

EÖTVÖS LORÁND TUDOMÁNYEGYETEM  
TERMÉSZETTUDOMÁNYI KAR

TUDOMÁNYOS DIÁKKÖRI KONFERENCIA

**MODERN ALUMÍNIUM ÖTVÖZETEK MECHANIKAI  
TULAJDONSÁGAINAK VIZSGÁLATA**

Boldizsár Bálint  
Fizikus MSc. I.

Témavezető:  
Jenei Péter

ELTE TTK Anyagfizikai Tanszék

2019. november 16.



# Kivonat

Az anyagtudományi kutatások egyik fontos területe az anyagok mechanikai tulajdonságainak meghatározása, valamint a mikroszerkezeti paraméterekkel való kapcsolatának felderítése. A mai modern módszerekkel előállított anyagok vizsgálatának egyik nagy problémája, hogy általában kis mennyiség áll rendelkezésre a mérésre, így a klasszikus húzó és nyomó vizsgálatok elvégzése lehetetlen. Dolgozatomban benyomó vizsgálatokkal, úgy mint keménységméréssel és benyomódási kúszással foglalkozok, melyek alkalmasak kis minták vizsgálatára is.

Az ELTE Anyagfizikai Tanszékén található egy régebbi, helyi tervezésű benyomódási kúszásmérő. Kutatásom részeként ezt az eszközt újítottam fel és kalibráltam. A mérések során a mintát különböző hőmérsékletekre felfűtöm, majd adott átmérőjű benyomófejjel (edzett acél, illetve kerámia) állandó terhelés mellett vizsgálom a plasztikus deformációt. A terhelést mérés közben változtatni is tudom. Először az eszköz kalibrációját csináltam meg, majd benyomófejeket készítettem, ugyanis a régi fejek rossz állapotban voltak: régi kerámiafejeket csiszoltam le, illetve újonnan esztergált acélfejeket edzettem meg. Az új edzett acél benyomófejek Vickers-keménységét megmértem, az eredmények alapján bátran használhatóak a dolgozatban szereplő anyagok vizsgálatához. Ezután alumínium mintákkal végeztem próbaméréseket, hogy teszteljem az eszköz pontosságát és megbízhatóságát.

A kutatásom során Al-4,8Zn-1,2Mg-0,14Zr (wt%) mintákat vizsgáltam. Megvizsgálom a nagymértékű képlékeny alakításnak (könyöksajtólással, equal-channel angular pressing, ECAP) alávetett próbatestek mechanikai tulajdonságait, majd összehasonlítom a hőkezelt kiindulási anyagéval. A kúszásmérést (140-165)<sup>o</sup>C fok között végeztem el. Célom volt a könyöksajtolt minta sebességérzékenységi paraméterének és aktivációs energiájának meghatározása. A benyomódási kúszásmérések elvégzése után megvizsgáltam röntgendiffrakcióval, hogy a hőkezelésnek illetve a nagy mértékű deformációnak milyen hatása van a szemcseméret megváltozására; továbbá pásztázó elektronmikroszkóppal igazoltam, hogy a kúszási mechanizmus szemcsehatárcsúszáshoz köthető.

# Tartalomjegyzék

<b>Tartalomjegyzék</b>	<b>2</b>
<b>1. Bevezető</b>	<b>3</b>
<b>2. Irodalmi áttekintés</b>	<b>5</b>
<b>3. Kísérleti módszerek</b>	<b>6</b>
3.1. A vizsgált ötvözet előállítása . . . . .	6
3.2. Elméleti háttér . . . . .	7
3.2.1. Kúszás . . . . .	7
3.2.2. Keménységi tesztek . . . . .	8
3.2.3. Deformációs- és feszültségtér a benyomódás alatt . . . . .	9
3.2.4. Röntgendiffrakció . . . . .	10
3.3. Kísérleti módszerek . . . . .	12
3.3.1. Könyöksajtolás . . . . .	12
3.3.2. Benyomódási kúszásmérő . . . . .	13
3.3.3. Ekvivalens feszültség és nyújtási sebesség . . . . .	14
3.3.4. Hatványtörvényszerű kúszás . . . . .	15
3.3.5. Elektronmikroszkópia . . . . .	16
<b>4. Eredmények</b>	<b>18</b>
4.1. Benyomófejek keménysége . . . . .	18
4.2. Benyomódási kúszásmérés . . . . .	20
4.3. Vizsgált minták keménysége . . . . .	26
4.4. Röntgendiffrakció . . . . .	27
4.5. Szemcseméreték, kiválások . . . . .	29
<b>5. Összegzés</b>	<b>31</b>
<b>Köszönetnyilvánítás</b>	<b>33</b>
<b>A. függelék: A kutatómunkához használt eszközök</b>	<b>34</b>
<b>B. függelék: További táblázatok</b>	<b>36</b>

# 1. Bevezető

Anyagtudomány. Számos kép villanhat fel e szó kapcsán a fejünkben, többek között laboratóriumi munkák, a méréseket leíró elméleti számolások, empirikus formulák felállítása, vagy a modelleket leíró szimulációk készítése. Azonban az anyagtudományi kutatásokat a mindennapi életünket segítő technikai újítások inspirálják. Gondoljunk csak például arra, hogy milyen elképzelhetetlen lenne az életünk elektronikus eszközök, autók, repülőik, műanyagok stb. nélkül, ezek megvalósításához mind-mind nélkülözhetetlenek az anyagtudományi fejlesztések.

Az anyagtudományi kutatások fő célja tehát egyrészt új anyagok előállítása, illetve ezen anyagok főként mechanikai, termikus, elektromos és mágneses tulajdonságainak mérése. Dolgozatomban a mechanikai tulajdonságok közül vizsgálom meg párat; benyomódási vizsgálatokkal kúszási méréseket és keménységmérést végeztem el. A kúszási vizsgálatok jelentősége abban rejlik, hogy segítségével megérthető, hogy az anyagok hogyan deformálódnak képlékenyen az idő múlásával (különösképpen érdekes a magas hőmérsékleti viselkedés vizsgálata) nagy jelentőséget tölthet be extrém körülményeknek kitett berendezések szilárdságában. Ilyen fontos esetek például, hogy egy atomerőműben vagy repülőgéphaajtóművekben magas hőmérsékleten, nagy terhelésnek kitéve mennyire stabilak az alkotó anyagok hosszú időskálán.

Dolgozatom fő témája az ultrafinomszemcsés Al-4,8Zn-1,2Mg-0,14Zr (wt%) ötvözet vizsgálata, melynek hőkezelés határára történt szerkezeti változásairól az [1, 2] hivatkozásban olvashatunk. Kutatásom során ezen túlmenően az anyag benyomódási kúszását vizsgáltam, azonban a mérések során számos egyéb anyagszerkezeti vizsgálatot is el kellett végezni (úgy mint röntgendiffrakció, pásztázó elektronmikroszkópia), így ezeknek az elméletét is részletezem a későbbiekben.

A benyomódási vizsgálatokat gyakran használják anyagok plasztikus (képlékeny) tulajdonságainak mérésére; ilyenek például a különböző keménységi tesztek (mint a Vickers-keménységi teszt, ld. 3.2.2. rész), vagy az általam is vizsgált benyomódási kúszás vizsgálata. A plasztikus tulajdonságok vizsgálatának másik módja a nyújtási mérések, melyek értelmezése többnyire sokkal egyszerűbb (pl. egytengelyű nyújtás), azonban a fizikai megvalósítás általában bonyolultabb – gondoskodni kell a minták megfelelő befogásáról, továbbá általában nagyobb mintára is szükség van a mérés elvégzéséhez, ami egy speciális anyagnál, melyből kevés áll rendelkezésünkre, nem teszi lehetővé az ilyen jellegű vizsgálatot. Habár a benyomódási vizsgálatoknál a deformációs tér sokkal bonyolultabb alakot ölt (inhomogén és multiaxiális), a mérés kivitelezése sokkal egyszerűbb, ezért kiterjedten foglalkoznak benyomódási mérésekkel az anyagtudományi kutatások során; empirikus szabályok alapján pedig összehasonlíthatóvá váltak a nyújtási és benyomódási vizsgálatok eredményei.

A legtöbb benyomódási vizsgálat az anyagok statikus képlékeny tulajdonságát vizsgálja, mint például a keménységet vagy a folyáshatárt. Az anyagok időfüggő tulajdonságait (pl. kúszás) általában nyújtási tesztekkel szokás megvalósítani, azonban a fent részletezett okok miatt praktikus benyomódási vizsgálatokkal is módot teremteni az ilyen paraméterek mé-

résére. A benyomódási kúszás vizsgálatokkal többek között lehetővé válik a vizsgált anyag sebességérzékenységi paraméterének és aktivációs energiájának meghatározása.

## 2. Irodalmi áttekintés

Nagy figyelemnek örvendnek manapság az ún. 7xxx típusú ultrafinomszemcsés (UFG: ultra-fine grain) Al-Zn-Mg ötvözetek, hiszen alacsony hőmérsékleten is szuperképlékeny viselkedést mutatnak, így nagy mértékben deformálhatóak, mégis nagy keménységűek. Ezen tulajdonságaik alapján jelentős technológiai szerepet tölthetnek be.

