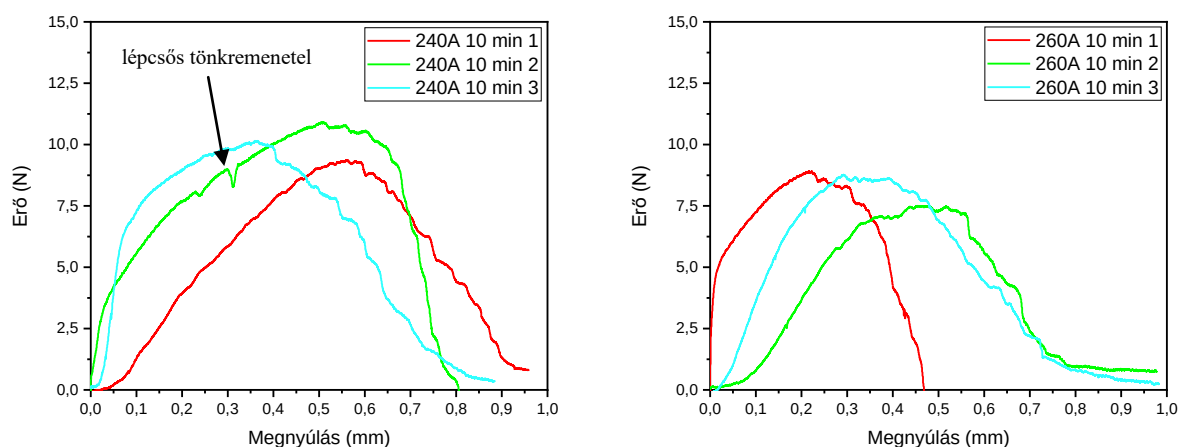
5.2 Befogókeretben kezelt minták szakítógörbéi

A szakítóvizsgálatok eredményeiből megállapítható, hogy a kiinduló állapothoz képest az átfolyó árammal kezelt alumínium fóliáknál jelentős szakítóerő csökkenés történt, ami a sikeres lágyításra utal. Ez látható a 4. táblázaton is.

4. táblázat Átlagos szakítóerők adott időközön és áramerősségeken

	5 perc	10 perc	20 perc
240 A	10,15 N	10,15 N	10,29 N
250 A	10,97 N	10,71 N	10,14 N
260 A	11,19 N	8,40 N	11,06 N

A szakítógörbéken látszik, hogy az alkalmazott áramerősségeken a fólia már 5 perc hőkezelés után kilágyult. Így a további időtartamokig való kezelés jelentősen nem befolyásolta a lágyulás mértékét.



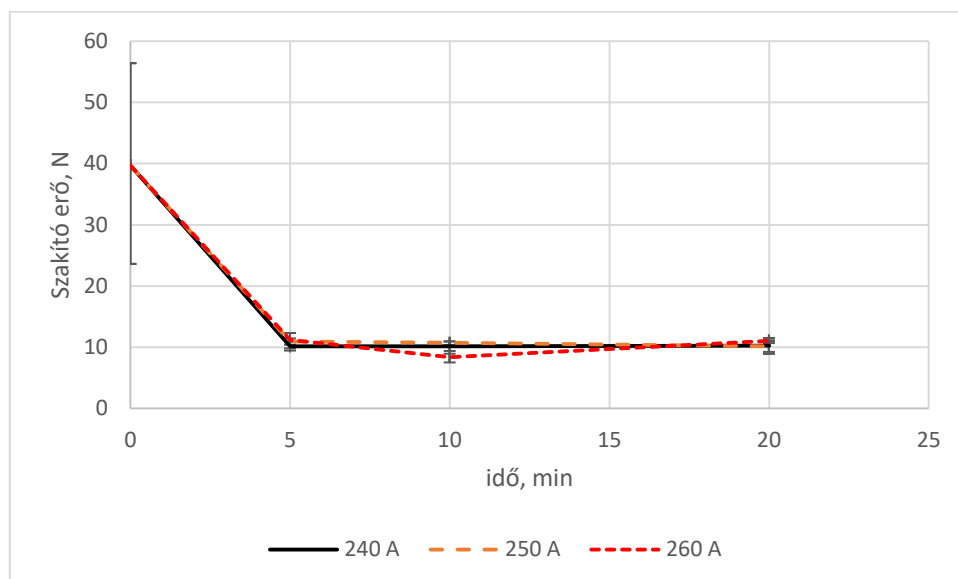
29. ábra Azonos időig kezelt befogókeretes minták

A 29. ábrán megfigyelhető, hogy a legtöbb esetben nem határolódnak el egymástól a diagram nevezetes szakaszai. Erre legjobb példaként szolgál a 240 A-on 10 percig kezelt fólia 1-próbatestének görbéje. Egyes görbéken látható, hogy a húzóerő hirtelen lecsökken, majd tovább emelkedik. Ezt a folyamatot nevezzük lépcsős tönkremenetelnek. Ilyen módon tönkrement próbatestet mutat be a 30 ábra.



