

Miskolci Egyetem

Anyag és Vegyészmérnöki Kar

Tudományos Diákköri Tanács



Tudományos Diákköri Dolgozat

Nyírószilárdság meghatározó eljárás fejlesztése

Készítette: Sziklai Benedek

BSc-s hallgató,

Fémteni, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézet

Konzulensek: **Prof. Dr. Mertinger Valéria**, egyetemi tanár, ME-FKNI
Sepsi Máté, tudományos segédmunkatárs, ME-FKNI

Miskolc,
2024

Tartalomjegyzék

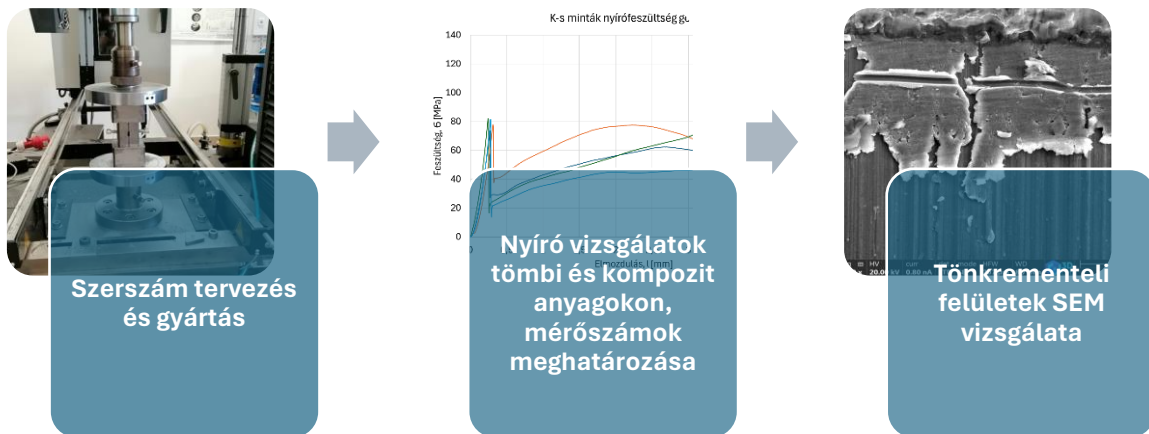
1.	Bevezetés	3
2.	Irodalmi áttekintés	4
2.1.	Kompozitok közötti kötések kialakulása	4
2.2.	Réteges szerkezetek kötési szilárdságát jellemző módszerek	5
3.	Vizsgálati módszer- és eszközfejlesztés	8
3.1.	A szerszám bemutatása	8
3.2.	Kísérletek bemutatása	10
4.	Vizsgálati eredmények	13
4.1.	Nyíróvizsgálat eredményei	13
5.	Pásztázó elektronmikroszkópos eredmények	17
6.	Összefoglalás, további tervek	29
7.	Köszönetnyilvánítás	30
8.	Irodalmi hivatkozások	30
9.	Melléklet	30

1. Bevezetés

Jelen TDK dolgozatom szorosan kapcsolódik ahhoz a kutatómunkához, amit az előző évben kezdtem el. A Fémteni Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézetben zajló lemezes kompozit szupravezető fejlesztésébe kapcsolódtam be. A kompozitban a rétegvastagság a 10 μm , míg a teljes lemezvastagság a néhány mm vastagság nagyságrendjébe esik. A kutatómunkám során a lemezes kompozit NbTi rétegeiben hőkezeléssel kiválásokat hoztam létre, és azt vizsgáltam, hogy az előzetes hidegalakítás hogyan befolyásolja a kiválási folyamatokat. A hidegalakításnak kétféle módját, a hengerlést és egy nagyon különleges intenzív képlékenyalakítási módszert, a FALEP (Friction Assisted Lateral Extrusion Process) eljárást alkalmaztam. A FALEP eljárásról bebizonyosodott, hogy egy lépésben is nagyon nagy alakváltozást tud hidegen is létrehozni és alkalmas a réteges szerkezet kialakítására is.

Ahogy a társított anyagok esetében szinte minden alkalommal a lemezes kompozitok esetén is felmerül az a gyakori kérdés, hogy milyen az egyes rétegek közötti kapcsolat ereje? Mivel a FALEP eljárással létrehozott minták geometriai mérete erősen korlátolt, a miskolci eszköz maximális szélessége 20 mm, illetve a fejlesztendő kompozit alapanyaga (NbTi, Cu) rendkívül drága, a konvencionális anyagvizsgálati eljárásokat nem lehet alkalmazni. Ezért felmerült az igény egy megbízható, reprodukálható, hiteles minősítési eljárásra, amely a fenti geometriai körülményekre jellemző általános lemezes kompozitok vizsgálatára is alkalmas lehet, lehetőleg kevés vizsgálati minta igényvel.

Jelen kutatómunkám egy ilyen eszköznek, illetve módszernek a kidolgozásáról szól. A TDK dolgozatomban bemutatom a szerszám jellemzőit, gépészeti rajzát, az elkészült szerszámmal végzett tesztvizsgálatok eredményét, illetve a próbatestek tönkremeneteli képének pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálatát. A munka folyamatát az 1. ábra mutatja.

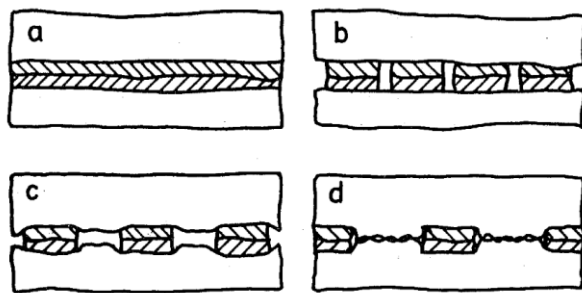


1. ábra A kutatómunka folyamata

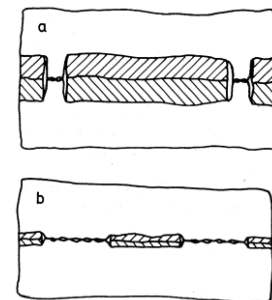
2. Irodalmi áttekintés

2.1. Kompozitok közötti kötések kialakulása

Fémes, lemezes kompozitok előállításának a célja sokféle lehet, de nagyon gyakori a szilárdság növelése. Ebben az esetben a kompozit folyási szilárdsága arányos az egyedi rétegek vastagságával és a Hall Petch összefüggés is érvényes 50 nm rétegvastagság felett az $-\frac{1}{2}$ -es exponenssel. Hoagland [1] munkájában megmutatta, hogy a határfelületeket alkotó fémek kristályszerkezete, azok kristálytani orientációja mind hatással van a kötés erősségére. A kristályszerkezet azonossága vagy különbözősége meghatározza, hogy a határfelület koherens vagy inkoherens. Az utóbbi eset pedig jelentősen képes ellenállni a diszlokációs keresztcsúszásnak. Munkássága arra nem tér ki, hogy milyen feltételek kellenek, hogy ilyen határviszonyok alakuljanak ki. Bay [2] viszont makroszkópikus skálán közelítette meg ezt a problémát. Mohamed [3] már 1975-ös munkájában megmutatta, hogy alumínium és fémes ötvözetek esetében a felületi oxid réteg kritikus a rétegek közötti kötés kialakulásában képlékeny alakítás hatására. Megjegyzem, hogy ez a probléma nem csak lemezes kompozitok előállításakor de dörzshegesztés és egyéb hideghegesztési eljárásoknál még mai napig nem megoldott [4]. A 2. ábra mutatja az alakítás előrehaladtával a kötés kialakulásának folyamatát. A 3. ábra pedig a fémes kötés kiterjedésének, mint a kötés erősségének a geometriai feltételeit mutatja kicsi ill. nagy felületi kiterjedés esetén. A kétféle esetre mechanikai modellt állított fel a kötés erősségének becslésére. Arról nem szól a kutatás, hogy hogyan tudnánk alakítás közben a felületi kiterjedést meghatározni. Mert ha alakítás közben nem tudjuk milyen a felületi kiterjedés akkor sajnos a kötés erősségét sem tudjuk meghatározni.



2. ábra Felületi alumínium-oxid (sraffozott rész) szerepe a képlékenyalakítás közbeni kötés kialakulásában a) nincs képlékenyalakváltozás, a felületi réteg érintetlen, b) a kis alakváltozás hatására a határfelületek feltöredeznek c) az alapfém kezd benyomódni a feltöredezett rétegek közé d) kialakul a valódi kötés a két fémes réteg között [2]



3. ábra A fémes kötés erőssége a) kicsi felületi kapcsolódás b) nagy felületi kapcsolódás [2]

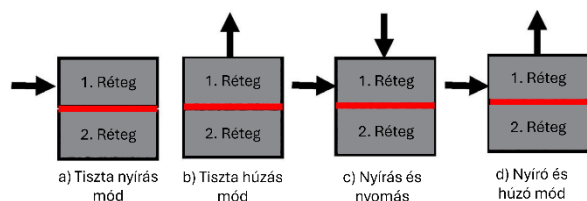
A későbbi kutatásaink szempontjából nagyon fontos eredményeket közölt Sheng [5] aki Al/Cu bimetál kompozit határfelületének viselkedését tanulmányozta. Mechanikusan érdesített felületű lemezeket hidegen hengerelt, majd különböző ideig hőkezelt. Az így kialakult kötés erősségét lefejtő eljárással (lásd következő fejezet) vizsgálta. Megállapította, hogy a hőkezelés az intermetallikus fázisok megjelenéséig kifejezetten javította a kötés erősségét a keresztdiffúzióknak köszönhetően. Amikor az intermetallikus fázisok megjelennek akkor az a határfelületek olyan mértékű inkoherenciájával jár, ami drasztikusan lerontja a kötés erősségét. Zhang és munkatársai viszont ellentétes eredményre jutottak Al/Ti halmozódó hengerlésénél. A hőkezelés hatására felületen meginduló keresztdiffúzió során képződő Al_3Ti vegyület megjelenése javította a kötési szilárdságot, amit ők szakítóvizsgálattal jellemeztek.

Ebből a néhány példából is kitűnik, hogy a kötés kialakulása nem egy egzakt folyamat és nem egy egzakt állapot. Ebből adódik, hogy négy elmélet is elterjedt [6]: az energiagát-, a film, az újrakristályosodási és a diffúziós kötési elmélet. Az energia gát elmélet szerint még abban az esetben sem alakul ki a kötés, ha a tiszta felületek az alakítóerő hatására lépnek kapcsolatba, a kötés előfeltétele az energiagát legyőzése. A tapadást, legalább három változó mennyiség befolyásolja egyszerre: nyomás, alakváltozás és hőmérséklet. Az újrakristályosodási elmélet szerint az újrakristályosodásnak végbe kell mennie a kötés kialakulásához. A diffúziós elmélet szerint a keresztidiffúciónak kell megindulnia a tapadás elsődleges feltételeként. A filmelmélet szerint a kötés akkor alakul ki, ha a nagy nyomás hatására az oxidfilm feltöredezik és a fémtiszta felületek szorosan érintkeznek egymással.

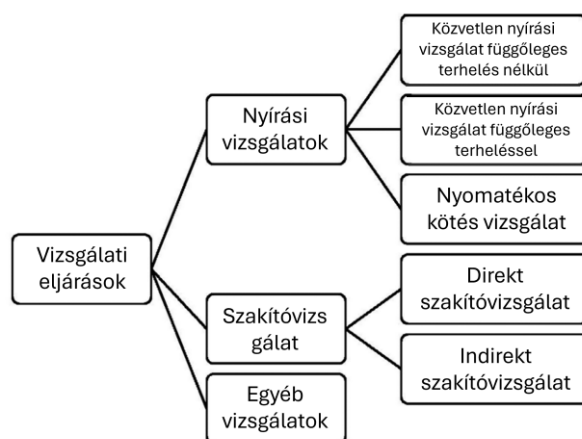
2.2. Réteges szerkezetek kötési szilárdságát jellemző módszerek

Réteges szerkezetek esetében mindig nagyon fontos a rétegek közötti kapcsolat erősségének jellemzése, mivel szinte biztosan ez a kapcsolat gyengébb, mint a tömbi anyagra jellemző szilárdság, ezért minden méretezési problémánál erre az anyagjellemzőre van szükség. A természetben és a mesterségesen előállított réteges szerkezetek rendkívül sokfélék lehetnek ezért nagyon nehéz jól standardizálható vizsgálatait eljárást kidolgozni. Nehézséget okoz a rétegek méretének, számának sokfélesége és magának a kötési szilárdságnak a széles nagyságrendje is.

Még a gyakorlati életben gyakran előforduló réteges szerkezetek vizsgálata sem sikerült általánosan használható módszert kidolgozni. Nagyon jó példa erre a közlekedési utak réteges szerkezete közti kötések vizsgálata. Rahman és munkatársai összefoglaló cikkükbe [7] négyféle alapvető terhelési körülményt különböztetnek meg: tiszta nyírás, tiszta húzás, nyírás és nyomás, nyírás és húzás (4. ábra). Majd ebből kiindulva a 5. ábra szerinti vizsgálati eljárásokat különböztetnek meg. A probléma bonyolultságát mutatja, hogy csak a nyírási módszerekre 11 féle módszer létezik. És ez csak a közlekedési utak vizsgálatáról szól, ami egy egyszerű állandó geometriai viszonyokat jelentő kompozit.