Szuperképlékenynek (SP: superplasticity) nevezzük általában azokat az anyagokat, melyek jelentős, tipikusan 600%-os nyújtási deformációt is el tudnak viselni törés nélkül. Szuperképlékenység általában magas hőmérsékleten jelentkezik finomszemcsés vagy ultrafinomszemcsés<sup>1</sup> fémeknél, illetve kerámiáknál [3,4]. Fontos továbbá, hogy a szemcsehatárok termikusan stabilak legyenek magas hőmérsékleten is, ugyanis a szuperképlékenység a szemcsehatárcsúszáshoz (GBS: grain boundary sliding) köthető.

Az általam vizsgált Al-4,8Zn-1,2Mg-0,14Zr (wt%) ötvözet az elkészítése során tútelített állapotba került. A tútelített<sup>2</sup> Al-Zn-Mg ötvözeteket különböző hőmérsékletű hőkezelésnek alávetve változatos stabil és metastabil kiválások jelenhetnek meg [5–8], mellyel az ötvözet mechanikai tulajdonságai szabályozhatóvá válnak. Sőt, mivel az ötvözőanyagok koncentrációja az egyensúlyi koncentrációnál nagyobb, metastabil állapotban van, ezért akár már szobahőmérsékleten is kialakulhatnak kiválások az idő múltával, ezeket a (3-10) nm nagyságrendbe eső, oldott anyagokból álló tartományokat nevezik Guinier–Preston zónának (GP zónák) [9]. Az általam vizsgált ötvözetben MgZn<sub>2</sub> kiválások kialakulása a jellemző [10]. Fontos megemlíteni, hogy ezek a GP-zónák kialakulása az anyag jelentős megerősödéséhez vezethetnek.

A mechanikai tulajdonságok javításához gyakran használt módszerek a nagy mértékű képlékeny deformációs módszerek (SPD: severe plastic deformation), úgy mint a nagynyomású csavarás (HPT: high pressure torsion) és a könyöksajtolás (ECAP: equal-channel angular pressing), melyek során ultrafinomszemcsés vagy akár nanofinomszemcsés anyagok is létrejöhetnek, azaz megváltozik az anyag mikroszerkezete. Ilyen módon a deformált anyag szilárdsága nő. Előfordul az is, hogy jobban alakíthatóvá válik; elérhető esetleg a szuperképlékenység is, melyet már korábban részleteztem. Az elmúlt pár évtizedben emiatt jelentősen megnőtt az ilyen SPD módszerekkel deformált tútelített anyagok vizsgálata [11–13].

Dolgozatomban a könyöksajtolással kialakított ultrafinomszemcsés Al-4,8Zn-1,2Mg-0,14Zr (wt%) ötvözet mechanikai tulajdonságait vizsgálom. Összegzem a hőkezelésnek kitett anyag ismert tulajdonságait, továbbá részletezem a kutatásom során felújított eszközzel végzett benyomódási kúszás mérések eredményeit. A könyöksajtolás mintával végzett mérési eredményeimet összevetem a kiindulási anyaggal végzett méréseimmel.

---

<sup>1</sup> Finomszemcsés egy anyag, ha a jellemző szemcsemérete  $\sim 20 \mu\text{m}$ -nél kisebb, ultrafinomszemcsés anyagról pedig  $\sim 1 \mu\text{m}$ -nél kisebb szemcseméret esetén beszélünk.

<sup>2</sup> Az előállításuk során homogéneen beoldódnak az ötvözőanyagok az Al mátrixba, majd quench-elés, gyors hűtés hatására ezek befagynak, így tútelített, állapotba kerül az ötvözet, azaz a benne lévő ötvözőanyagok az egyensúlyi koncentrációnál nagyobb tömegszázalékban vannak jelen benne.

### 3. Kísérleti módszerek

Ebben a fejezetben részletezem az általam vizsgált mintát, annak előállítását, az alkalmazott kísérleti módszereket, illetve a hozzájuk szükséges elméleti háttérrel.

#### 3.1. A vizsgált ötvözet előállítása

Anyagok mechanikai tulajdonságainak mérésekor fontos tudni a minták előéletéről, ugyanis ez nagyban befolyásolja a mechanikai paramétereket. Kutatásom során célom volt megvizsgálni az UFG Al-4,8%Zn-1,2%Mg-0,14%Zr (wt%) ötvözet könyöksajtolás utáni mechanikai paramétereit, és összevetni ezeket a kiindulási quench-elt anyagéval. Ennek érdekében benyomódási kúszás méréseket végeztem el egy-egy 120°C-on és 170°C-on hőkezelt mintán. Ezek a hőkezelési hőmérsékletek gyakran használtak az ilyen típusú homogenizált, deformálatlan ötvözeteknél, ugyanis transzmissziós elektronmikroszkóp (TEM) felvételek alapján ezen két hőmérséklet környékén figyelhető meg a kiválások sűrűségének megnövekedése [14,15]. Ezután mintákat vágtam egy ECAP-os rúdból, így a nagy mértékű deformációnak alávetett anyag kúszási tulajdonságaira is fény derülhetett.

Az anyag előállítása a következőképp történt: először 470°C-on lett homogenizálva 8 órán keresztül, majd 380°C-on 10 × 40 mm<sup>2</sup> lappá préselték. Ekkor a tipikus szemcseméret 10 μm körül volt. Ezután 10 mm átmérőjű 70 mm hosszú hengerek lettek belőle készítve, melyeket újfent 470°C-on 30 percig hőkezelésnek vetettek alá, majd vízzel quench-elték<sup>3</sup>, hogy túlte-lített állapotba kerüljön [1]. Az ilyen módon kialakított minták egy részét 120°C-on illetve 170°C-on hőkezelték olajfürdőben két órán keresztül. A minták másik részéből nagy mértékű deformációval ultrafinomszemcsés szerkezetű anyagot állítottak elő. Az UFG szerkezet előállításához HPT (high pressure torsion; nagynyomású csavarás [2]) és ECAP (equal-channel angular pressing; könyöksajtolás [1]) módszerekkel deformációnak vetették alá; én a könyöksajtolással deformált mintát vizsgáltam. A minta szobahőmérsékleten négyszer lett átnyomva a könyökön a quench-elést követő 10 percen belül. Az ECAP-könyök belül 90°-ba volt állítva, míg a külső él 20°-os csavarást fejt ki. A mintákat B<sub>c</sub> rutint követve deformálták, azaz a hosszanti tengelyük mentén 90°-kal lettek elforgatva minden átnyomás után.

A dolgozatban a vizsgált mintákra a következőképp fogok hivatkozni:

- Q+170C: quench-elt, illetve 170°C-on 2h-n keresztül olajfürdőben hőkezelt minta
- Q+120C: quench-elt, 120°C-on 2h-n át hőkezelt minta
- ECAP RT: könyöksajtoló, nem benyomott (és így nem is hőkezelt) Al-4,8Zn-1,2Mg-0,14Zr ötvözet

---

<sup>3</sup> Quench-elésnek hívják a hirtelen hűtés folyamatát, mely során tipikusan szobahőmérsékletű vízbe vagy olajba merítik a magas hőmérsékletű testet. A folyamat során a magas hőmérsékleten kialakult szerkezet befagy, az általam vizsgált ötvözetnél például a nagy tömegszázalékban homogénean beoldott anyag nem csapódik ki, nem alakulnak ki kiválások. Hőkezeléssel ez a „befagyott” szerkezet megszüntethető.

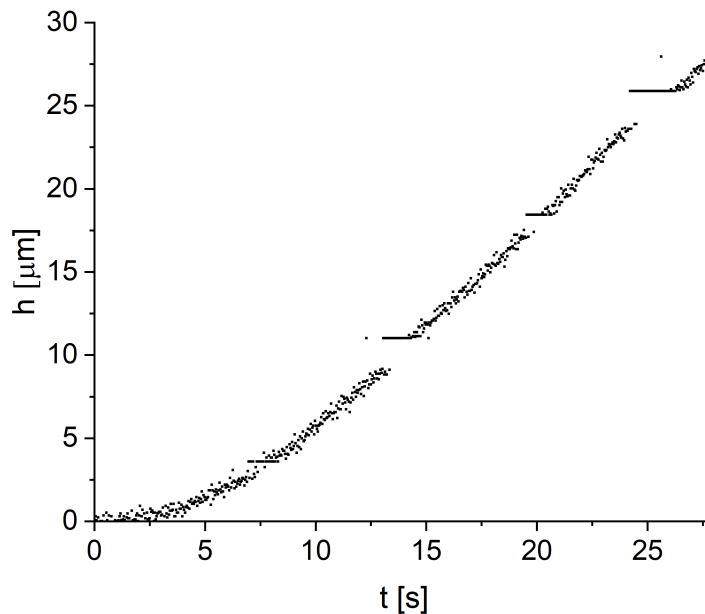
- ECAP 141C: könyöksajtolt, 141°C-on benyomódási kúzásnak alávetett minta
- ECAP 149C: könyöksajtolt, 149°C-on kúszatott minta
- ECAP 163C: ECAP-os, 163°C-on kúszatott minta

## 3.2. Elméleti háttér

Ebben a részben részletezem a mérés kivitelezéséhez szükséges módszerek elméleti háttérét.

### 3.2.1. Kúzás

Kúzásnak nevezzük az állandó feszültség mellett<sup>4</sup> bekövetkező időfüggő képlékeny alakváltozást magas hőmérsékleten, gyakran  $0,5T_m$  környékén, ahol  $T_m$  az olvadási hőmérséklet. Az 1. ábrán látható, hogy a terhelés kezdetétől számítva egy rövid traniens jelenség látható<sup>5</sup>, majd a deformációs sebesség ( $\dot{\epsilon} = d\epsilon/dt$ ) konstans lesz<sup>6</sup>; ezt a szakaszt hívják szekunder kúzásnak.