30. ábra A lépcsős tönkremenetel látható az elszakított próbatesteken is (saját felvétel)

A 31. ábra az átlagos szakítóerők idő szerinti változását mutatja be az árammal átjárt szakító próbatestek esetén.



31. ábra A befogókeretben kezelt fóliák szakítóerőinek változása az idő függvényében

6 Összefoglaló

A kutatómunkám során megvizsgáltam azokat a lehetséges hibaokokat, amelyek nehezíteni tudják az alumínium fólia gyártását. Megállapítottam, hogy a hengerekre feltapadó/ráégő emulzió képes a lemezterméket mind esztétikai (elszíneződés) mind pedig funkcionális (szakadások) szempontból tönkre tenni, így az ilyen vékony termékek előállításánál a hengerléshez használt emulzióra, illetve a hengerek palástfelületének tisztaságára különös gondot kell fordítani.

Az eredményeim összehasonlíthatósága miatt először hagyományos módon, kemencében végeztem el az alumínium fóliák lágyítását, 200°C, 230°C és 260°C hőmérsékleteken, 5, 10 majd végül 20 percig. Az árammal átjárt fóliák vizsgálatához befogószerszámot terveztem, és készítettem, amelynek segítségével az áramos kezeléseket sikeresen végrehajtottam. A 270A áramerősséggel kezelt minta csupán néhány perc alatt elégett, azonban a 240A, 250A és 260A áramerősséggel kezelt minták a maximális 20 perces időkeretet is kibírták.

A szakítóvizsgálatok során jelentős szórást tapasztaltam a szakadási erőknél, amelynek oka komplex; a befogási körülmények alapvetően határozzák meg a fólia viselkedését, azonban a fólia vastagsága miatt már a szemcseméret, azok orientációja, valamint az egyes csúszási rendszerek aktivitása is jelentős bizonytalanságot tud okozni (lépcsős tönkremenetel). A kemencében kezelt minták esetén ez a szórás sokkal szembetűnőbb, míg az árammal kezelt minták esetén a szórás értéke kisebb, továbbá a szakadási nyúlásokból megállapítható, hogy bár a kemencés minták elméleti hőterhelése nagyobb volt, azonban mégis az árammal kezelt minták esetén figyelhető meg egyértelműen a lágyulás jelensége.

Köszönetnyilvánítás

Ezúton szeretnék köszönetet mondani *Dr. Barkóczy Péternek*, a befogókeret fizikai megvalósításában tett nagy segítségéért, illetve a kemencés és áramos vizsgálatok kivitelezésében való segítségéért.

Köszönettel tartozom továbbá a *LOTTE ALUMINIUM Hungary Kft.*-nek, akik munkája nélkül a dolgozatom nem jöhetett volna létre.

Szeretnék köszönetet mondani *Kovács Árpádnak* a pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálatoknál nyújtott segítségéért.

További kutatási tervek

A további kutatási terveim között szerepel, hogy röntgendiffrakciós vizsgáló technikák segítségével jobban megértsem a kemencében hőkezelt és az árammal átjárt fóliák közötti különbséget. Továbbá mivel már 5 perc is elég volt a 240 A áramerősséggel kezelt fólia teljes kilágyulásához, így kisebb áramerősségeken is megismétlem majd a vizsgálatot, hogy a lágyulást annak folyamata közben tudjam tanulmányozni.