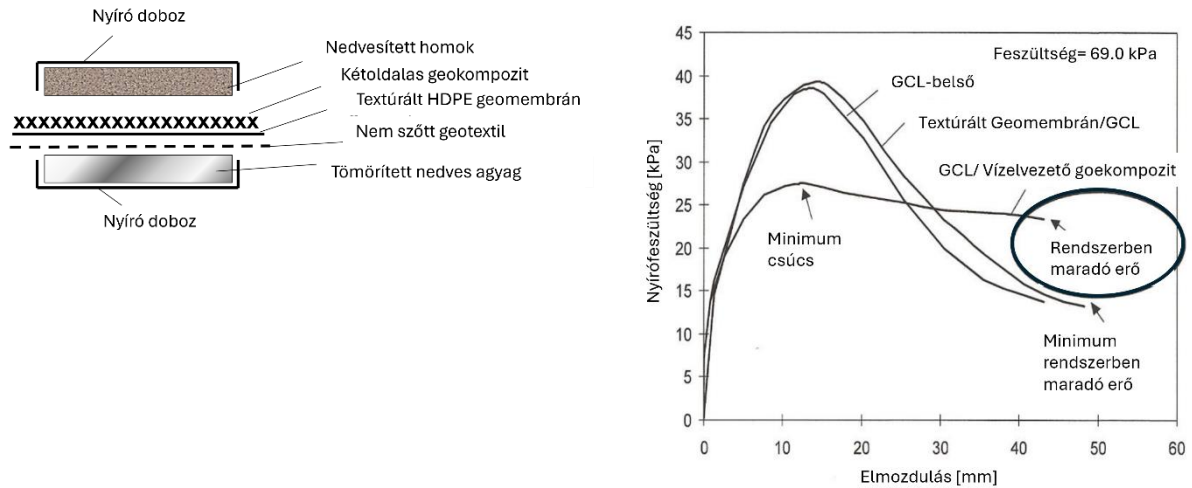


4. ábra Közlekedési utak terhelési körülményei [7]



5. ábra Közlekedési utak határfelületei közötti kötés erősségének vizsgálati módjai [7]

A nyíró igénybevétel kiemelten fontos közetrétegek mozgása során is, ezért a geológusok is kidolgoztak nyírási igénybevételen alapuló eljárást, egy- illetve többhatárfelületű rendszerek vizsgálatára [8]. Az utóbbira mutat példát a 6. ábra, ahol is a különböző rétegekből álló részeket egymáson elcsúszni képes keretbe kényszerítették. A vizsgálat eredményeként kapott görbe sereg is jól mutatja, hogy milyen nehéz a komplex információt szétválasztani.

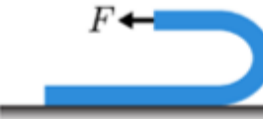
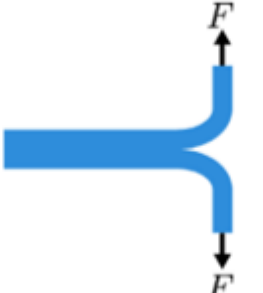
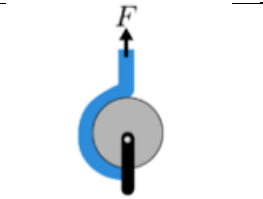


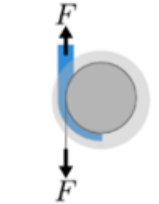
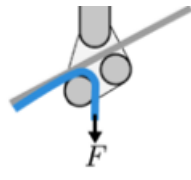
6. ábra Geológiai rétegek nyírásnak kitett vizsgálati elve és az eredménye [8]

A fogászati, fogpótló anyagok estében szintén kiemelten fontos a nyíró igénybevétellel szembeni ellenállás. Ismail és társainak kutatómunkája arra világított rá egy saját építésű nyíró eszköz és pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálatok alkalmazásával, hogy a mintaméretnek és a terhelő igénybevétel nagyságának nagy szerepe van a kötési erő nagyságában, illetve a tönkremenetel módjában. Vizsgálataik azt eredményezték, hogy a mikro nyírási tesztek megbízhatóbbak, mint a makro nyírásiak. Ahol a mikro és a makro megkülönböztetés a minta méretére és az igénybevétel nagyságára utal [9].

A kötési szilárdság vizsgálatában egy jelentős területet fednek le az ún. tépő, lefejtő tesztek, melynek módjai rendkívül nagy számúak. Bartlett 2023-mas összefoglaló cikkében 21 olyan szabványt említ amelyek csak a legelterjedtebb eljárásokhoz kötődnek [10]. Ezeket foglalja össze az 7. ábra. Igaz, hogy alapjában véve ezek egyszerű eljárások, de a megfelelő vizsgálati eljárás kiválasztása függ az anyagtól, a geometriától és a megválasztott terheléstől. Az anyagtól való függés a különböző mikroszerkezetben, a modulusban a szívósságban nyilvánul meg. A vizsgálati módokban közös jellemző, hogy a vizsgálati mintadarabnak kell legyen egy olyan része, amelynél nincs a kötés kialakulva. Li a munkájában arra mutat rá, hogy ennek a szakasznak a nagysága mennyiben befolyásolja a vizsgálat közben történő tönkremenetelt és ezáltal a mérés eredményét [11]. Általában a szabványok még erre a részletre is kiterjednek [12].

Ez utóbbi jellemző miatt sajnos a lefejtő tesztek egyike sem lesz megfelelő a mi céljainknak. Egyrészt a mintaméretünk sokkal kisebb, mint ami ilyen megoldást lehetővé tesz, másrészt a réteges szerkezet kialakításakor nem tudjuk azt biztosítani, hogy lesz kötés nélküli szakasz. Ezért arra a megállapodásra jutottunk, hogy saját eljárást kell kidolgoznunk. A saját módszerünket az ideális tiszta nyírási igénybevételt megcélözva terveztük meg. Egyáltalán a vizsgálati alap gondolatához hasonló eszközre is csak az említett geológiai rétegek vizsgálatára találtam példát az irodalomban. A következő fejezetben fogom a szerszámot bemutatni.

Vázlat	Test	Szabványok
	0° nyírás	ASTM D3654: static shear adhesion of PSA tapes (creep rupture) ASTM D6463: time to failure under sustained shear PSTC-7: "holding power" of PSA tapes PSTC-17: shear adhesion failure temperature (SAFT)
	90°nyírás	ASTM D6862: peel resistance of adhesives ISO 8510-1: flexible-bonded-to-rigid assemblies ISO 813: rubber adhesion to rigid substrate ASTM D6252: pressure-sensitive label stocks BS-EN-1895: paper and board, packaging, and disposable sanitary products
	180°nyírás	ASTM B533: "peel strength" of metal electroplated plastics ASTM D3330 (method F): pressure-sensitive tape ASTM D903: peel of stripping strength of adhesive bonds ISO 8510-2: flexible to rigid bonded assemblies ASTM D3330 (method A): pressure-sensitive tape ASTM C794: adhesion-in-peel of elastomeric joint sealants
	T-nyírás	ASTM D1876: peel resistance of adhesives ISO 11339: flexible-to-flexible bonded assemblies ASTM D2918: durability of adhesive joints stressed in peel BS-EN-1895: paper and board, packaging, and disposable sanitary products ASTM F2256: tissue adhesive characterization
	Mandrel nyírás	Nem szabványos
	Hurok pályás	ASTM D6195: adhesive loop tack strength testing
	Nadrág szakítás	ASTM-D624: standard test method for tear strength of conventional vulcanized rubber and thermoplastic elastomers
	Német kerék	DIN 53357: testing of plastic sheets; Adhesion test

	Mászódob	ASTM D1781: for flexible to rigid adhesion ASTM D429: rubber to metal adhesion ASTM D2558: shoe sole adhesion
	Lebegő görgős	ASTM D3167: peel resistance of (structural) adhesive bonds ISO 4578: peel resistance of (structural) adhesive bonds ISO 14676: wet-peel for aluminum surface treatments ISO 22631: Peel of floor and wall covering adhesives
	Ütköző ékes	ISO-11343: impact wedge peel (IWP) method

7. ábra A legelterjedtebb lefejtő eljárások és a hozzájuk kötődő szabványok [10]

3. Vizsgálati módszer- és eszközfejlesztés

A kutató munka célja, hogy jellemezni tudjuk lemezes kompozitokban a rétegek közötti kötés erősségét olyan esetben amikor a kompozit lemez geometria mérete az előállításból adódóan kicsi, jellemző vastagsága a néhány mm, szélessége és hossza pedig a néhány 10 mm nagyságrendjébe esik. A vizsgálat célja egy módszer kidolgozása mely a fenti geometriai feltételeken túl az alábbiakat is teljesíti:

- számszerűsíthető eredményt ad,
- reprodukálhatóságot biztosít,
- összehasonlítható eredményeket biztosít,
- egyszerű és lehetőleg költséghatékony megoldás legyen.

A geometriai feltételekből kiindulva a nagy mintaigényű lefejtő módszerek nem jöhettek szóba ezért a rétegek szétválasztásához a nyíró igénybevételt választottuk. A számszerűsíthető mérőszámhoz a nyíró igénybevétel során fellépő erő mérésére van szükség. Ha a költséghatékonyságot is figyelembe vesszük akkor logikusan adódik a megoldás, hogy az intézetben meglévő szakítógépre adaptálható szerszámot készítsünk, mely a szakítógépen meglévő vezérlést és erőmérőcellát tudja használni.

3.1. A szerszám bemutatása

A szerszám anyagául nemesített 42CrMo4 minőségű acélt választottunk a kisebb terhelésű és R3 minőségű nemesített gyorsacélt a nagyobb igénybevételi helyekre. A szerszámot Solid Edge szoftver 2023-mas Student verziójában terveztem meg. A nyírószerszám két szimmetrikus részre osztható, mindkét rész 5 daraból áll:

- Keret (8. ábra), anyaga: 42CrMo4
- Mintatartó, mozgó egység (9. ábra), anyaga: 42CrMo4
- 2 db nyíróbetét (10. ábra) anyaga: Gyorsacél
- Állítható fenék rész (11. ábra) anyaga: 42CrMo4

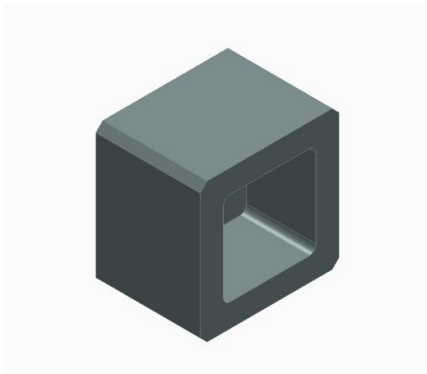
A szerszámrészek 2D-s műszaki rajzait az 1. Melléklet tartalmazza. A robbantott összeállított állapotát a 12. ábra mutatja. A szerszámrészek marással, a nyíróbetétek szikraforgácsolással lettek kimunkálva. A szerszám egy 4x4x20 mm-es legnagyobb méretű mintát képes befogadni a mintatartó, mozgó egységben.

A szerszám összeszerelése az alábbiak szerint történik:

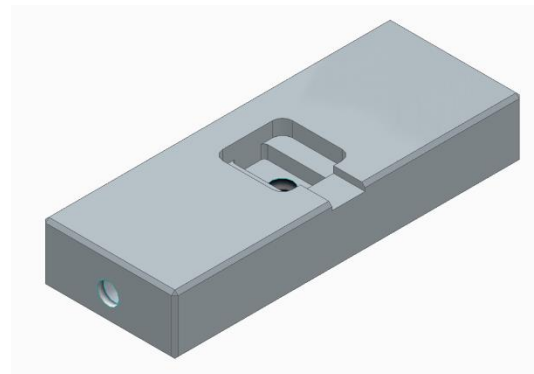
- Először a mintatartóegységbe behelyezzük az állítható fenék részt és a két nyíróbetétet.
- Ezt követően behelyezzük a mintát és az állítható fenék darab segítségével beállítjuk azt a síkot, ahol a nyírást akarjuk végezni.
- Kézi erővel meghúzzuk az állítható talpat tartó csavart a minták biztosítása érdekében.
- A minta beállítása után ráhelyezzük a másik felet, ekkor a két mintatartó fél egymáshoz képest 4 mm-rel van eltolva.
- Az így összeállított mintatartókra ráhúzzuk a két keretet és hozzácsavarozzuk a mintatartókhoz.
- Az így alapállásba helyezett szerszámot behelyezzük a szakítógépbe, ahogy ezt az 13. ábra is mutatja.
- Nyomó vizsgálat üzemmódot választunk, amikor is a szakítógép felső szerszáma lefele mozog mindaddig, míg a nyírószerszám két fele végpozícióba kerül, mindeközben a nyíró betét a próbatestet elnyírja. Amikor a szerszám végállapotba kerül, akkor a minta felső fele 4mm-t mozdul el a nyomással megfelelő irányba, amíg a másik fele helyben marad, ezzel érjük el a nyíró hatást. Az alakítás 5 mm/perc sebességgel történik és a keresztfej elmozdulásának sebességére történik a szabályozás. Az alakítás közbeni elmozdulás minden esetben azonos nagyságú. Alakítás közben rögzítjük a felvett erőt a keresztfej elmozdulásának függvényében.
- A vizsgálat kiértékelése során megvizsgáljuk az erőgörbe és az eredeti keresztmetszettel osztott szilárdság görbe lefutását. Meghatározzuk a maximális nyírószilárdság mérőszámot (σ_{max}), mint a maximális erő (F_{max}) és a kiinduló keresztmetszet (S_0) hányadosát (1):

$$\sigma_{max} = F_{max} / S_0 \quad (1)$$

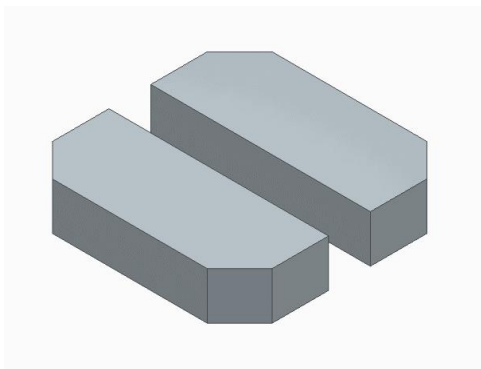
- A kísérlet elvégzése után a szerszámot kivesszük a szakítógépből, a csavarokat meglazítjuk, majd a két felet ketté húzzuk. Az elnyírt minta eltávolítása után be lehet helyezni az új mintát és újra elvégezni a kísérletet.