**1. ábra.** Tranziens jelenség a benyomódás kezdetétől számítva. Látható, hogy a deformációs sebesség állandósul. Megfigyelhetjük, hogy bizonyos esetekben időben konstans értéket vesz fel az elmozdulás. Ezek a konstans részek szabályos közönként,  $7,42 \mu\text{m}$ -enként következnek, és ha az elmozdulás egy kis sávon belülre kerül, az összes adatponthoz a program ezt az értéket rendeli hozzá. A szabályosság miatt egyértelmű, hogy ez a kiolvasó elektronika hibája.

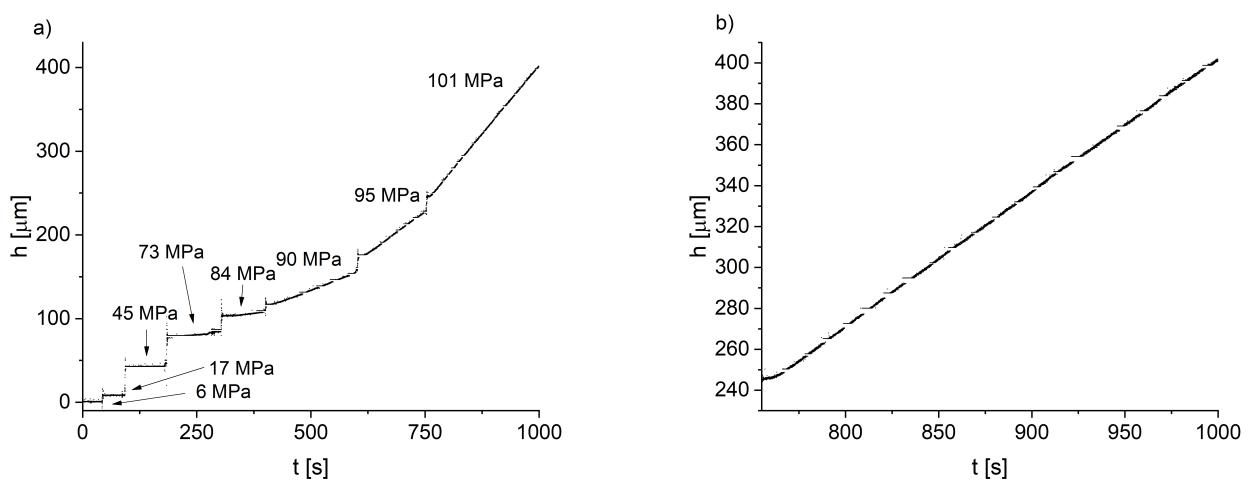
<sup>4</sup> Léteznek olyan eszközök is, melyeknél állandó sebességgel deformálják a mintát, és mérik az erőt, illetve a hozzá tartozó feszültséget – ilyen módon is meghatározható a később részletezett sebességérzékelési paraméter.

<sup>5</sup> Ezt szokás primer kúzásnak is nevezni, amikor a  $\dot{\epsilon} \equiv d\epsilon/dt$  változik az idő függvényében.

<sup>6</sup> A deformációs sebesség ( $\dot{\epsilon} \equiv d\epsilon/dt$ ) tipikus értékei nyújtási vizsgálatok esetén  $10^{-4}$  1/s nagyságrendbe esnek, azonban általános megfigyelés, hogy ha ezt lecsökkentjük ( $10^{-7}$ – $10^{-6}$ ) 1/s-ra, a folyáshatár jelentősen lecsökken – ebbe a nagyságrendbe esnek a mi méréseink is.



Elméletileg létezik még egy harmadik szakasz is, az ún. tercier kúszás, amikor  $\dot{\epsilon}$  megint nőni kezd, ez az anyag szakadásához vezethet – ezt a mérésünk során nem tudjuk kimérni. A 2.a ábrán látható egy tipikus általam végrehajtott benyomódási kúszásmérés, amin látható az adott időpillanatbeli benyomódás mértéke. Az ábrán fel vannak tüntetve az aktuális terhelések MPa-ban. A 2.b ábrán látható, hogy a tranziens jelenség után a deformáció az időben lineáris, azaz nem jelenik meg extra súrlódás a benyomófej és az anyag között, ami megghamisítaná az eredményeinket. Az 1. ábrán látható, hogy bizonyos esetekben időben konstans értéket vesz fel az elmozdulás. Ez a mérési adatokat kiolvasó elektronika hibája, melynek orvoslása folyamatban van. Szerencsére ezek a „platók” hibahatáron belül nem módosítják a sebességérzékenységi paraméterre kapott eredményeket. A kúszás és ezen szakaszok közötti



**2. ábra.** Al próbatest kúszatása  $285^\circ\text{C}$ -on. Az a) ábrán látható a benyomás ( $h$ ) időfüggése. Az ábrán fel vannak tüntetve az aktuális terhelések is. A b) ábrán látható, hogy adott terhelés mellett hosszú ideig is a deformációs sebesség állandósul egy rövid tranziens jelenség után.

különbségek megértését a diszlokációkban kell keresnünk. Az első szakasz során a terhelés hatására megváltozik a diszlokációk szerkezete, az anyag keményedik. A második szakasz során ezt a keményedést az anyag megújulása egyensúlyozza (például diszlokáció annihiláció révén), így a deformációs sebesség közel állandóvá válik.

### 3.2.2. Keménységi tesztek

A benyomódási kúszás vizsgálatoknál fontos kritérium a benyomófejjel szemben, hogy az megfelelő keménységű legyen, hiszen a mért deformációnak csak a vizsgálandó minta deformációját szabad tartalmaznia, a benyomófejét nem<sup>7</sup>. Az eszközhöz tartozó régi acélfejek meglágyultak, ezért új acélfejeket kellett edzeni, melyeknek a keménységét is megmértem. Ezen vizsgálatokhoz egy ZwickRoell ZH $\mu$  típusú eszközt használtam (ld. a függelékben, 19c.

<sup>7</sup> Benyomódási vizsgálatokhoz ezért általában edzett acélból, kerámiából, ritka esetben gyémántból készült benyomófejeket használnak.

ábrán), amivel az anyagok Vickers-keménysége meghatározható.

Általánosságban a keménység az anyag egy karakterisztikus tulajdonsága, mely a benyomódással szembeni ellenállás mértékét fejezi ki. A keménységméréseknél állandó terhelés mellett vizsgálják a benyomódás mértékét; minél kisebb a benyomás nagysága, annál keményebb a vizsgált anyag. Számos keménységmérési módszer létezik (pl. Brinell-teszt, Meyer-teszt, Vickers-teszt), én a Vickers-féle módszert alkalmaztam. A Vickers-keménységi tesztek (mikrokeménység teszt) általában kis mintáknál, vékony rétegeknél szokás használni.

A Vickers-módszernél viszonylag kis súlyokkal<sup>8</sup> egy piramis alakú éken keresztül történik a benyomódás adott ideig (tipikusan 10–15 s-ig), majd a keletkezett deformáció nagyságából kiszámolható az ún. Vickers-keménység. A négyzetes alapú piramis alak alkalmazása azért célszerű, mert így a benyomódás alakja geometriailag hasonló a mérettől függetlenül, továbbá jól meghatározható pontjai lesznek a méréseknek (a piramis alakú benyomódás átlóinak végpontjai). Benyomófejnek a hatalmas keménysége miatt gyémántot szokás használni. A fej fizikai paraméterei alapján a benyomódás felülete

$$A = \frac{d^2}{2 \sin(136^\circ/2)} \approx \frac{d^2}{1,8544} [\text{mm}^2], \quad (1)$$

illetve ha  $F$  az alkalmazott erő, akkor a HV Vickers-keménység kifejezhető, mint:

$$HV = \frac{F}{A} \approx 0,1891 \frac{F}{d^2} [\text{N/mm}^2]. \quad (2)$$

A mérések hátránya, hogy a vizsgálandó anyagot precízen polírozni kell, ugyanis a benyomódás nagysága meglehetősen kicsi, így csak „sima” felület esetén lehet pontosan meghatározni a keménységet, továbbá a vizsgálandó mintának a lehető legjobban merőlegesnek kell lennie a benyomófejre. Látni fogjuk a későbbiekben (3. ábra), hogy a benyomódásoknál a deformálódott anyagdarab a benyomódás nagyságának megközelítőleg ötszöröse, tehát a további méréseket legalább ekkora távolsággal arrébb lehet csak elvégezni<sup>9</sup>. Belátható [16], hogy a deformációs sebesség, a Vickers-keménység és a folyáshatár között az alábbi összefüggések állnak fent:

$$\dot{\epsilon} = -\frac{1}{H} \frac{dH}{dt} \quad \text{és} \quad \sigma \approx \frac{H}{3}, \quad (3)$$

azaz a Vickers-keménység közel harmada a folyáshatár.