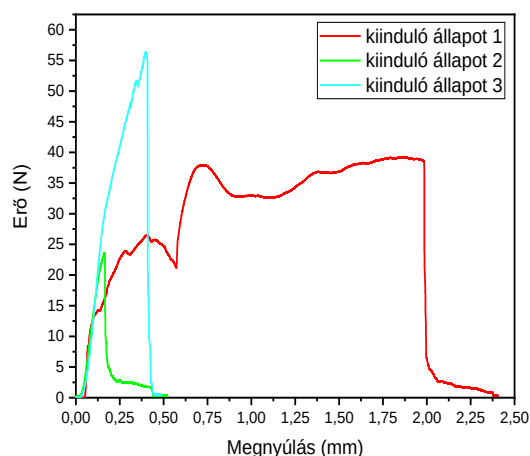
Irodalomjegyzék

- [1] I. Polmear, *Light Alloys: From Traditional Alloys to Nanocrystals*, 4. kiad. 2006.
[Online]. Elérhető:
<https://books.google.hu/books?id=td0jD4it63cC&lpg=PP1&hl=hu&pg=PA33#v=onepage&q&f=false>
- [2] R. Chadha, *Crystal Forms of Anti-Hiv Drugs Role of Recrystallization*. s.l.: IntechOpen, 2012.
- [3] *Recrystallization in Materials Processing*. InTech, 2015.
- [4] W.-Y. Li, C. Zhang, X. P. Guo, G. Zhang, C. Coddet, és H. L. Liao, „Deposition characteristics of Al–12Si alloy coating fabricated by cold spraying with relatively large powder particles”, *J. Alloys Compd.*, köt. 859, o. 157752, ápr. 2021, doi: 10.1016/j.jallcom.2020.157752.
- [5] R. Lumley, „Fundamentals of metallurgy of aluminium alloys”. 2011.
- [6] Z. Yuan, Y. Tu, T. Yuan, Y. Zhang, és Y. Huang, „Size effects on mechanical properties of pure industrial aluminum sheet for micro/meso scale plastic deformation: Experiment and modeling”, *J. Alloys Compd.*, köt. 859, o. 157752, ápr. 2021, doi: 10.1016/j.jallcom.2020.157752.
- [7] O. Keles és M. Dundar, „Aluminum foil: Its typical quality problems and their causes”, *J. Mater. Process. Technol.*, köt. 186, sz. 1, o. 125–137, máj. 2007, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2006.12.027.
- [8] X. Zhang és mtsai., „Element segregation on the surfaces of pure aluminum foils”, *Appl. Surf. Sci.*, köt. 256, sz. 23, o. 7300–7304, szept. 2010, doi: 10.1016/j.apsusc.2010.05.067.
- [9] K. Suzuki, Y. Matsuki, K. Masaki, M. Sato, és M. Kuroda, „Tensile and microbend tests of pure aluminum foils with different thicknesses”, *Mater. Sci. Eng. A*, köt. 513–514, o. 77–82, júl. 2009, doi: 10.1016/j.msea.2009.01.045.
- [10] M. Song, X. Liu, X. Liu, és L. Liu, „Ultrafine microstructure and texture evolution of aluminum foil by asymmetric rolling”, *J. Cent. South Univ.*, köt. 24, sz. 12, o. 2783–2792, dec. 2017, doi: 10.1007/s11771-017-3692-5.
- [11] Z. Yang és mtsai., „High power density & energy density Li-ion battery with aluminum foam enhanced electrode: Fabrication and simulation”, *J. Power Sources*, köt. 524, o. 230977, márc. 2022, doi: 10.1016/j.jpowsour.2022.230977.
- [12] V. Pozzobon, W. Levasseur, K.-V. Do, B. Palpant, és P. Perré, „Household aluminum foil matte and bright side reflectivity measurements: Application to a photobioreactor light concentrator design”, *Biotechnol. Rep.*, köt. 25, o. e00399, márc. 2020, doi: 10.1016/j.btre.2019.e00399.
- [13] G. E. Totten és D. S. MacKenzie, Szerk., *Handbook of aluminum*, 1. kiad. New York ; Basel: M. Dekker, 2003.
- [14] „Annealing of Aluminum and Aluminum Alloys”, 2006.
<https://www.totalmateria.com/page.aspx?ID=CheckArticle&site=ktn&LN=EN&NM=139>
- [15] G. E. Totten és D. S. MacKenzie, *Handbook of aluminium*, 2. kiad. New York ; Basel: M. Dekker.
- [16] Humphreys és Hatherly, *Recrystallization and related phenomena*, 2. kiad. 2004.