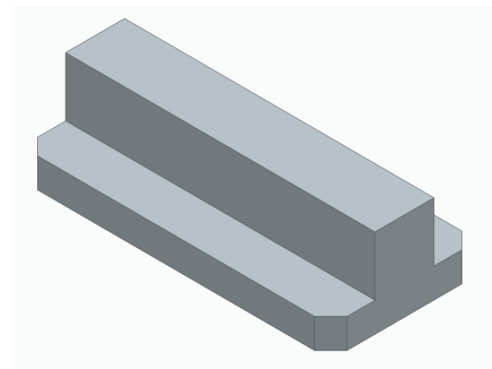
8. ábra Keret 3D-s rajza



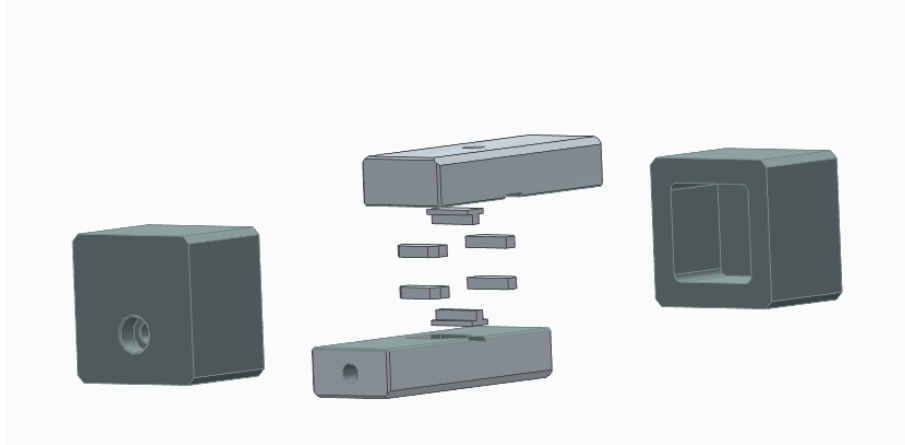
9. ábra Mintatartó, mozgó egység 3D-s rajza



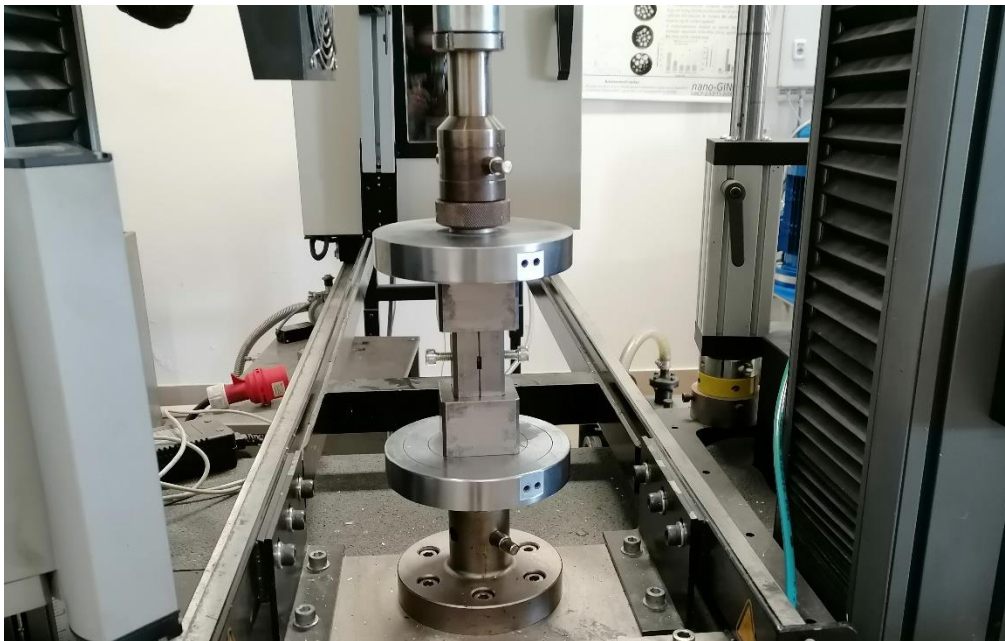
10. ábra Nyíróbetétek 3D-s rajza



11. ábra Állítható fenék darab 3D-s rajza



12. ábra A nyírószerszám robbantott rajza



13. ábra Az összeszerelt nyírószerszám a szakítógépnél a vizsgálat kezdetekor

3.2. Kísérletek bemutatása

A kutatómunkám során három különböző állapotú mintát vizsgáltam, mindegyikből 4-4 párhuzamos próbatestet. A minták jellemzőit az 1. táblázat, míg kiinduló állapotú fotóját a 14. ábra és a 15. ábra tartalmazza.

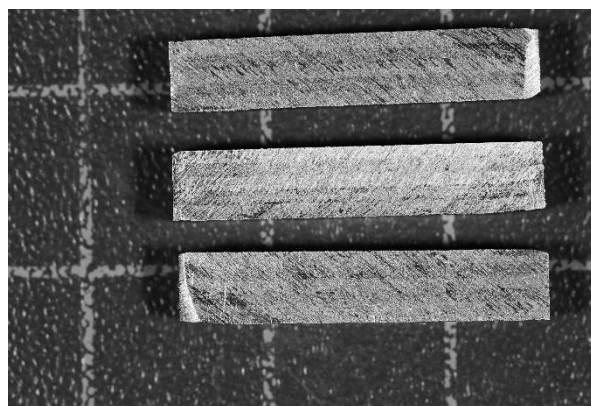
1. táblázat A kísérleti mintadarabok jellemzői

Mintajel	Összetétel	Méret, mm	Állapot
T1, T2, T3, T4	Al1050	4x4x20	hidegen hengerelt tömbi
F1, F2, F3, F4	Al1050	4x4x20	FALEP alakításon átesett tömbi
K1, K2, K3, K4	Al1050, Al5052	4x4x20	5 rétegű lemezből álló, FALEP alakításon átesett kompozit. A kompozitban a két ötvözet felváltva helyezkedik el a következő módon: 1050/5052/1050/5052/1050

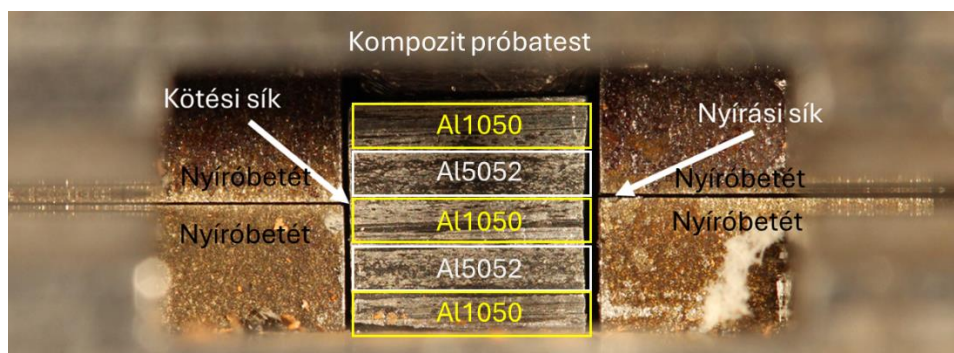
A nyírókísérletek során a Miskolci Egyetem Fémtani, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézetben található Instron 100kN-os padló telepítésű, univerzális anyagvizsgáló berendezést használtam. A mintákat úgy helyeztem a nyírószerszámba, hogy a tömbi anyagoknál a nyírási sík a minta középvonalába esett. A kompozit mintáknál pedig a 2. és a 3. réteg határához helyeztem, amit a 16. ábra mutat. Itt fontos megjegyezni, hogy a kompozit minták esetén a nyírási sík nem végig egyezik meg a két réteg közötti síkkal, ez az apró próbatestek felületi egyenetlenséginek köszönhető.



14. ábra Tömbi Al1050-es próbatestek

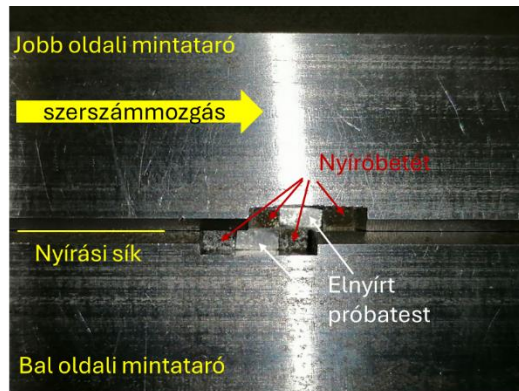


15. ábra Kompozit próbatestek



16. ábra Kompozit próbatest a szerszámban a vizsgálat kezdetén, sematikus jelölve az egyes ötvözetek helyét a lemezben

Minden mérés szobahőmérsékleten történt. A 17. ábra mutatja az elnyírt mintát a szerszámban, míg a 18. ábra a szerszámból kivett próbatestet.

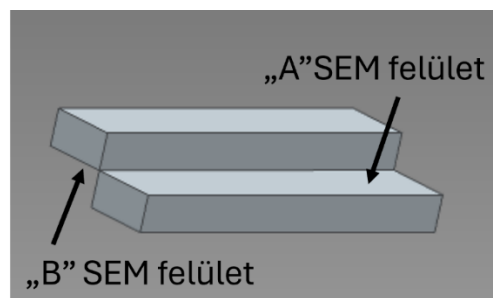


17. ábra Elnyírt próbatest a szerszámban



18. ábra Tömbi elnyírt próbatest

Ezt követően az elnyírt próbatestek nyírási felületeit pásztázó elektronmikroszkóp (SEM) segítségével vizsgáltam meg. A vizsgálatok a Miskolci Egyetem 3DLaboratóriumában található Thermo Scientific Helios G4 típusú, fókuszált ionnyalábbal ellátott pásztázó elektronmikroszkóppal (FIB SEM) történtek. Ebben a mikroszkópban a konvencionális SEM rendszerekhez képest az elektronnyalábot egy fókuszált ion nyaláb is kiegészíti, mely a mikroszkóp térben történő mintamegmunkálást és képalkotást is lehetővé tesz. Erre, az általánosan elterjedt Ga FIB-ektől elterjedt Xe forrás áll rendelkezésre, mely nagyméretű ion lévén sokkal hatékonyabb mintamegmunkálást tesz lehetővé. A SEM vizsgálathoz használt felület mindig az elnyírt felület volt, ezeket „A” és „B” részre bontottam, mint azt ahogy az 19. ábra mutatja. A SEM mintatartójába karbon ragasztó segítségével rögzítettük a mintát először az „A” felülettel, majd a vizsgálatot követően a „B” felülettel felfele. Minden mintát 9 helyen vizsgáltunk 250x-es nagyításban és szekunder elektron detektor (SE) használata mellett. Ezen kívül a Kompozit minták teljes felületéről mozaik felvétel is készült. A kompozit minták egyes részein terület és vonal elemzést is végeztünk energiadiszperzív detektor segítségével. Mivel a két ötvözetben a Mg a jellemző eltérés (Al1050- Mg nélküli, Al5250-ben 2,5-3 w% a Magnézium mennyisége) ezért a Mg mérése jól azonosítja a kétféle ötvözetet. A kritikus helyeken ionsugaras bevágást is alkalmaztunk a következő paraméterek mellett: alkalmazott áram erősség 2,5 μ A, gyorsító feszültség (HV) pedig 30 kV volt.



19. ábra A nyírt minták SEM-es vizsgálatának felületeit bemutató sematikus rajz

4. Vizsgálati eredmények

4.1. Nyíróvizsgálat eredményei

A mérés során az erő-elmozdulás adatokat rögzítettük. Ebből az eredeti keresztmetszetre számított feszültség-elmozdulás görbéket számoltuk, melyeket a két tömbi állapotú mintára mutat a **20. ábra** és a **21. ábra**. A **22. ábra** a nyírógörbén megkülönböztethető jellegzetes szakaszokat tünteti fel. Az első, lineáris szakasz a rendszernek, beleértve az egész szakítógépet is, a rugalmas alakváltozását mutatja. Az egyenes szakasz indulásánál láthatunk anomáliákat mely a minta nem pontos illeszkedéséből elmozdulásából ered, vagy az apró minták nem tökéletes geometriájának tudható be. Az ebből adódó nem tökéletes üregtöltést szemlélteti a **17. ábra**.