### 3.2.3. Deformációs- és feszültségtér a benyomódás alatt

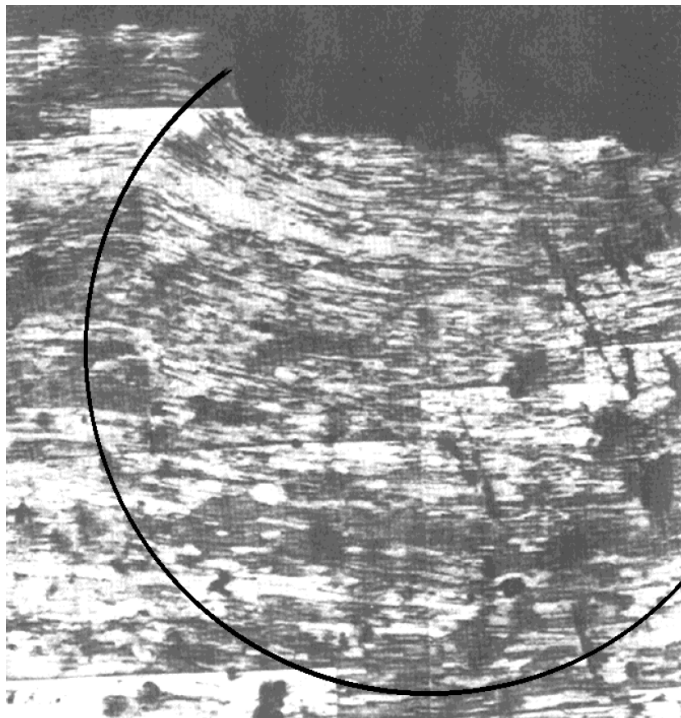
Ahogy az 1. fejezetben is említettem már, a kúszást általában nyújtási vizsgálatokkal szokás mérni, azonban sok esetben praktikusabb benyomódási méréseket végezni. Ezen mérések hátránya, hogy maga a mechanizmus, illetve a benyomódás alatti deformációs és feszültségtér

<sup>8</sup> A súlyok tipikus nagysága (10-2000) g között van, én a méréseim során a 0,5 kg-os és a 2 kg-os terhelést alkalmaztam.

<sup>9</sup> Hasonlóan fontos, hogy emiatt a keménységmérést nem lehet közvetlenül az minta szélén elvégezni.

sokkal bonyolultabb alakot ölt. Ahhoz, hogy analitikus kapcsolatot teremthessünk a húzási és benyomódási mérések között, meg kell vizsgálnunk kísérletileg és elméletileg is a lokális deformációs- és feszültségteret. Számos esetben vizsgálták már meg kísérletileg [17], analitikusan [18] illetve a végeelem analízis módszerével [19] ezeket a tereket.

Méréseim során hengeres benyomófejeket használtam, amelyek alatt a rugalmas alakváltozásra egyszerű leírásmódot adtak a '60-as évek végén [20]. A plasztikus deformáció során jelentősen deformálódik a benyomódás alatt az anyag; nem csak a benyomódásnál kell számolni tehát a deformációval, hanem kísérletileg az figyelhető meg (3. ábra), hogy a benyomódás nagyságának attól kb. ötszörös távolságig is megfigyelhető egy nagyjából gömb alakú torzulás. Ennek jelentősége abban áll, hogy az általunk elvégzett méréseket egyrészt nem lehet a minta szélén elvégezni, másrészt a benyomódás nem lehet nagyobb a minta vastagságának ötödénél, hogy tisztán a minta, és ne a mintatartó deformációját mérjük. Mivel a benyomófejekkel 600-650  $\mu\text{m}$ -t lehet benyomni, ezért 3-4 mm vastag mintát célszerű használni a maximális kihasználtság miatt.



**3. ábra.** Deformációs tér közvetlenül a benyomódás alatt a [17] hivatkozás alapján. Látható, hogy megközelítőleg a benyomódás nagyságának ötszörösén történik deformáció az anyagban.

### 3.2.4. Röntgendiffrakció

A hőkezelés és az anyag deformációja jelentősen megváltoztathatja az átlagos szemcseméretet, melyről röntgendiffrakció segítségével információt szerezhethetünk. Ehhez a 19d. ábrán látható Rigaku gyártmányú röntgendiffraktométert használtuk. A röntgensugárzás forrása a réz  $K_{\alpha}$  karakterisztikus sugárzása; a számolásokhoz a  $K_{\alpha_1}$  vonalait használtam (ennek nagyobb az

intenzitása). A sugárzás hullámhossza  $\lambda = 0,15406$  nm.

Ha a röntgensugárzás hullámhossza egy nagyságrendbe esik a vizsgált anyag rácssíkjainak távolságával, akkor a röntgennyaláb diffraktálódik (a számolásokhoz feltesszük, hogy a szórás rugalmas, koherens és egyszeres szórások vannak csak). Ekkor a diffrakciós képen akkor kapunk intenzitásmaximumokat, ha igaz a Laue-feltétel, miszerint

$$\mathbf{k} - \mathbf{k}_0 = \mathbf{g}_{hkl}, \quad (4)$$

ahol  $\mathbf{k}_0$  a bejövő sugárzás hullámszámvektora,  $\mathbf{k}$  a szórt sugárzás hullámszámvektora,  $\mathbf{g}_{hkl}$  pedig a (hkl) Miller-indexhez tartozó reciprokrácsvektor. Belátható, hogyha a vizsgált kristályráciban a párhuzamos rácssíkok távolsága  $d_{hkl}$ , akkor erre igaz, hogy  $d_{hkl} = 2\pi/|\mathbf{g}_{hkl}|$ . Mivel továbbá az is igaz, hogy  $|\mathbf{k}| = |\mathbf{k}_0| = 2\pi/\lambda$ , ahol  $\lambda$  a sugárzás hullámhossza, ezért az előbbi feltétel az intenzitásmaximumra átírható, mint:

$$2d_{hkl} \sin \vartheta = \lambda, \quad (5)$$

ezt hívják Bragg-egyenletnek,  $\vartheta$  pedig a Bragg-szög úgy, hogy a  $\mathbf{k}$  és  $\mathbf{k}_0$  által bezárt szög  $2\vartheta$ .

A mérés során a detektorok  $2\vartheta$  szögét változtatjuk szimmetrikusan, és mérjük a beütések számát; az így készült ábrát hívjuk diffraktogramnak (lásd a 15.a ábra), amin a csúcsoknál feltüntettem a hozzá tartozó Miller-indexeket is, melyet a vizsgált anyag diffrakciós kártyájáról is azonosíthatunk.

A véges szemcseméret, a rácshibák deformációs tere az eszköz véges felbontóképessége miatt a vonalak Dirac- $\delta$  helyett kiszélesednek, ezáltal a kiszélesedés mértékéből következtethetünk a szemcseméret és a deformáció változására. Ezt a módszert használtam vizsgálataim során a szerkezet változásának meghatározására (mely a hőkezelés illetve külső deformáció következménye). Megmutatható, hogy gömb alakú szemcsék esetén a szemcseméretből származó vonalkiszélesedés nem függ sem a (hkl) indexektől, sem pedig  $|\mathbf{g}_{hkl}|$ -től, míg a deformációból eredő vonalkiszélesedés növekszik, ha nő a reciprokrácsvektor hossza. Ezt használja ki az ún. Williamson–Hall-ábrázolás, aminél a különböző diffrakciós indexű (hkl) vonalak félértékszélességét (FWHM: full width at half maximum) ábrázolják a  $\mathbf{g}$  hosszának függvényében. Itt

$$\text{FWHM} = \frac{\cos(\theta)(\Delta 2\theta)}{\lambda}, \quad (6)$$

ahol  $\Delta 2\theta$  a görbe félértékszélessége. Amennyiben a vonalkiszélesedést diszlokációk okozzák, kiderül, hogy FWHM értéke csak a  $g^2\bar{C}$  mennyiségtől függ, ahol

$$\bar{C} = \bar{C}_{h00} \left( 1 - q \frac{h^2k^2 + h^2l^2 + k^2l^2}{(h^2 + k^2 + l^2)^2} \right). \quad (7)$$

Itt  $\bar{C}_{h00}$  az ún. átlagos diszlokáció kontraszt faktor,  $q$  pedig a diszlokációk típusát (csavar/él) jellemző faktor. Alumínium esetén  $\bar{C}_{h00} = 0,19$ ,  $q$  pedig a  $q \in (0,36; 1,33)$  tartományban kell legyen.

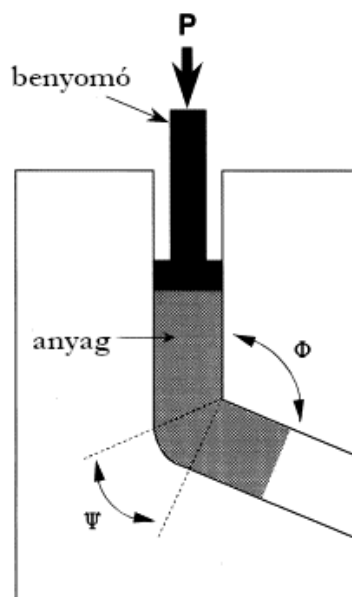
### 3.3. Kísérleti módszerek

Alább részletezem a használt kísérleti módszereket.

#### 3.3.1. Könyöksajtolás

A jobb mechanikai tulajdonságok eléréséhez (pl. nagyobb keménység) jól bevált módszer az anyagok nagy mértékű képlékeny deformációja. Ehhez gyakran használt módszerek a nagynyomású csavarás (HPT) és a könyöksajtolás (ECAP), az általam vizsgált minta is könyöksajtolásos deformáción esett át.