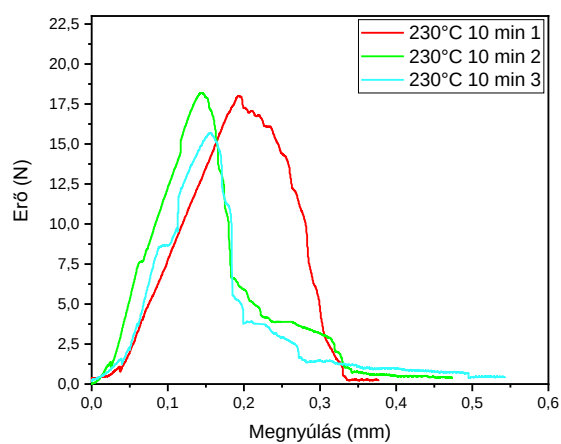
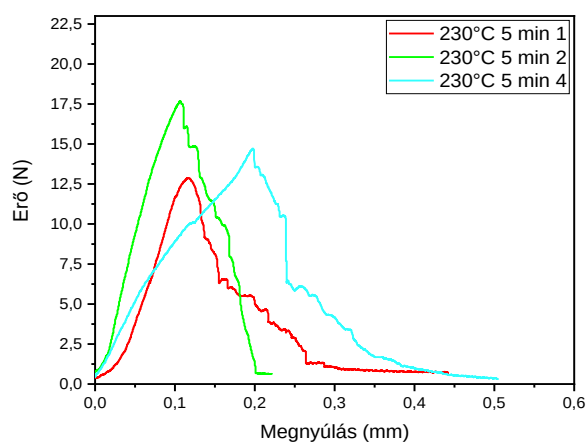
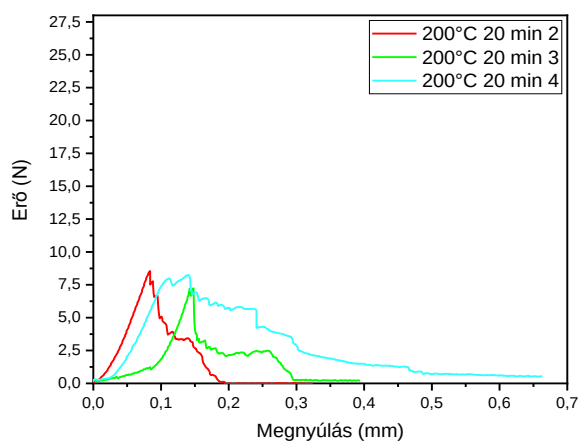
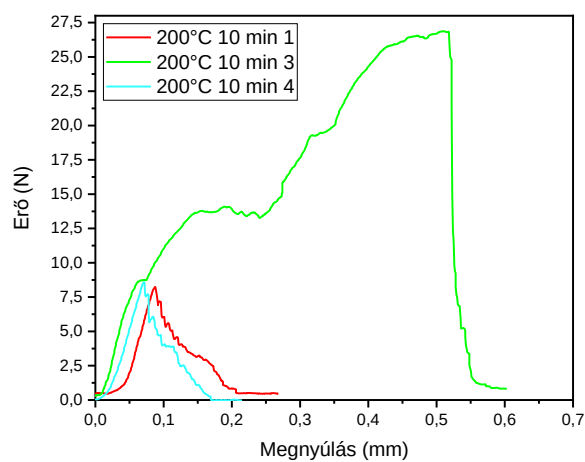
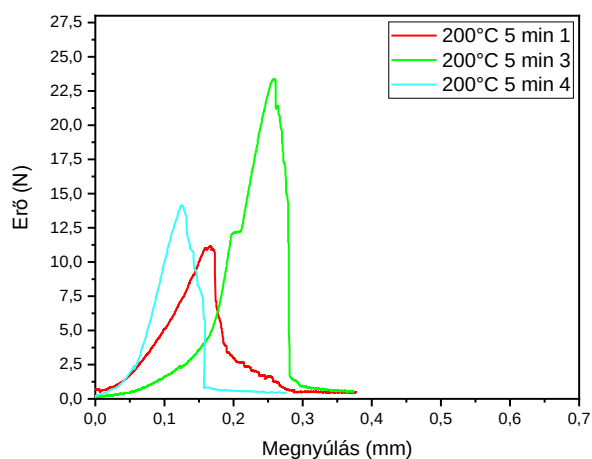
- [17] J. E. Hatch, *Aluminum: Properties and Physical Metallurgy*. [Online]. Elérhető: <https://books.google.hu/books?id=gDsNcDzuiNAC&lpg=PP1&hl=hu&pg=PP1#v=onepage&q&f=false>
- [18] „Alumínium és alumíniumötvözetek lágyítása”.
<https://www.totalmateria.com/page.aspx?ID=CheckArticle&site=ktn&NM=139>
- [19] L. D. Pop, „Research on the Optimal Regime of Recrystallization in 1050 Aluminium Alloy”, *Procedia Manuf.*, köt. 32, o. 4–7, 2019, doi: 10.1016/j.promfg.2019.02.175.
- [20] R. Králík, B. Křivská, L. Bajtošová, M. Šlapáková, és M. Cieslar, „Homogenization of twin-roll cast AA8079 aluminum alloy studied by in-situ TEM”, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, köt. 32, sz. 7, o. 2138–2149, júl. 2022, doi: 10.1016/S1003-6326(22)65936-3.
- [21] „A toroid transzformátor tekercselése”.
<http://www.vems.hu/freenenergy/pajert/index.htm?FoAblak=../pajert61/BBtoroid.html>