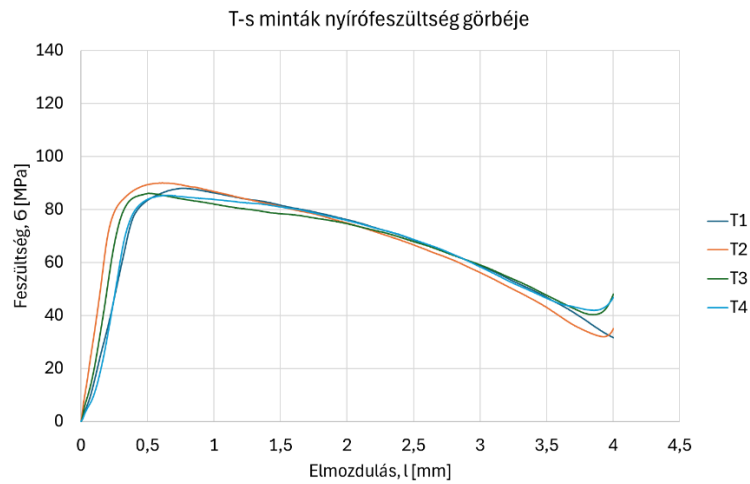
A lineáris szakasz végén érjük el a maximális erő és feszültség értékét is. A 2. csökkenő meredekségű szakaszban zajlik a tömbi anyag nyírása. Ha a folyamat közben más hatások is vannak, mint például az ötvözet felkeményedése akkor a görbe jellege eltérhet. Ha a nyírás a domináns akkor a görbe közel lineáris. A 3. szakaszban az erő (feszültség) növekedését a nyíróélek hatásának az átfedése, egymásra kifejtett ellenállása jelzi. Itt van a vizsgálati folyamat vége.

Ha összehasonlítjuk a kétféle tömbi anyag viselkedését akkor megállapítható, hogy az eljárás több jellegzetességet is feltár. A FALEP minták szilárdsága számottevően nagyobb, ebből adódik, hogy ezeknél a mintáknál már érdemi felkeményedés nem történik a nyírás hatására (a 2. szakasz közel lineáris), míg a hengerelt minták esetében keményedése is megfigyelhető.

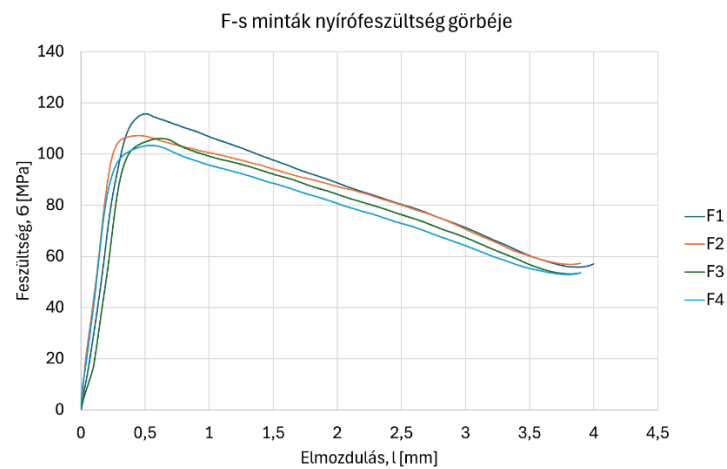
A kompozit minták görbéit mutatja a **23. ábra**. Az első szakasz a korábbiaknak megfelelően alakul. A maximális erő elérése után viszont megjelenik egy meredek esés, mely minden esetben egy akusztikus (hanghatással) jellel is együtt járt. Ez a pillant a réteghatárok szétvállát jelenti. Ezt követően a 4 db minta két féle módon viselkedett. A K1 és K2 jelű próbatesteknél a görbe szabályosabb maximumos jellegű, míg a K3, K4 minták esetében sokkal kaotikusabb. A rétegszétválást követően a szerszám elmozdulás során a tiszta nyírás keveredik nyomással, zömítéssel, ráadásul kétféle szilárdságú ötvözet eltérő viselkedésével. A 3. szakasz itt is az élek összeérését jelenti.

A párhuzamos kompozit minták egymástól nagyobb mértékben térnek el, mint a tömbi minták. Ez adódhat abból is, hogy minden egyes mintánál a határsík helyzete nem feltétlen esett teljesen egybe a nyírósíkkal. Lehet abból is eltérés, hogy a kompoziton belüli határfelület nem egyenes, lehet ferde vagy akár hullámos is. Ezt természetesen nem láthatjuk előre. Ez egy olyan kompromisszum, amit a vizsgálni kívánt anyag jellegzetessége miatt el kell fogadnunk.

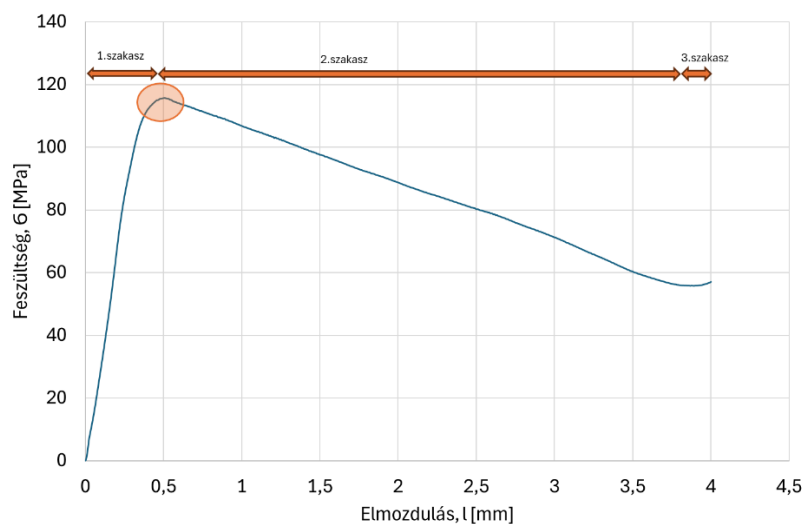
A vizsgálatok során meghatározott paraméterek a **2. táblázat**ban láthatók. A maximális szilárdság értékeket a **24. ábra** hasonlítja össze. Megállapítható, hogy a kompozit minták esetében kisebb erő kellett a tönkremenetelhez. A FALEP minták egyértelműen nagyobb szilárdságúak, mint a hidegen alakított minták. Ezek alapján azt is megállapíthatjuk, hogy igaz, hogy az eszközt réteges szerkezetek minősítésére terveztük, de kiválóan alkalmas kis méretű tömbi minták összehasonlítására, jellemzésére is. A görbék második szakaszára függvényillesztést alkalmaztam. Az illesztések eredményét a **3. táblázat** foglalja össze. Egyértelműen megállapítható, hogy a tömbi és kompozit minták esetében a másodfokú függvény jó illesztést ad, míg a FALEP minták esetében a lineáris illesztés a megfelelő. Ez is egyértelműen arra utal, hogy a három minta nyíróvizsgálata közben eltérő folyamatok mentek végbe. Azért, hogy ezen folyamatok különbözőségére igazolást találjak a nyírási felületek részletes pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálatát végeztük el.



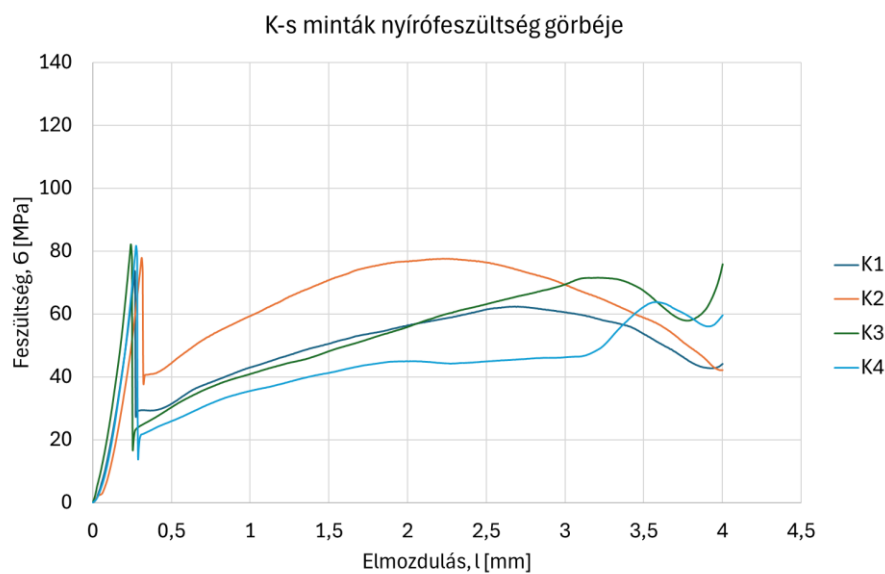
20. ábra A tömbi hengerelt minták nyírófeszültség görbéi



21. ábra A tömbi FALEP minták nyírófeszültség görbéi

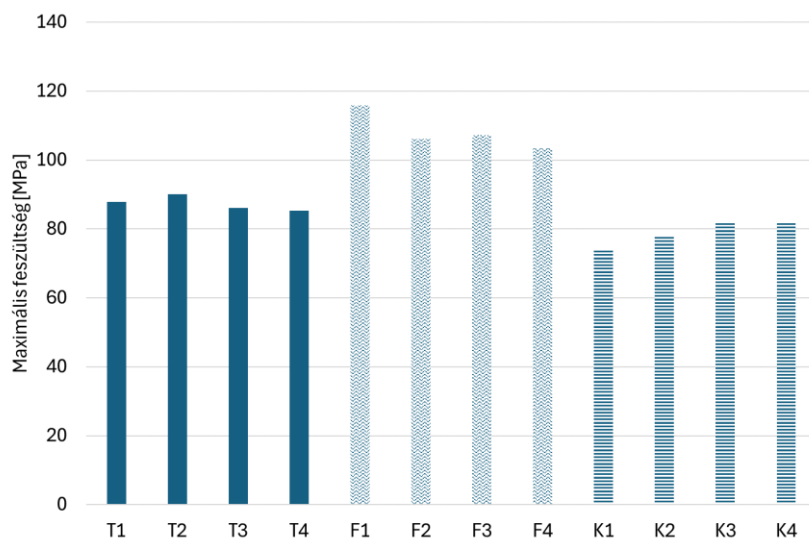


22. ábra Tömbi minták nyírógörbéinek jellegzetes szakaszai



2. táblázat Nyíróvizsgálat során meghatározott értékek

Mintajel	$F_{\max}$ [N]	$\sigma_{\max}$ [MPa]	$\sigma_{\max}$ -hoz tartozó elmozdulás [mm]	maximális
T1	6964,36	87,93	0,76	
T2	7005,32	90,04	0,61	
T3	6979,4	86,17	0,51	
T4	6745,70	85,39	0,66	
F1	9554,61	115,81	0,51	
F2	8638,65	106,17	0,64	
F3	8712,18	107,29	0,47	
F4	8399,60	103,44	0,54	
K1	5756,75	73,80	0,27	
K2	6097,18	77,97	0,31	
K3	6328,40	82,19	0,24	
K4	6362,51	81,78	0,28	



24. ábra A nyírószilárdság értékek

3. táblázat A Nyírófeszültség görbék 2.szakaszának illesztési eredménye

Jel	Függvény	R ²	Függvény	R ²
T1	$y = -13,49x + 100,13$	R ² = 0,9456	$y = -3,4878x^2 - 1,4665x + 91,729$	R ² = 0,9991
T2	$y = -15,403x + 103,03$	R ² = 0,9693	$y = -3,4878x^2 - 1,4665x + 91,729$	R ² = 0,9991
T3	$y = -11,954x + 95,57$	R ² = 0,9496	$y = -4,0814x^2 + 2,8634x + 86,808$	R ² = 0,9975
T4	$y = -12,834x + 98,096$	R ² = 0,9249	$y = -4,7027x^2 + 6,0081x + 82,749$	R ² = 0,9994
F1	$y = -18,148x + 125,19$	R ² = 0,9991		
F2	$y = -15,201x + 116,51$	R ² = 0,9886		
F3	$y = -16,485x + 116,66$	R ² = 0,996		
F4	$y = -16,085x + 112,5$	R ² = 0,9985		
K1			$y = -6,1158x^2 + 32,68x + 16,483$	R ² = 0,9828
K2			$y = -11,162x^2 + 49,483x + 22,05$	R ² = 0,9961
K3			$y = -2,516x^2 + 23,856x + 18,984$	R ² = 0,9905
K4			$y = -1,362x^2 + 13,574x + 21,926$	R ² = 0,8707

5. Pásztázó elektronmikroszkópos eredmények

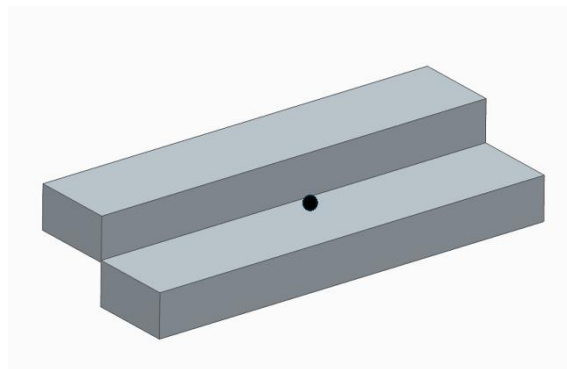
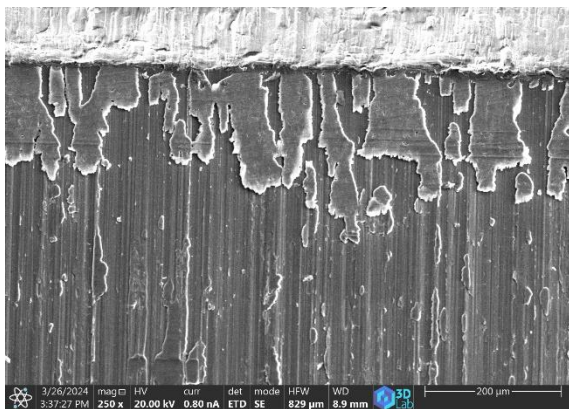
Minden mintáról készítettünk SEM felvételeket mindkét alakváltozott felületről (19. ábra A, B SEM), több pozícióban (jobb szél, közép, bal szél) és különböző nagyításokban, hogy a tönkremeneteli folyamatot mind jobban megértsük. A kompozit mintákról a teljes felületet lefedő mozaik felvételt is készítettünk, és kitüntetett helyeken kis területű elemanalízist annak érdekében, hogy elkülöníthető legyen a két alumínium ötvözet (Al1050, Al5052) károsodási folyamata egymástól. Az elkészült felvételek helyét sematikus ábrán is jelölöm a jobb tájékozódás érdekében.