A könyöksajtolást kiterjedten használják az ipar számára is jelentős anyagoknál, ugyanis ez lehetővé teszi nagy kiterjedésű anyagok nagy mértékű deformációját is. A folyamat során a mintát egy olyan présen nyomják keresztül, mely két azonos keresztmetszetű, egymással valamekkora szöget bezáró csatornából áll. Így az anyag a présen való átnyomás közben jelentős nyírási deformációt szenved el. A folyamatot két szöggel jellemezhetjük: az egyik a már korábban is említett, a két csatorna által bezárt szög (a 4. ábrán  $\Phi$ ), de fontos az a szög is, mely a külső él görbületét írja le ( $\Psi$ ). Az ötvözet előállításánál  $\Phi = 90^\circ$  és  $\Psi = 20^\circ$  volt, melynél a [21] hivatkozás alapján az ekvivalens deformáció<sup>10</sup> megközelítőleg 1. Mivel a két csatorna keresztmetszete megegyezik, ezért a folyamatot többször is meg lehet ismételni (az általam vizsgált mintát 4-szer nyomták át); az anyag által elszenvedett deformáció pedig a mikroszerkezet átalakítja, így ultra- vagy nanofinomszemcsés anyagokat is létrehozhatunk. Az általam vizsgált ötvözet az ultrafinomszemcsés tartományba került a könyöksajtolásnak köszönhetően.



4. ábra. Könyöksajtolási eljárás sematikus ábrája.

<sup>10</sup> Az ekvivalens deformáció megadja, hogy a minta által elszenvedett feszültség hányad része a tényleges terhelő feszültségnek.

### 3.3.2. Benyomódási kúszásmérő

Méréseim során a 3.2.1. részben említett kúszási mechanizmust vizsgáltam benyomódási vizsgálatokkal. Ehhez az ELTE Anyagfizikai Tanszékén épített eszközt használtam. Sajnos az elmúlt években nem használták, sőt át is helyezték másik terembe, így teljesen újra kellett kalibrálni, felújítani, hogy a működésbeli hibákat orvosoljuk, továbbá számos új benyomófejet is el kellett készíteni a mérésekhez.

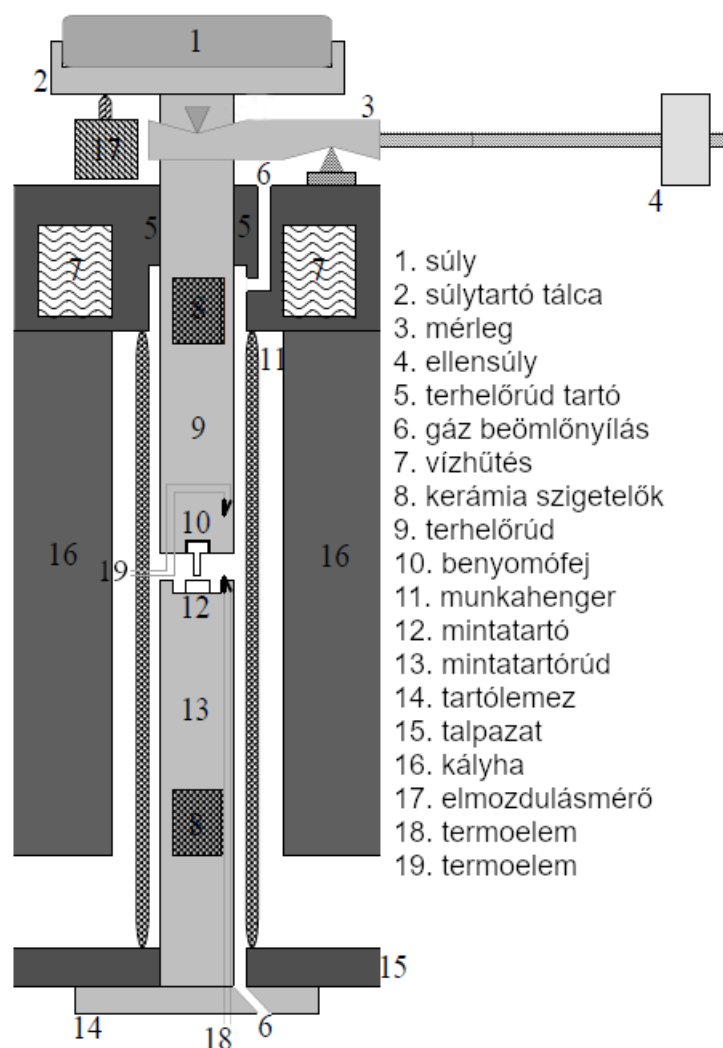
A mérési elrendezés sematikus illusztrációja az 5. ábrán figyelhető meg, a függelékben a 19a. ábrán pedig egy kép látható az eszközről. A műszer mechanikai működése viszonylag egyszerű: a mintatartórúd (az ábrán 13-assal jelölt) kezdetben alul ki van engedve, a vizsgálandó mintát (tipikusan kb. 10 mm átmérőjű és 3-5 mm vastag) rögzítjük hernyócsavarokkal, majd a mintatartórudat felemeljük és rögzítjük. A mérést számítógépes program vezérli, melynél be lehet állítani a kívánt hőmérsékletet (a hőmérsékletet alul és középen a 18-as és 19-es jelzésű termoelemek végzik; célunk a lehető leghomogénebb hőmérséklet kialakulása belül). Két hőmérsékletet lehet szabályozni: az egyik a külső kályha (16), a másik pedig a belső hőmérséklet, amelyben a minta elhelyezkedik. A tényleges mérés elindításáig (a terhelésig) meg kell várni, hogy a hőmérséklet állandósuljon, azaz az ingadozás ne legyen nagyobb  $2^{\circ}\text{C}$ -nál<sup>11</sup>. Ha ez az „egyensúly” beállt, a súlytartó tálcára (2) különböző, egyre nagyobb súlyokat helyezünk, és az elmozdulásmérő<sup>12</sup> (17) segítségével a program adott időközönként begyűjti az adatokat a benyomódás nagyságáról<sup>13</sup>. A rendelkezésünkre álló súlyok: 1 db 6,83 kg, 3 db 5 kg, 3 db 2 kg, 4 db 1 kg, 2 db 0,5 kg, az elérhető maximális tömeg 30,83 kg (az egyik 2 kg és 5 kg-os súlyt nem lehet egymásra rakni). A mérések során célszerű kis súlyokkal elkezdni a terhelést, és vizsgálni, hogy mikor lépjük át a folyáshatárt, mekkora feszültségnél indul meg a plasztikus deformáció (további részleteket a mérés menetéről a kiértékelésnél olvashatunk a 4. fejezetben). Mivel tisztán a vizsgálandó minta kúszását szeretnénk vizsgálni, ezért fontos, hogy az alkalmazott terheléseknél a benyomófej csak minimálisan deformálódjon. Ehhez magas hőmérsékleten is nagy keménységű anyagot kell választani, mely a méréseink során edzett acélt jelent. A benyomódási vizsgálatoknál leggyakrabban használt benyomófejek félgömb, kúp, piramis vagy henger alakúak. Az első háromnál kialakult plasztikus deformációs- és feszültségtérre léteznek analitikus megoldások is a mérések mellett. Hengeres benyomófejeknél<sup>14</sup> a rugalmas deformációs térre léteznek analitikus megoldások, azonban a plasztikus

<sup>11</sup> Fontos azonban, hogy a minta ne legyen túl sokáig bent az eszközben, ugyanis a hőkezelés hatására megváltozhatnak némely tulajdonságai; a mikroszerkezete átalakulhat, így akár lágyulás, újrakristályosodás történhet. Célszerű emiatt először minta nélkül felfűteni az eszközt a kívánt hőmérsékletre, ekkor leengedni a mintatartórudat, majd a mintát gyorsan behelyezve megvárni, hogy így már sokkal rövidebb idő alatt állandósuljon a hőmérséklet.

<sup>12</sup> Elmozdulásmérőnek egy ún. LVDT (linear variable differential transformer) van használva, ami az elmozdulással arányos elektromos jelet ad. A feszültség amplitúdója az elmozdulással arányos, míg a fázisa az elmozdulás irányát adja meg.

<sup>13</sup> Látni fogjuk a későbbiekben, hogy az elmozdulás tipikusan  $h = 600\text{--}650\ \mu\text{m}$  tartományba esik.

<sup>14</sup> Mi is ezt használjuk a mérések során, ugyanis ekkor könnyen meghatározható a benyomódás teljes területén



5. ábra. A mérési elrendezés sematikus ábrája.

deformáció esetében csak végeelem analízissel határozható meg a deformációs- és feszültség-tér. Kutatásom kezdetén rendelkezésünkre állt néhány régi edzett acél benyomófej, azonban szinte az összes rossz állapotban volt (deformálódtak, meglágyultak), így új benyomófejek előállításával is foglalkozni kellett ( 4.1. fejezet).