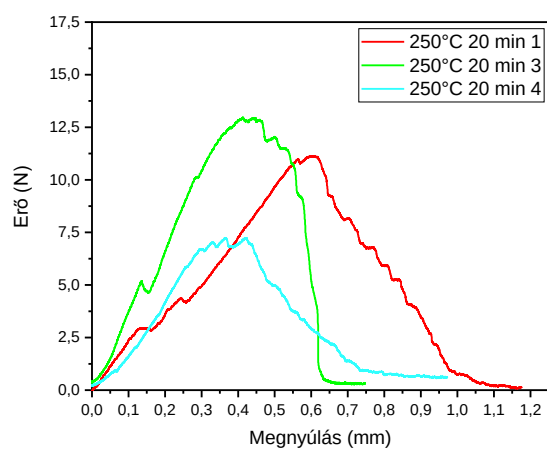
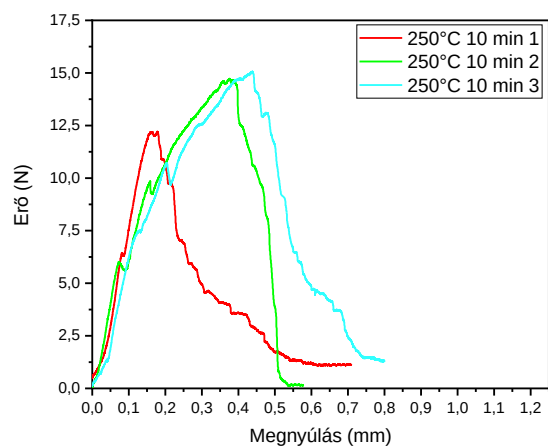
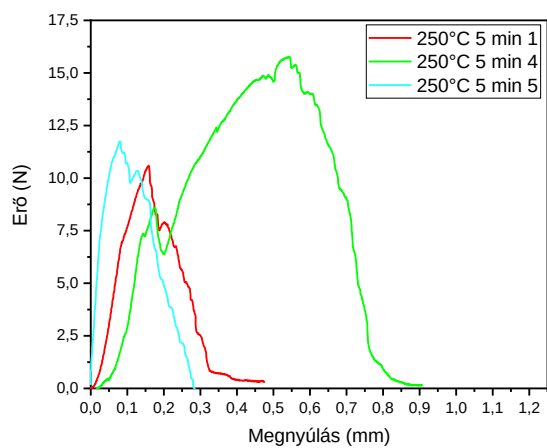
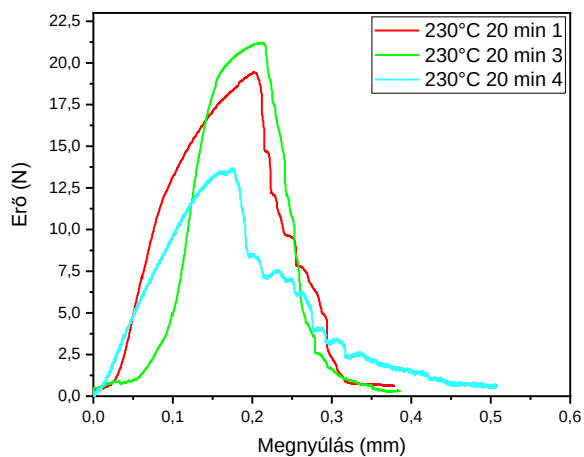
Melléklet

Kiinduló állapotú minták szakítógörbéi



Kemencében lágyított minták szakítógörbéi





Befogókeretben kezelt minták szakítógörbéi