A tömbi (25. ábra-27. ábra) és FALEP (28. ábra-30. ábra) minták A oldalának középső részéről készült felvételeken jól megfigyelhető apró lemezes leválások a belső, még épp kapcsolódó, utoljára alakváltozott részen. Mindkét féle mintára jellemző a középső részen egy alakítási sávosság, ami a minta széle előtt kb. 200-300 μm távolságban szűnik meg amit egy szinte teljesen sima felület vált fel. Ez a sima rész a törési felület kezdeti kialakulásakor jött létre. Ezeket a mintákat nem csak a középső részen, de attól jobbra és balra is megvizsgáltuk és ugyanezen három területet tudtuk megkülönböztetni. Sőt ezt a hármasságot láttuk a B oldalakon is.

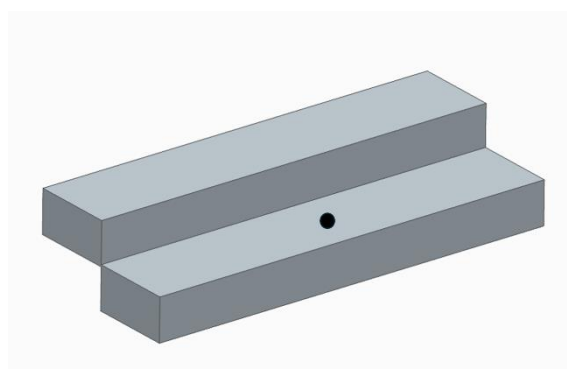
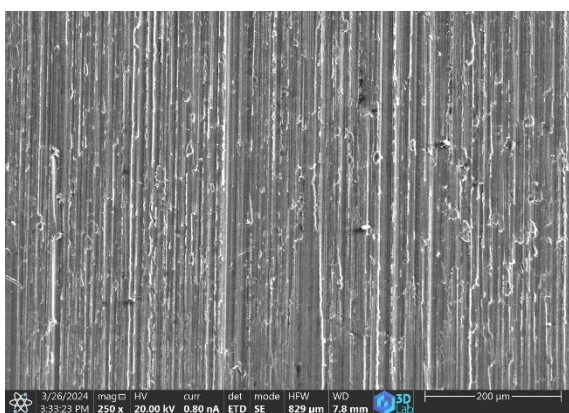
A kompozit mintákról készült mozaik felvételeket (31. ábra-34. ábra), a nagyobb nagyítású, a felületi karakterisztikát bemutató képek egészítik ki. Ez utóbbi képek helyét a mozaik felvételeken római számmal jelölt részek mutatják. A felületi karakterisztika felépítése hasonlít a tömbi és FALEP mintákéhoz. Ezt a még réteg szakadást nem szenvedett, de alakított felületekről lehet megállapítani, ahol szintén megjelenik a belső oldalon a lemezes sorja, majd pedig az alakítási sávok. Ezen kívül az egyes minták szélén megfigyelhető a sima tartomány is. A réteg szétválások bekövetkezése után a minták felületén már nem látható olyan forma, amely egységesen jellemezné a felületet.

A kompozit mintákról készült területi elem analízis a minél pontosabb eredmények meghatározása érdekében több helyről. Ezen módszer segítségével megállapítottam, hogy a K1 és K2 minták esetén a tönkremeneteli felületen megkülönböztethető, egymástól elválló rétegeknek nem volt azonos az összetétele, így arra következtettem, hogy jól lett megválasztva a nyírási sík (35. ábra, 36. ábra) és a törés a réteghatár közvetlen közelében ment végbe. A K3 és K4 mintáknál meglepően az összetétel a két réteg között azonos (mindkettőben kimutatható a Mg jelenléte) ahogy ezt a 37. ábra, 38. ábra is mutatja. Ez a jelenség annak köszönhető, hogy a kísérlet során a nyírási sík nem esik a két ötvözet réteg határára, ezért a terhelés megkezdését követően a minta elpattant majd pedig az elnyíródás a nagyobb Mg tartalmú rétegben megy végbe.

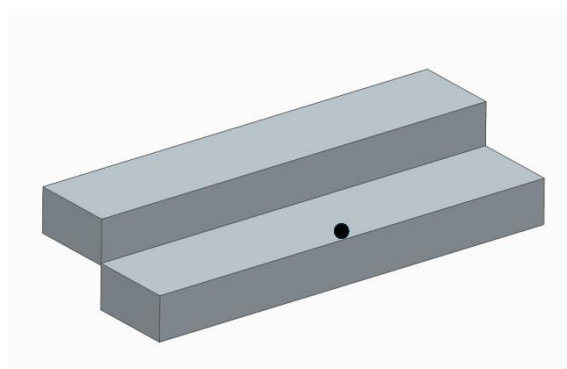
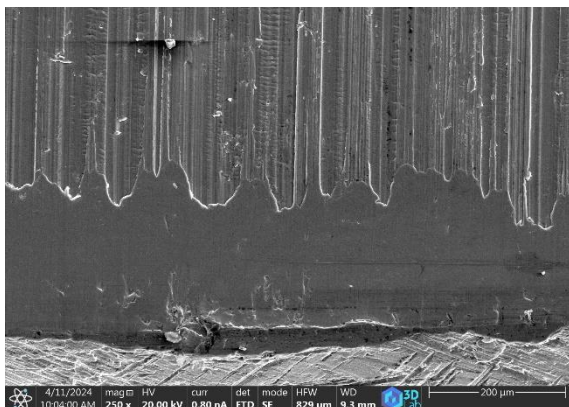
A K2 mintáról ezt követően vonal analízis is történt annak érdekében, hogy meg lehessen különböztetni a két ötvözethez tartozó rétegeket, ezt mutatja az 39. ábra. Az ábráról egyértelműen látható, hogy a felső réteg a 1050-es magnézium mentes alumínium és az alatta lévő réteg pedig 5052-es magnéziumot tartalmazó ötvözet. A mintán ionsugárral (Xe-FIB) bemetszést végeztünk egy 400x400 μm -es területen 400-500 μm -es mélységben. A vágott felületen ezt követően elem analízist végeztünk, amely továbbá alátámasztja a két réteg közötti különbséget. A bevágás felvétele és elem analízise a 40. ábra szemlélteti, ami szerint az Al1050 és az Al5052 határ mentén történt a szétválása a rétegeknek.



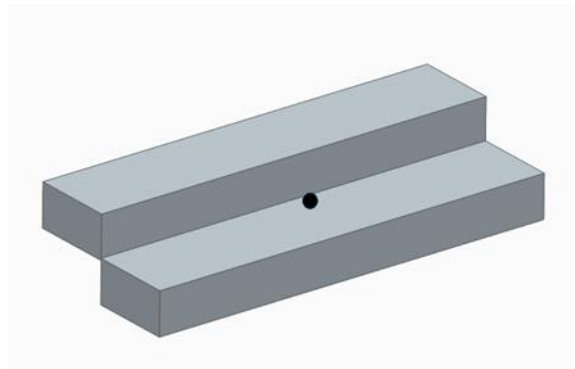
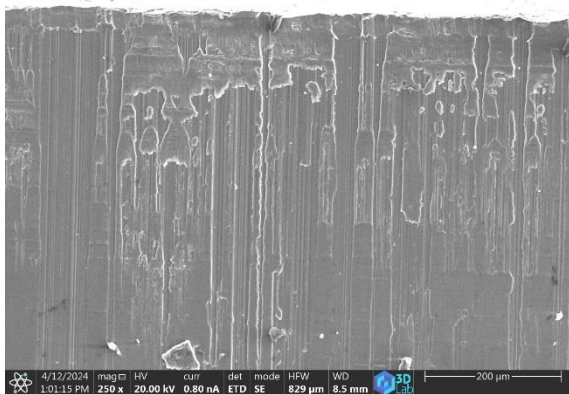
25. ábra Tömbi (T2) minta belső részéről készült SEM felvétel és a fotó helye a minta sematikus képén



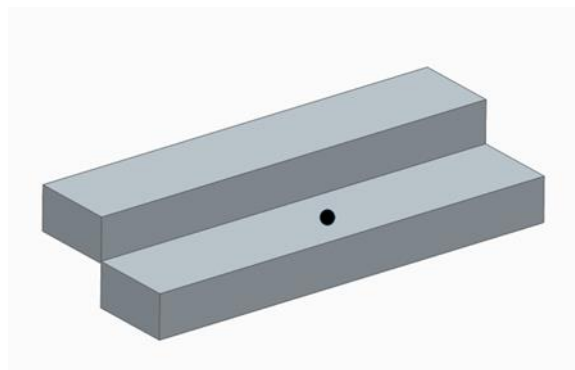
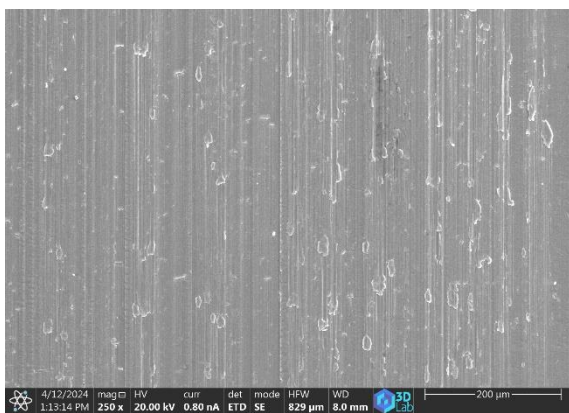
26. ábra Tömbi (T2) minta középső részéről készült SEM felvétel és a fotó helye a minta sematikus képén



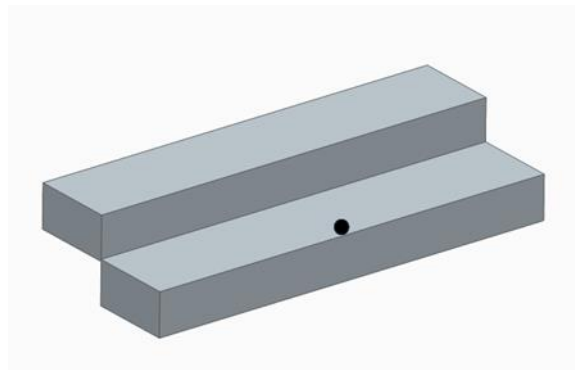
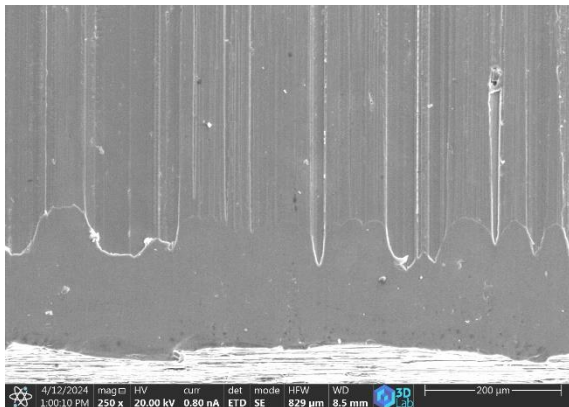
27. ábra Tömbi (T2) minta külső részéről készült SEM felvétel és a fotó helye a minta sematikus képén