### 3.3.3. Ekvivalens feszültség és nyújtási sebesség

A benyomódási kúszás mérésekhez tehát a vizsgálandó mintát  $d = 0,5$  mm átmérőjű (edzett acél) fej segítségével állandó erővel terheltük. A benyomódási kúszás vizsgálatok bonyolultságát az adja, hogy nem csak egytengelyű a deformáció, így ahhoz, hogy az eredmények összehasonlíthatóvá váljanak a nyújtási vizsgálatokkal az alábbi összefüggés használható henger alakú benyomófej esetén a nyújtási feszültségre:

$$\sigma = k_1 \frac{4F}{\pi d^2}, \quad (8)$$

a benyomódás sebessége. Hasonló lenne a helyzet sokszög alakú (pl. négyzetes) benyomófej esetén, viszont így a benyomódás tengelyére forgásszimmetrikus lesz a deformáció.

ahol  $k_1$  adott anyagra jellemző empirikus konstans, ami kifejezi a kapcsolatot a nyújtási és a benyomódási mérések között (ld. 1. táblázat), mi a számolásokhoz az alumíniumra jellemző  $k_1 = 0,287$  értéket használtuk;  $F = Mg$  a terhelő erő  $M$  tömeg mellett (továbbá  $g = 9,81\text{m/s}^2$  a nehézségi gyorsulás értéke),  $d$  pedig a benyomófej átmérője. A deformáció sebességére a következő összefüggés használható:

$$\dot{\epsilon} = k_2 \frac{v_i}{d}, \quad (9)$$

ahol  $k_2$  szintén anyagi állandó (ld. 1. táblázat), Al esetén  $k_2 = 1$ ; továbbá  $v_i$  az összenyomás sebessége, illetve  $d$  még mindig a benyomófej átmérője.

Anyag	$k_1$	$k_2$	Hivatkozás
acél	0,345	0,67	[22]
Al	0,287	1	
Cu	0,347	1	
Ni	0,345	0,625	

1. táblázat.  $k_1$  és  $k_2$  értékek az ekvivalens nyújtási feszültséghez és deformációs sebességhez.

### 3.3.4. Hatványtörvényszerű kúszás

A mérések kiértékeléséhez a deformációs sebesség ( $\dot{\epsilon}$ ) illetve a feszültség ( $\sigma$ ) között jól bevált összefüggést használjuk [16]:

$$\dot{\epsilon} = A\sigma^{1/m} \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right), \quad (10)$$

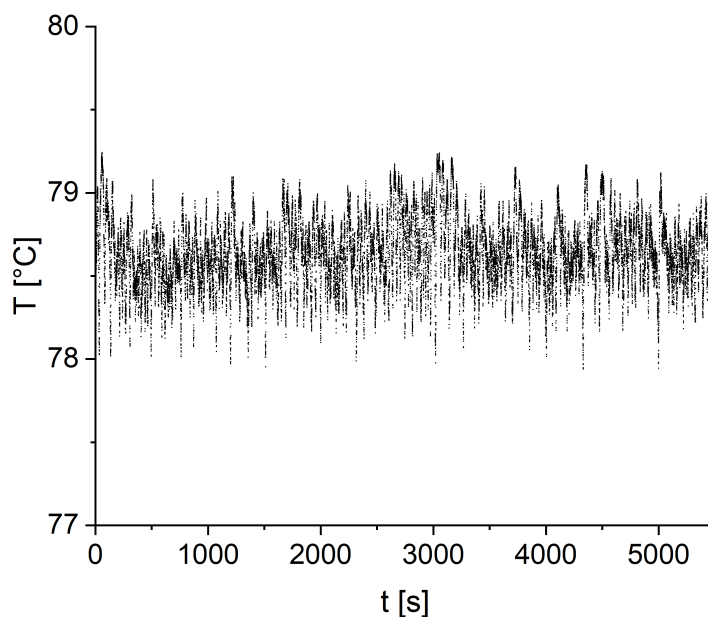
ahol  $A$  konstans,  $m$  a sebességérzékenységi paraméter,  $Q$  az aktivációs energia,  $R$  az egyetemes gázállandó,  $T$  pedig a hőmérséklet. A mérés során adott hőmérsékleten különböző terhelések mellett vizsgáltuk a kúszási sebességet. Ehhez fontos tudni, hogy a mérés során a hőmérsékletet mennyire tekinthetjük állandónak. A felfűtés utáni egyensúly beállta után a hőmérséklet ingadozása 1 K alatt van, mely jó közelítéssel állandónak tekinthető; ez látható a 6. ábrán.

A sebességérzékenységi paraméter ( $m$ ) meghatározásához ábrázoltuk adott hőmérsékleten az ekvivalens nyújtási feszültséget a deformációs sebesség függvényében log-log skálán. A kapott adatokra egyenest illesztettünk, melynek meredekségéből a sebességérzékenységi paraméter meghatározható. Ha különböző hőmérsékleten végzett mérések esetében a sebességérzékenységi paraméter értéke jó közelítéssel állandó, akkor hasonlóan az előzőhöz egyenesillesztéssel meghatározható az aktivációs energia is, hiszen (10). összefüggést átalakítva kapjuk, hogy:

$$\log(\dot{\epsilon}) = -\frac{Q}{R} \frac{1}{T} - \log(A\sigma^{1/m}), \quad (11)$$

így pedig ha a  $\log(\dot{\epsilon})$  mennyiséget ábrázoljuk  $1/T$  függvényében (ún. Arrhenius-plot), az illesztett egyenes meredeksége  $-Q/R$  lesz, amiből a  $Q$  aktivációs energia már meghatározható.





**6. ábra.** A hőmérséklet ingadozása a programhőmérséklet körül. Az ábráról látható, hogy a hőmérséklet ingadozása hosszú távon is 1 K alatt marad.

### 3.3.5. Elektronmikroszkópia

A hőkezelés illetve deformáció hatására történő szerkezeti átalakulásokról, úgy mint kiválások keletkezése, szemcseméret változása, szemcsehatárcsúszás elektronmikroszkópiai felvételekkel jártunk utána. Elektronmikroszkópiánál optikai fény helyett elektronokat használunk a vizsgált minta felderítésére. Az elektronokat  $\sim 200\text{keV}$  gyorsítófeszültséggel gyorsítjuk, így a hullámhosszuk a vizsgálandó minta karakterisztikus hosszával fog egy nagyságrendbe esni. Az elektronnyalábot mágneses lencsékkel lehet a mintára fókuszálni. Alapvetően két féle elektronmikroszkópot, a transzmissziós elektronmikroszkópot (TEM: transmission electron microscope) és a pásztázó elektronmikroszkópot (SEM: scanning electron microscope) különböztetünk meg. Lényeges különbség a kettő között, hogy a TEM-nél a mintát el kell vékonyítani, ugyanis a mintán áthaladó, szórt elektronok<sup>15</sup> segítségével gyűjthetünk információt a szerkezetről, míg a SEM-nél a mintát nem kell elvékonyítani, ugyanis ebben az esetben a visszaszórt, illetve szekunder elektronok<sup>16</sup> segítségével gyűjthetünk információt például a felület morfológiájáról.

<sup>15</sup> Az előre szórt elektronok esetében nincs energiavesztés, nincs irányváltozás, ezek segítségével láthatjuk a vizsgálandó mintáról készült képet. A rugalmasan és rugalmatlanul szóródó elektronok a diffrakciós (sötét látóterű) képeknél lennének segítségünkre.

<sup>16</sup> A szekunder elektronok a minta nyaláb felőli oldalán keletkeznek, elsősorban gyengén kötött külső héjon elhelyezkedő elektronoktól erednek, amelyeket a nyaláb kiüt a helyéből. A felületről juthatunk információhoz a szekunder elektronokkal. Visszaszórt elektronok a nyalábból rugalmasan és rugalmatlanul visszaszóródó elektronok, a képalkotáshoz és elemánlízishez használhatóak.

TEM-es felvételek segítségével az [1] hivatkozásban már megvizsgálták az ECAP-os, 120°C-on és 170°C-on hőkezelt minta esetében az átlagos szemcseméretet és a kiválások arányát és nagyságát. A benyomódási kúszásmérések után szeretnénk volna látni, hogy valóban szemcsehatár csúszások következtek-e be a mechanizmus során, ezért került sor a pásztázó elektronmikroszkópiai vizsgálatra is, hogy az így deformált minta felületének morfológiájáról információhoz juthassunk.

## 4. Eredmények

Az alábbiakban részletezem a benyomódási kúszásméréshez kapcsolódó illetve az UFG Al-4,8Zn-1,2Mg-0,14Zr ötvözetben végzett mérések eredményeit.

Először is a benyomódási kúszásmérővel kellett elkezdenem foglalkozni, hogy a méréseket egyáltalán el lehessen végezni, ugyanis az eszközt hosszú ideje nem használták, ráadásul át is lett helyezve egy másik terembe, így teljesen újra kellett kalibrálni. Az Tanszéken épített eszköz jelentősége abban áll, hogy vele magas hőmérsékleten, akár 1000°C-on is lehet majd kúszási vizsgálatokat végezni. A mérésekhez el kellett végezni a kalibrálást, azaz a mintatartót ki kellett egyensúlyozni, hogy a benyomófej merőlegesen érkezzon a mintára. Továbbá meg kellett vizsgálnom termométerrel az adatokat feldolgozó program hőmérséklet szabályozását, azaz hogy valóban a tényleges hőmérsékletet mutatja-e a program. Másik fontos dolog, hogy az LVDT is helyes értékeket adjon. Ehhez egyrészt meg kellett bizonyosodni arról, hogy az elmozdulás során nem történik súrlódás az elmozdulásmérő falával, továbbá egy csavar-mikrométer, és egy mechanikus (rugós) elmozdulásmérővel is összevettem a számítógépes program által mutatott elmozdulás értékeket.

### 4.1. Benyomófejek keménysége

A benyomódási kúszásmérések végrehajtása előtt megvizsgáltam a benyomófejek keménységét, hiszen ahogy már a 3.3.2. részben is említettem, nagyon fontos, hogy a mérés során a benyomófej ne deformálódjon, hiszen ez megváltoztatná mérésünk eredményét. A régi acél benyomófejek keménységére  $(380 \pm 12)$  HV adódott<sup>17</sup>, azonban edzett acélhoz képest ez nem túl nagy érték. Emiatt döntöttünk úgy, hogy az Anyagfizikai Tanszék műhelyében új benyomófejet készítettünk (ld. a 7. ábrákat), majd ezt edzésnek vetjük alá. Azonban ahhoz, hogy megbizonyosodhassunk a módszer eredményességén, Vickers keménységi tesztnek vetettük alá az acélt. A 8. ábrán látható a vas-karbon fázisdiagram, azaz hogy a vas adott széntartalma mellett különböző hőmérsékleteken milyen fázisok vannak egyensúlyban.

A szobahőmérsékleten fcc (face-centered cubic; lapcentrált köbös) kristályszerkezetű  $\alpha$ -acél a hőmérséklet növelésével először bcc (body-centered cubic; tércentrált köbös) szerkezetűvé alakul át. Látható, hogy a mi esetünkben ehhez a  $(800-900)^\circ\text{C}$  hőmérsékletet kell elérni, ekkor alakul át  $\gamma$ -acélba (ausztenit), melyet ha utána hirtelen lehűtünk, martenzitté alakul át. Ezt a folyamatot hívják acéledzésnek. Mi a gyors hűtéshez vizet használtunk, azonban a kicsit lassabb hűtéshez az olaj is megfelelő lenne. A kemencét az acéledzéshez  $980^\circ\text{C}$ -ra fűtöttük. Azt a tapasztalati ténytet használtuk, hogy annyi percig kell a mintának a kemencében lennie a hőkezeléshez, amennyi a karakterisztikus méretének a fele mm-ben, ami a mi esetünkben 5 percnek adódott. Az edzendő acélokat egy nagy vasdarabra helyeztem, hogy amikor a kemencéből kivesszük a mintát ne kezdjen el egyből lehűlni, csak amikor a vízbe be-

---

<sup>17</sup> Vickers keménységi teszt.

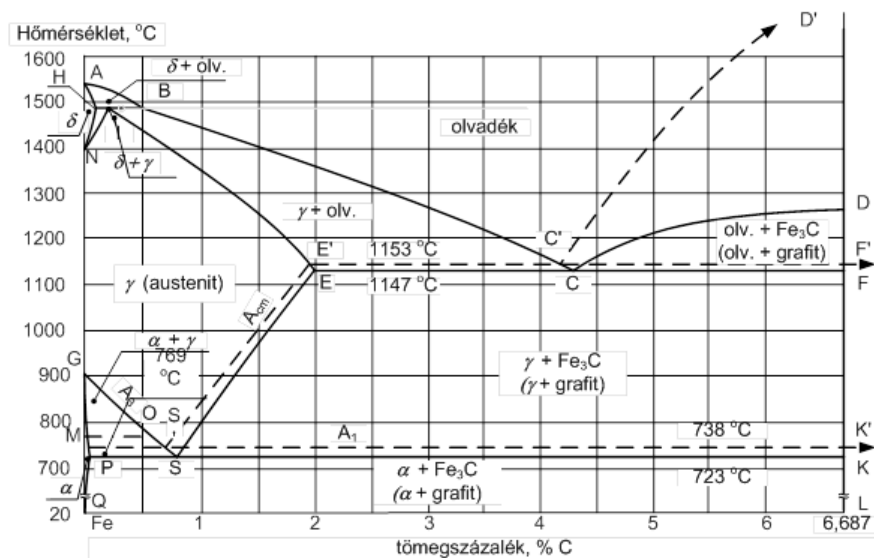
a)



b)



7. ábra. Az új benyomófejről készült képek. Az a) ábrán látható a benyomófej végének nem méretarányos sematikus ábrája, míg a b) képen egy fénykép látható az eszközről.



8. ábra. Vas-karbon fázisdiagram, melyről leolvasható, hogy adott szén tömegszázalék mellett a vas különböző hőmérsékleteken milyen fázisok vannak egyensúlyban.

esik. Kezdetben két próbaedzést csináltam, hogy megbizonyodhassak az edzés sikerességének reprodukálhatóságáról (a jó fejeken nem akartam már keménységmérést elvégezni, nehogy a piramis alakú benyomódási nyomok meghamisítsák a mérési eredményeket). A 2. táblázat tartalmazza egyrészt az edzetlen (a táblázatban „alapanyag”) acél keménységét, majd a két mérési sorozat eredményét. A benyomófejek 10 mm átmérőjű acélrúdból készültek, minden edzés során egy ilyen alapanyag-pogácsát és egy megmunkált fejet együtt edzettem meg, hogy lássam, hogy a megmunkálásnak esetlegesen hatása lehet-e az edzésre. A Vickers-féle mikrok-

eménység méréshez először is a mérendő mintákat lecsiszoltam, majd a felületen három-három mérést végeztem el edzés előtt és után is úgy, hogy a mérendő helyek között a benyomódás nagyságának ötszöröse helyezkedjen el, hogy az új benyomás helyén a korábbi deformációk hatása elhanyagolható legyen (ld. 3.2.3. rész). A keménységmérést a ZwickRoell ZH $\mu$  típusú eszközzel 2 kg-os terhelés mellett 10 s-os benyomási idővel végeztem el.

		$H_1$ [HV]	$H_2$ [HV]	$H_3$ [HV]	$H$ [HV]
edzetlen	alapanyag	251	265	270	$262 \pm 11$
1. edzés	alapanyag	829	909	903	$880 \pm 51$
	megmunkált	949	931	931	$937 \pm 12$
2. edzés	alapanyag	920	943	891	$918 \pm 27$
	megmunkált	923	1010	891	$941 \pm 69$

**2. táblázat.** Vickers-keménység az általunk vizsgált acélnál, edzés előtt és után. A táblázatban alapanyagként hivatkozok az edzés előtti és megmunkáltként az edzés utáni acélra. A keménység hibájának az átlagtól való nagyobb eltérést tekintettem.

Hibának az átlagtól való legnagyobb eltérést vettem. Láthatjuk, hogy hibahatáron belül mindegyik edzett acél keménység megegyezik, azaz az acéledzéssel elért keményedés mértéke reprodukálható, és az edzetlen acélnál jóval keményebb anyagot kapunk. Látható 4.3. részben, hogy a vizsgált minták ennél jóval puhábbak, így bátran használhatóak ezek a fejek a benyomódási kúszás vizsgálatokhoz.

## 4.2. Benyomódási kúszásmérés

Az alábbiakban részletezem az általam vizsgált Al-4,8Zn-1,2Mg-0,14Zr minta benyomódási kúszását. Az [1] hivatkozás alapján tudjuk, hogy jelentős változás a kiválások mértékében 120°C és 170°C környékén történnek, ezért igyekeztünk erre a tartományra korlátozódni a benyomódási kúszásméréseknél. Három hőmérsékleten vizsgáldtam ennek megfelelően, melyek rendre 141°C, 149°C és 163°C voltak. Az (10). egyenlet alapján ha állandó hőmérsékleten nézzük a kúszást (a  $\Delta T = 1^\circ\text{C}$ -os hőmérsékletingadozás elhanyagolható), akkor az alkalmazott feszültség és a deformációs sebesség között az

$$\dot{\varepsilon} = \tilde{A}\sigma^{1/m} \quad (12)$$

kapcsolat áll fent. Különböző terhelések mellett mérve tehát a deformációs sebességet, meghatározhatóvá válik az anyagra adott mikroszerkezet esetén jellemző sebességérzékenységi paraméter ( $m$ ).

A benyomódási kúszásmérések a következőképp zajlanak:

1. Hűtővíz megnyitása és a benyomási kúszásmérőt vezérlő program elindítása; a kívánt hőmérséklet beállítása. A fűtés ahogy már a 3.3.2. fejezetben is említettem két lép-

csőben zajlik: a kályha egy kisebb hőkapacitású tartályt fűt, ez pedig tovább melegíti a belső tartályt, amiben a minta elhelyezkedik. Mivel van veszteség egyrészt a külső tartály és a szoba, illetve a belső és a külső tartály között is, ezért a minta által felvett hőmérséklet mindig kicsit kisebb, mint a programhőmérséklet, ezért kicsit fölé kell lőni a kívánt hőmérsékletnek. Lehetne a belső tartály hőmérsékletéhez alakítani a programhőmérsékletet, de az a tapasztalatom, hogy ekkor a külső tartály túlmelegszik, és a hővezetés véges ideje miatt nem tud kialakulni hőmérsékleti egyensúly a belső tartályban, legalább (2-3)<sup>o</sup>C-os ingadozás következne be.