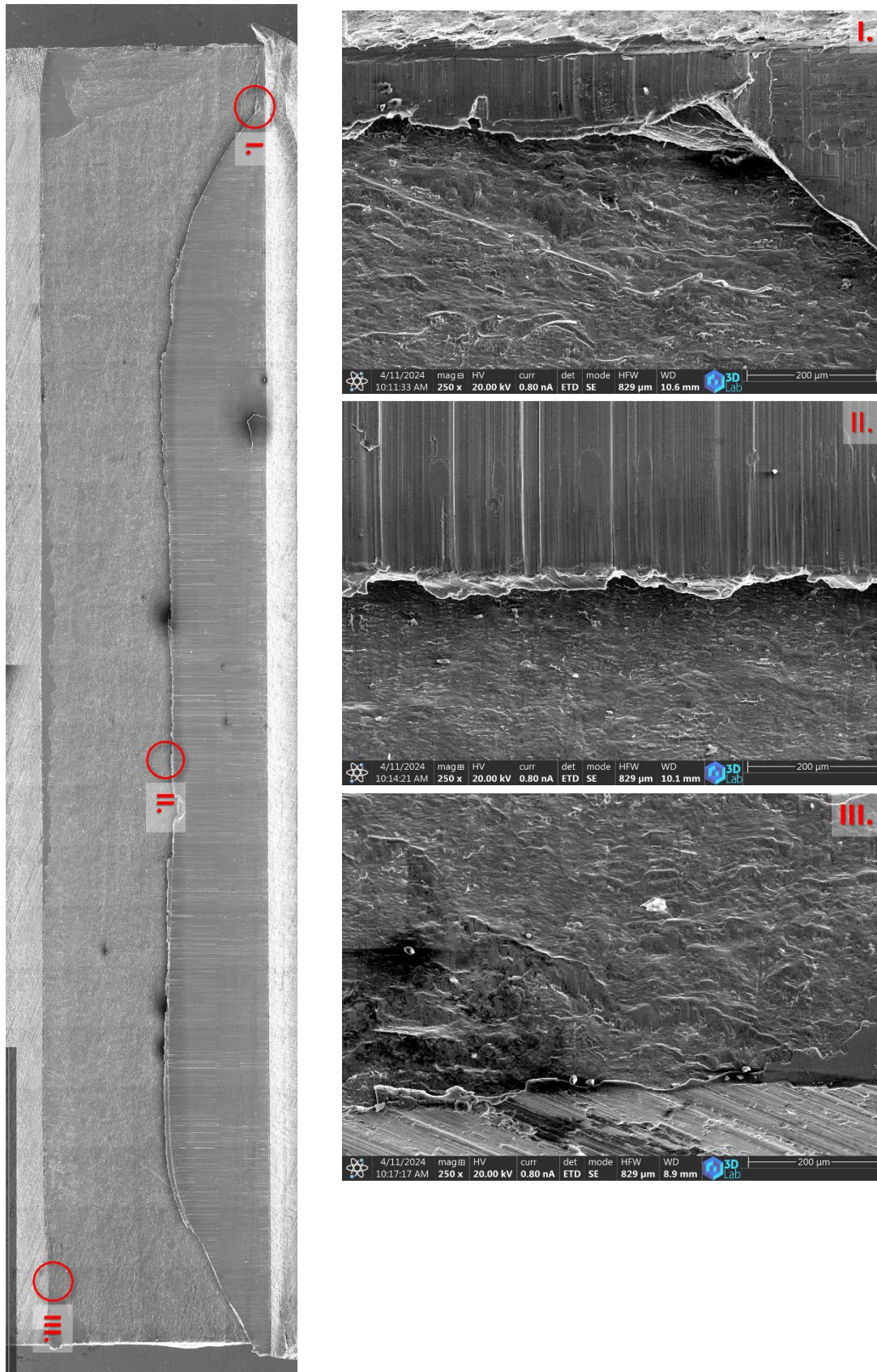
28. ábra FALEP (F4) minta belső részéről készült SEM felvétel és a fotó helye a minta sematikus képén



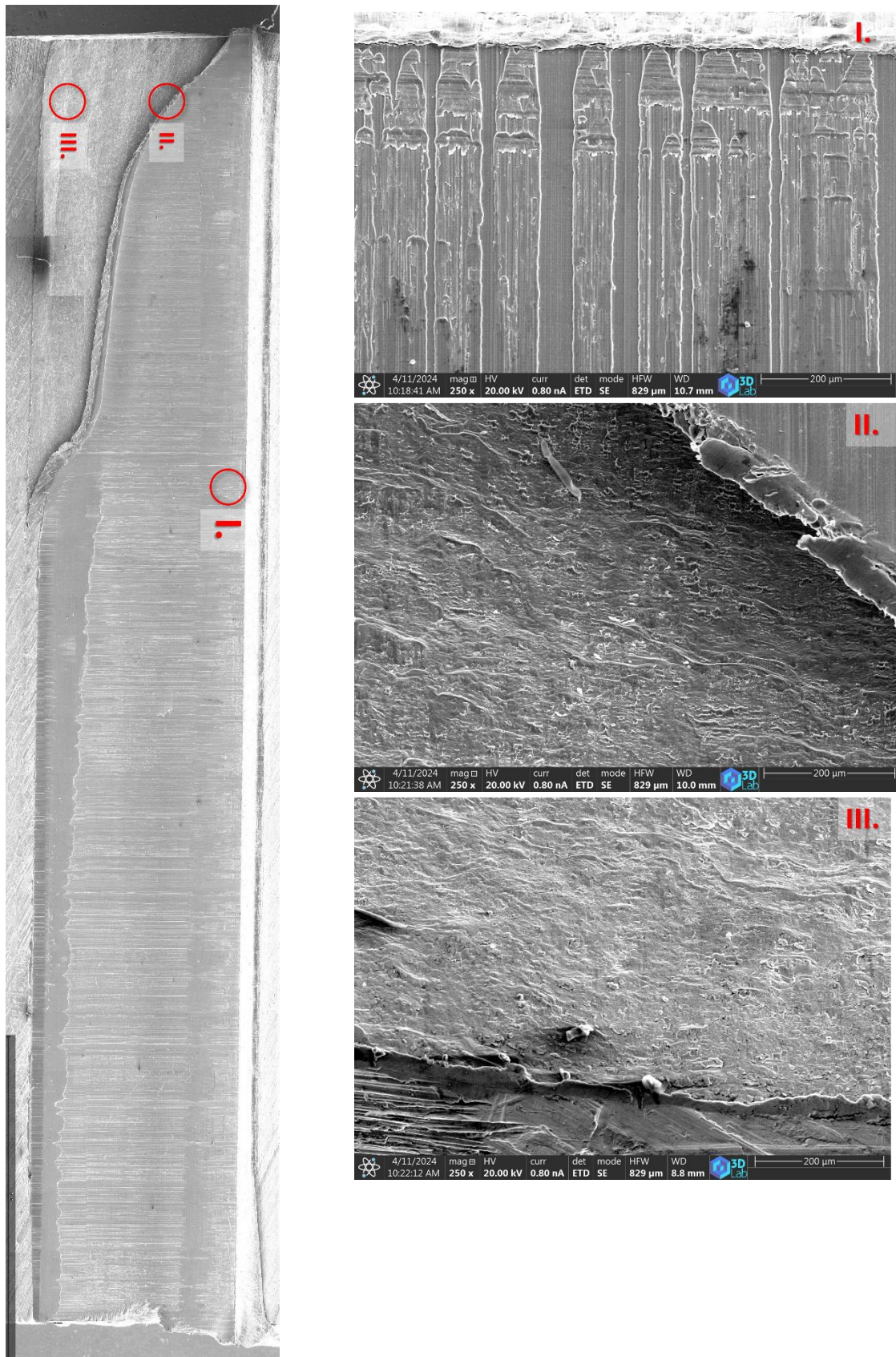
29. ábra FALEP (F4) minta középső részéről készült SEM felvétel és a fotó helye a minta sematikus képén



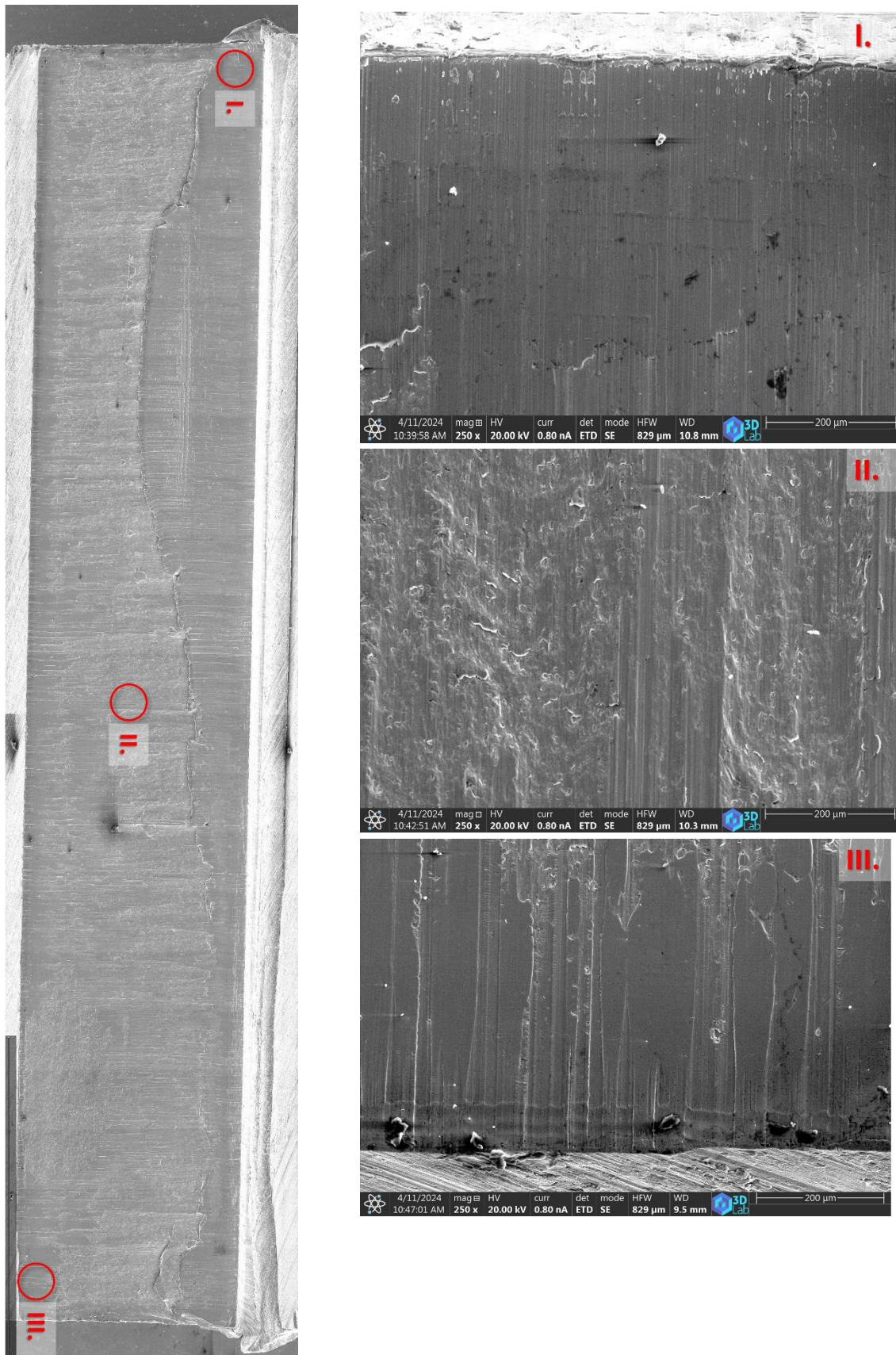
30. ábra FALEP (F4) minta külső részéről készült SEM felvétel és a fotó helye a minta sematikus képén



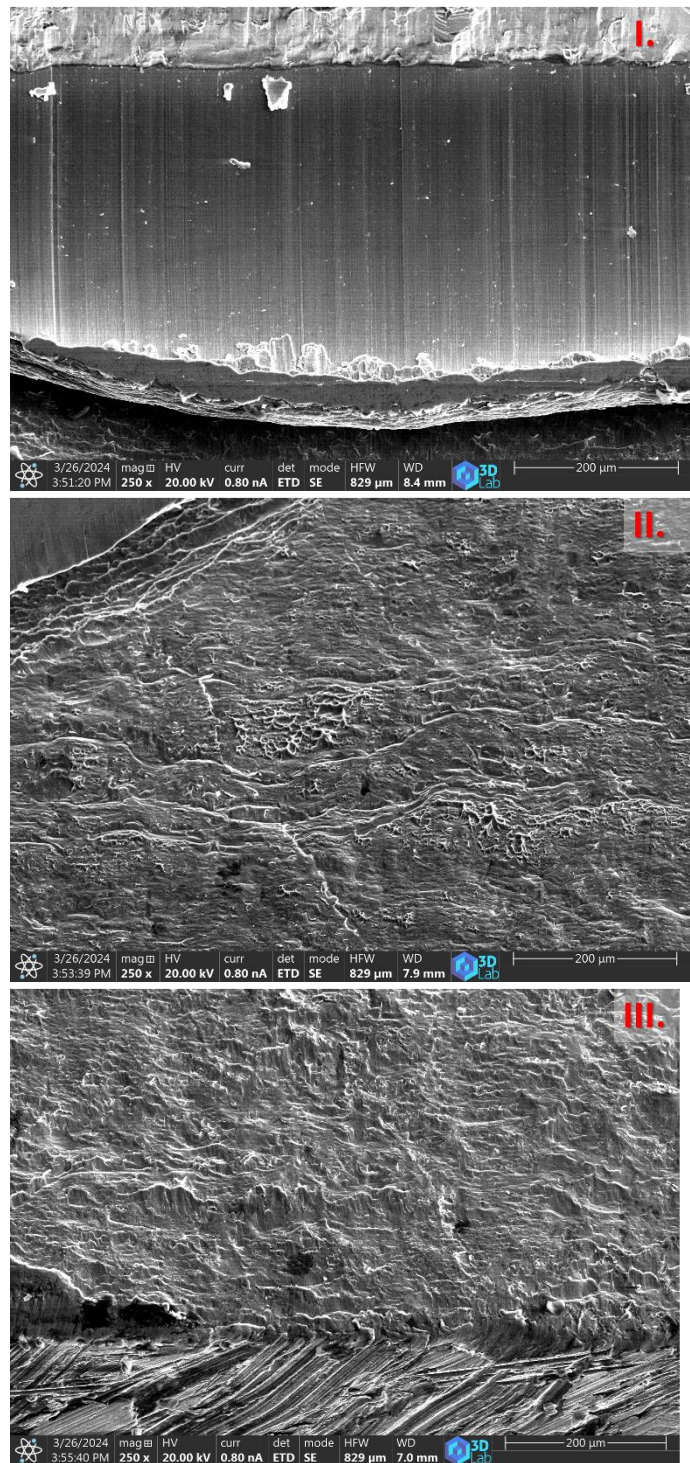
31. ábra Kompozit (K1) minta SEM mozaik felvétele és a jelölt részek részletei



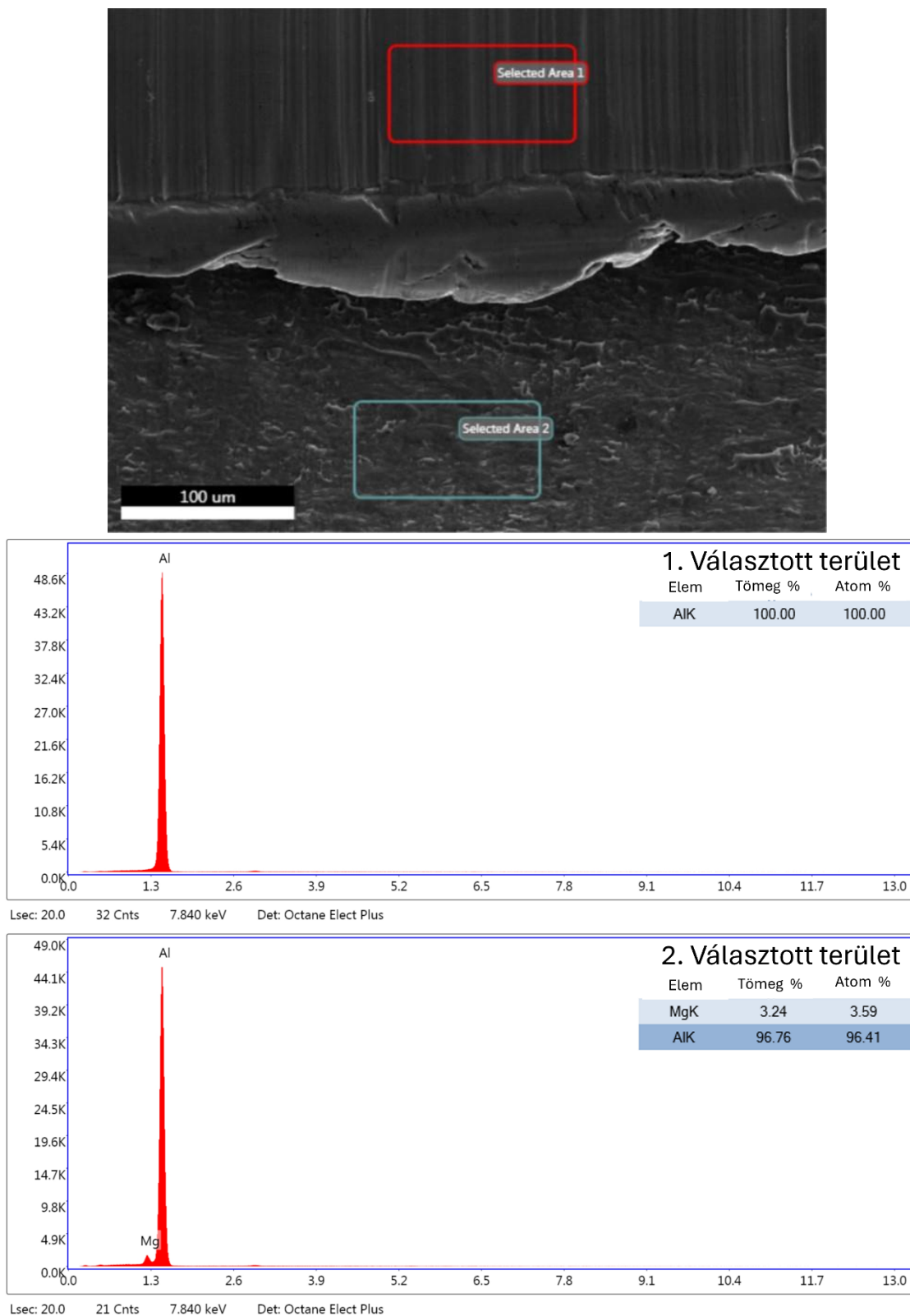
32. ábra Kompozit (K2) minta SEM mozaik felvétele és a jelölt részek részletei



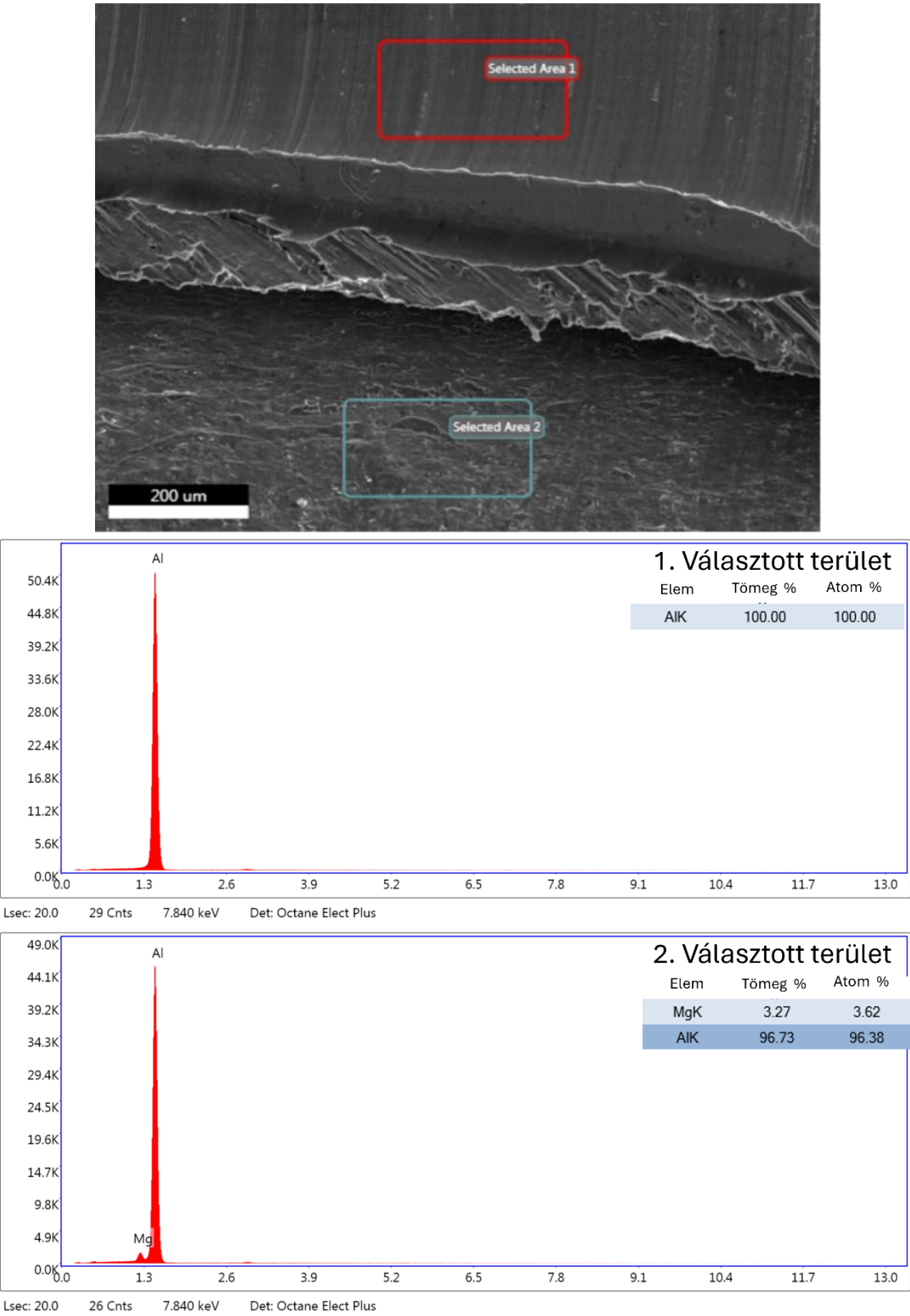
33. ábra Kompozit (K3) minta SEM mozaik felvétele és a jelölt részek részletei



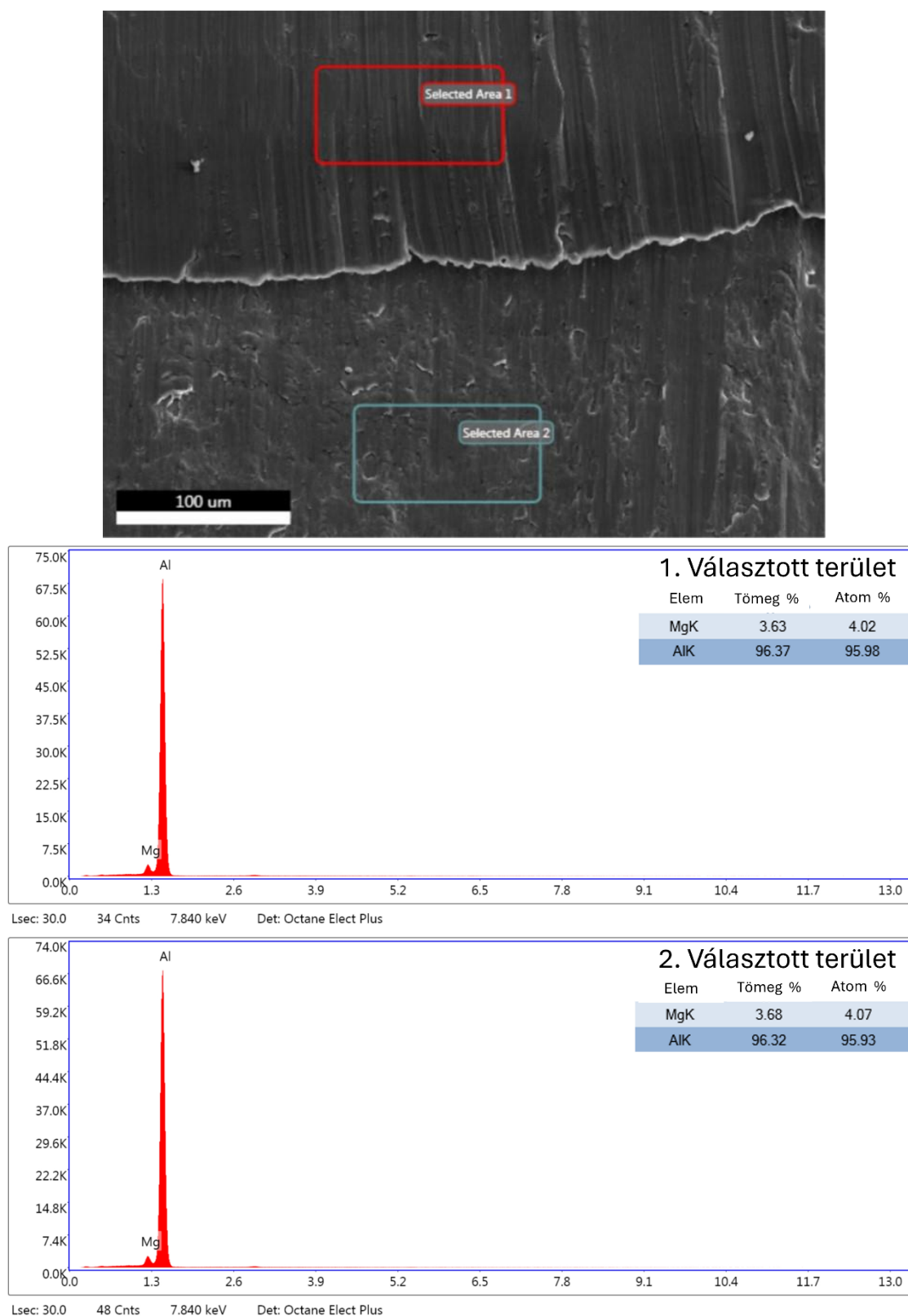
34. ábra Kompozit(K4) minta SEM mozaik felvétele és a jelölt részek részletei



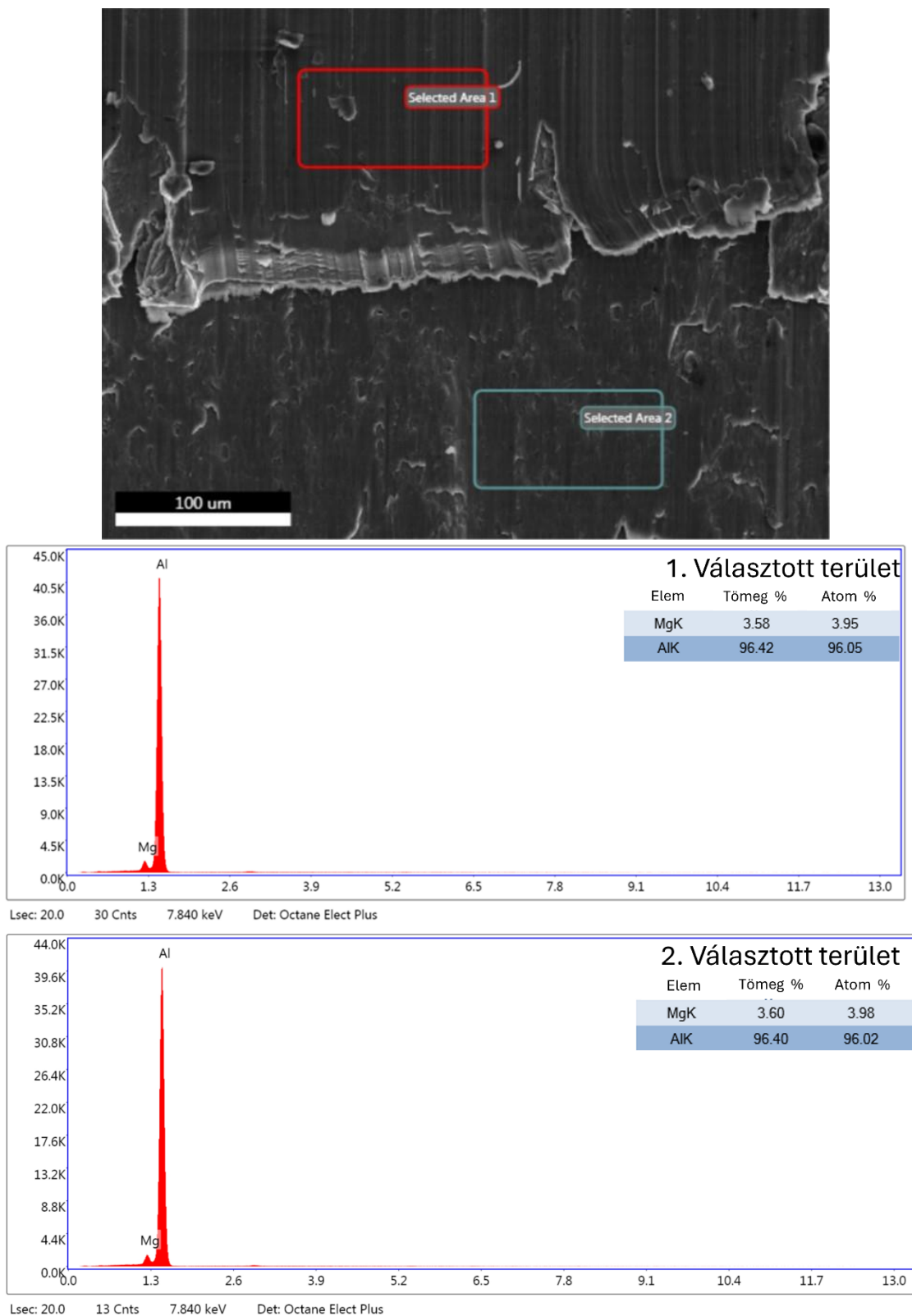
35. ábra Kompozit (K1) minta területi elemanalízise



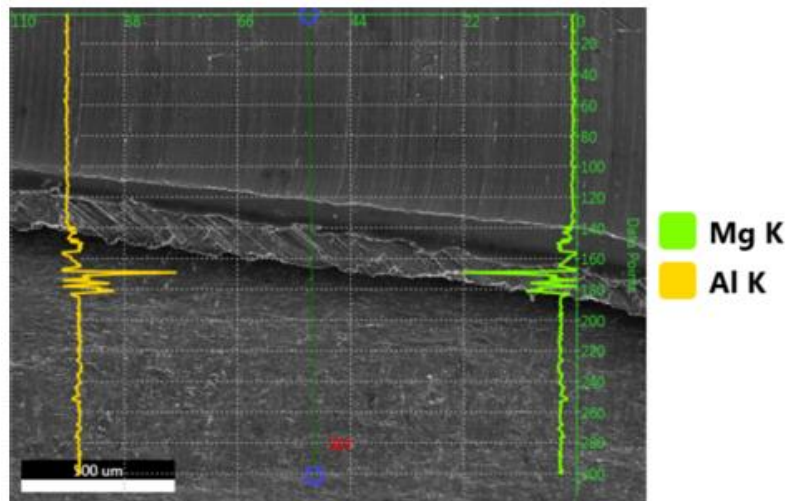
36. ábra Kompozit (K2) minta területi elemanalízise



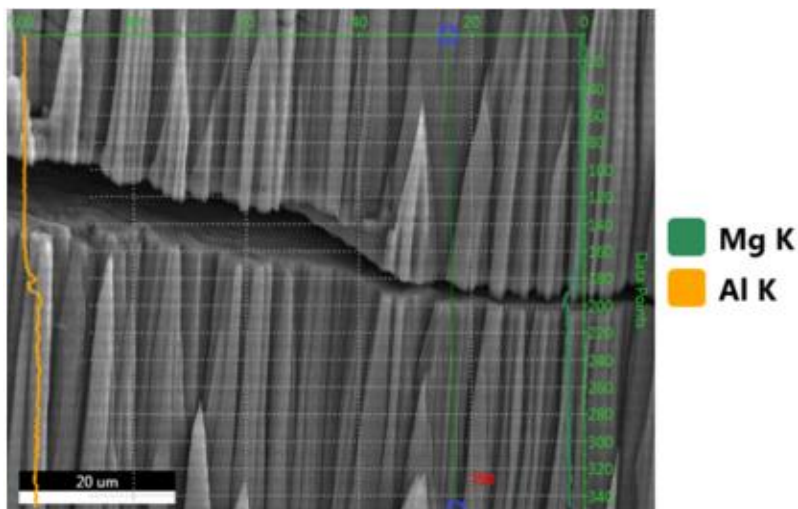
37. ábra Kompozit (K3) minta területi elemanalízise



38. ábra Kompozit (K4) minta területi elemanalízise



39. ábra Kompozit (K2) minta vonal menti elemanalízise. Az alsó rétegben kimutatható a Mg ötvöző, azaz a felső a Al1050-es, míg az alsó az AL5052-es ötvözet



40. ábra A kompozit elnyírt réteghatárára merőlegesen ejtett bemetszésen készült vonal menti elemanalízis eredménye. Az alsó rétegben kimutatható a Mg ötvöző, azaz a felső a Al1050-es, míg az alsó az AL5052-es ötvözet

6. Összefoglalás, további tervek

A TDK dolgozat írása során sikerült betekintést nyertem a kompozit és tömbi anyagok minősítésének a világába, ezen kívül az előző félévben megszerzett Solid Edge-el kapcsolatos tervezési tudásomat sikerült jobban elmélyítenem és a gyakorlatban is felhasználnom. Jó tapasztalatokat szereztem, mint a 3D-s mint pedig a 2D-s tervezésben. Nagy élmény volt újra használni a nagyfelbontású elektronmikroszkópot, mellyel mostani dolgozatom során már újabb funkciókat is megismerhettem, többek között az elem analízist és az ionsugaras vágást.

A kutatómunka célja volt olyan lemezes kompozitok kötési szilárdságát jellemezni tudó eljárás kidolgozása, mely alkalmas, jellemzően kicsi (néhány mm vastag és néhány 10 mm széles és hosszú) termékekből kivethető próbatestek mérésére.

A kutatómunkám során tömbi Al1050 minőségű, hengerelt, és FALEP eljárással hidegen alakított, valamint FALEP eljárással készített kompozit Al1050, Al5250 ötvözetekkel dolgoztam. Megterveztünk és legyártattunk egy olyan szerszámot, amely eredendően a kompozit minták kötési szilárdságát tudja vizsgálni és kompatibilis minden univerzális szakítógéppel.

A kutatómunka során saját tervezésű szerszám tesztelését és új funkciójának lehetőségét vizsgáltam. A kompozit minták esetén sikerült meghatározni a rétegek közötti kötési szilárdságot, amely minden esetben kisebb volt, mint a tömbi anyag ezen értéke. A tömbi minták esetén már a kísérletek során sikerült megmutatnom, hogy az ekvivalens alakváltozás növelésével az anyag nyírófeszültség értéke is növekszik. Mivel a tömbi minta értékei közel megegyeznek a már mások által megadott értékekkel ezért megállapíthatjuk, hogy a szerszám alkalmas lehet a kis geometriájú tömbi anyagok jellemzésére is. A vizsgálat során mért erő (mérnöki feszültség) és elmozdulás diagramok részletesebb kiértékelése, valamint az elnyírt próbatestek pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálati eredménye alapján megállapítottam, hogy a vizsgálat alapján kapott nyírószilárdság értéken túl még nagyon sok információ kapható:

- A nyírógörbe jellege (az erő szint ingadozása) megmutatja, ha a nyírási sík és a kompozit határrétege nem esik egybe és a nyírás nem a réteghatáron hanem a réteg belsejében megy végbe.
- Tömbi anyag vizsgálata során a nyírógörbe jellege alapján a nyírás hatására való felkeményedés jelenléte detektálható a feszültség-elmozdulás görbe karakterisztikájában.

Továbbiakban szeretném a szerszámot ezen eredmények alapján újra tervezni, és immáron 2 irányból állíthatóvá tenni annak érdekében, hogy a vizsgálandó anyagot a szerszám tökéletesen, illesztési hézagoktól mentesen körbe vegye. Reményeim szerint ezzel a reprodukálhatóság tovább javul. Szeretném a pozíció állító fenékbetéteket erőmérő cellával ellátni, hogy megbizonyosodjunk, hogy a folyamat valóban közel tiszta nyírás módján megy végbe, és a fellépő erők normál irányban jelentéktelenek. Jelenlegi analitikus számításaink szerint ez maximum 5% hibát eredményezhet a legrosszabb esetben is. Azonban ezzel a fejlesztéssel ezt hibát várhatóan eliminálni tudjuk. Szeretném továbbá a szerszámot más anyagok vizsgálatára is használni, mint például a már általam korábban vizsgált, hengerléssel és FALEP módszerrel készített NbTi/Cu kompozitok esetében is.

7. Köszönetnyilvánítás

Kutatómunkám során kapott segítséget szeretném megköszönni konzulenseimnek és az FKNI intézet minden dolgozójának. Külön szeretném megköszönni a szakítógép kezelésében nyújtott segítséget Dr. Mikó Tamásnak és Dr. Koncz-Horváth Dánielnek az izgalmas pásztázó elektromikroszkópos vizsgálatokban nyújtott segítséget. A kutatómunkát az OTKA K143800 számú „Tömbi és kompozit nanoszerkezetű fémek előállításának új módjai, kísérletek, jellemzés és modellezés” című projekt is támogatta. Sepsi Máté kutatása a Kulturális és Innovációs Minisztérium ÚNKP-23-4-I-ME. kódszámú Új Nemzeti Kiválóság Programjának a Nemzeti Kutatási, Fejlesztési és Innovációs Alapból finanszírozott szakmai támogatásával készült.

8. Irodalmi hivatkozások

- [1] R. G. Hoagland, R. J. Kurtz, és C. H. Henager, „Slip resistance of interfaces and the strength of metallic multilayer composites”, *Scripta Materialia*, köt. 50, sz. 6, o. 775–779, márc. 2004, doi: 10.1016/j.scriptamat.2003.11.059.
- [2] N. Bay, „Cold Pressure Welding—The Mechanisms Governing Bonding”, *Journal of Engineering for Industry*, köt. 101, sz. 2, o. 121–127, máj. 1979, doi: 10.1115/1.3439484.
- [3] H. A. Mohamed és J. Washburn, „Mechanism of Solid State Pressure Welding”.
- [4] D. Labus Zlatanovic, J. Pierre Bergmann, S. Balos, J. Hildebrand, M. Bojanic-Sejat, és S. Goel, „Effect of surface oxide layers in solid-state welding of aluminium alloys – review”, *Science and Technology of Welding and Joining*, köt. 28, sz. 5, o. 331–351, júl. 2023, doi: 10.1080/13621718.2023.2165603.
- [5] L. Y. Sheng, F. Yang, T. F. Xi, C. Lai, és H. Q. Ye, „Influence of heat treatment on interface of Cu/Al bimetal composite fabricated by cold rolling”, *Composites Part B: Engineering*, köt. 42, sz. 6, o. 1468–1473, szept. 2011, doi: 10.1016/j.compositesb.2011.04.045.
- [6] V. Kárpáti és M. Szűcs, „Lemezek kötőhengerlésének elméleti alapjai és alkalmazásai”, 2022.
- [7] A. Rahman, C. Ai, C. Xin, X. Gao, és Y. Lu, „State-of-the-art review of interface bond testing devices for pavement layers: toward the standardization procedure”, *Journal of Adhesion Science and Technology*, köt. 31, sz. 2, o. 109–126, jan. 2017, doi: 10.1080/01694243.2016.1205240.
- [8] R. H. Swan és T. D. Stark, „Multi-Layer Interface Shear Testing”, 2019.
- [9] A. M. Ismail, C. Bourauel, A. ElBanna, és T. Salah Eldin, „Micro versus Macro Shear Bond Strength Testing of Dentin-Composite Interface Using Chisel and Wireloop Loading Techniques”, *Dentistry Journal*, köt. 9, sz. 12, o. 140, nov. 2021, doi: 10.3390/dj9120140.
- [10] M. D. Bartlett, S. W. Case, A. J. Kinloch, és D. A. Dillard, „Peel tests for quantifying adhesion and toughness: A review”, *Progress in Materials Science*, köt. 137, o. 101086, aug. 2023, doi: 10.1016/j.pmatsci.2023.101086.
- [11] Q. Li, R. C. Batra, I. Graham, és D. A. Dillard, „Examining T-peel specimen bond length effects: Experimental and numerical explorations of transitions to steady-state debonding”, *International Journal of Solids and Structures*, köt. 180–181, o. 72–83, dec. 2019, doi: 10.1016/j.ijsolstr.2019.07.012.
- [12] „D 1876 – 08- Standard Test Method for Peel Resistance of Adhesives (T-Peel Test)”.

9. Melléklet