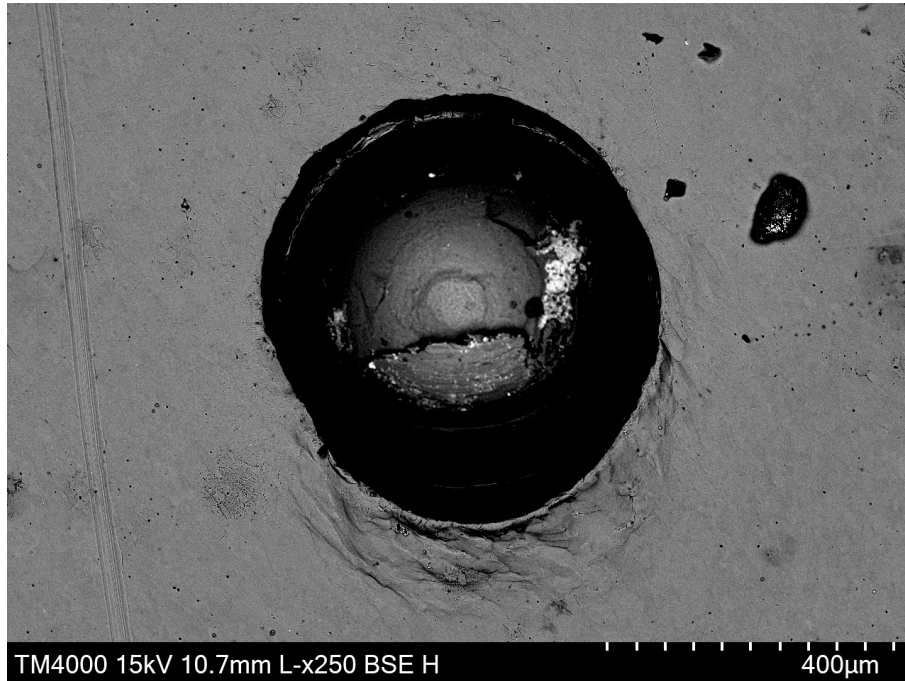
2. A mintatartó kinyitása, minta behelyezése. Itt célszerű már a felfűtés előtt a mintát beigazítani, a rögzítéshez használt hernyócsavarokkal pozícionálni, ugyanis így gyorsan el lehet helyezni a mintát, és kevésbé hül ki a belső henger<sup>18</sup>. A mintára alapterhelést helyezünk (célszerű az 1 kg-os súlyt használni erre a célra).
3. A hőmérséklet megközelítőleg 10 perc alatt állandósul, elkezdhetjük a mintát kúszatni. A teljes mérés körülbelül 30 perces hőkezelésnek felel meg. A számítógép által vezérelt program rögzíti az eltelt időt, a programhőmérsékletet, a programhőmérséklettől való eltérést, az elmozdulást és az elmozdulás numerikus időderiváltját. Fokozatosan növeljük a terhelést, és nézzük a kijelzőn a deformáció időbeli változását. Nyilván minden súly rápakolásával rugalmas deformáció is bekövetkezik az anyagban, ezt lépcsőként láthatjuk a benyomódási ábrán, számunkra azonban a deformáció adott feszültség melletti időbeli változása a fontos.
4. A benyomófejek kialakítása olyan, hogy az alja meg van szélesítve (7. ábra), le van keréktíve, hogy kevésbé legyen kitéve a törésnek<sup>19</sup>, ezért nem lehet a tényleges benyomófej hossznyi deformációt megvalósítani (hiszen szélesebb fej kisebb feszültséget jelent). Ráadásul a minták (3-3,5) mm vastagok, a deformáció karakterisztikus nagysága pedig a benyomás megközelítőleg ötszöröse, emiatt összességében maximum (600-650)  $\mu\text{m}$ -nyit lehet benyomni a mintákat. A terhelés során tehát addig végezhetjük a kúszatást, amíg ezt a hosszt el nem érjük.
5. A vizsgált korongokat kivesszük a mintatartóból, a benyomás helyét és a benyomófejet mikroszkóp alatt ellenőrizzük (9. ábra); a benyomófej ellenőrzése fontos, hiszen csak így bizonyosodhatunk meg arról, hogy a következő mérés is pontos lesz (a benyomófejek esetlegesen elgörbülhetnének, eltörhetnének, illetve a végük lepattanhat; utóbbi szintén az alkalmazott feszültséget befolyásolná).

---

<sup>18</sup> A mintát nem célszerű már a felfűtés legelejétől behelyezni a mintatartóba, hiszen így a felfűtés során is hőkezelésnek lenne kitéve.

<sup>19</sup> Általános szabály az ilyen terhelésnek kitett objektumokra, hogy a hosszuk ne legyen több, mint kétszer olyan hosszú, mint a szélességük.

6. A kapott adatsorhoz PYTHON nyelven kiértékelőkódot írtam (ez elvégzi adott időintervallumokon az  $h-t$  grafikonokon ( $h$ : elmozdulás) a deformációs sebesség meghatározását egyenesillesztéssel, illetve meghatározza a sebességérzékenységi paraméter meghatározásához szükséges összes paramétert), utána pedig ORIGINLAB programmal ábrákat készítek.

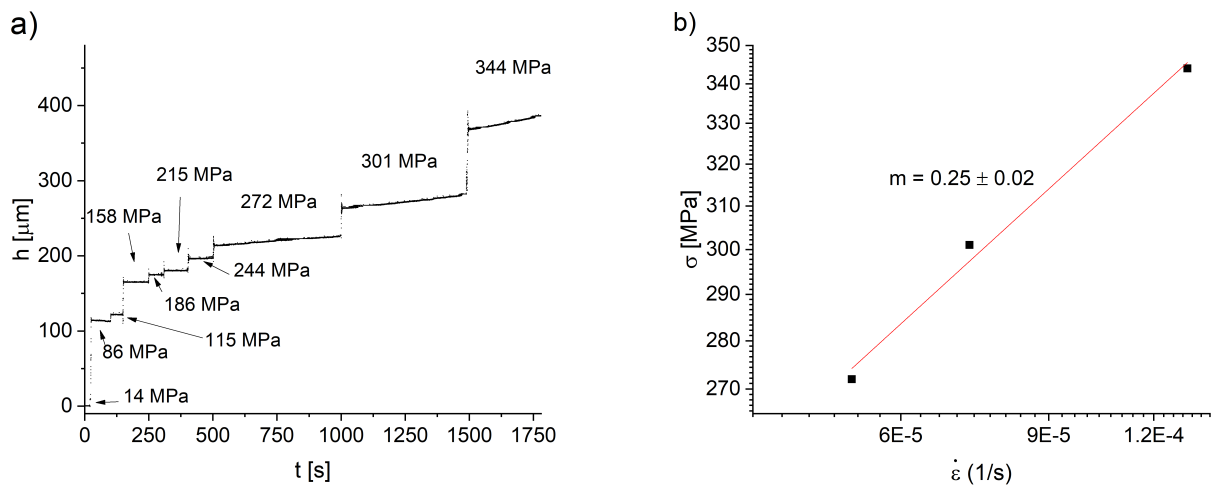


9. ábra. Benyomódás helye SEM felvételen 80x nagyítás mellett.

Először  $141^{\circ}\text{C}$ -on vizsgáltam meg az ECAP-os minta (ECAP 141C) kúszását. A 10. ábrán látható a benyomódás nagysága az idő függvényében. A LVDT mérési tartománya  $\pm 1000 \mu\text{m}$ , a kezdeti pozíció függ egyrészt a minta vastagságától, a kezdeti terheléstől, stb., de manuálisan is lehet állítani a nullszintet, ezt elvégeztem én is. Az ábrákon a benyomás nagyságát  $h$ -val jelöltem, nagyobb értékek nagyobb benyomódást (elmozdulást) jelölnek.

Láthatóan három feszültségnél (272 MPa, 301 MPa és 344 MPa) indult meg jelentősen a plasztikus deformáció. Fontos megjegyezni, hogy a tranziens jelenség miatt célszerű megvárni legalább  $30 \mu\text{m}$ -nyi benyomódást, hogy a deformációs sebességet egyenesillesztéssel pontosan meghatározhassuk. Ezután a sebességérzékenységi paraméter meghatározásához ábrázoltam azokat a  $\sigma$ -kat  $\dot{\epsilon}$  függvényében log-log skálán, ahol már képlékeny deformáció is történik, ez látható a 10.b ábrán. A sebességérzékenységi paraméter ekkor az adatokra illesztett egyenes meredekségével egyezik meg (12). egyenlet alapján. A sebességérzékenységi paraméter értékére adódik ebben az esetben, hogy  $m = 0,25 \pm 0,02$ .

Fontos, hogy a mérés reprodukálható legyen, ezért egy másik esetben is ugyanígy  $141^{\circ}\text{C}$ -on elvégeztem a benyomódási kúszás mérését az ECAP-os Al-4,8Zn-1,2Mg-0,14Zr ötvözetnél. Mivel látható az előző mérésnél, hogy a kúszás 270 MPa körül indul meg, ezért egy nagyobb súly segítségével a további méréseknél (más hőmérsékleten) inkább erre a tartományra



**10. ábra.** Benyomódási kúszás ábrák  $141^\circ\text{C}$ -on. Az a) ábrán látható a benyomódás nagysága az idő függvényében. Az ábrán fel vannak tüntetve az adott időpillanatbeli feszültségek is. A b) ábrán az ekvivalens nyújtási feszültség a deformációs sebesség függvényében van ábrázolva log-log skálán.

koncentráltam. Hasonlóan az előzőhöz itt is  $270 \text{ MPa}$ -nál indult meg a kúszás, azonban a nagyobb benyomódási sebesség  $300 \text{ MPa}$  felett érhető el igazán. Ebben az esetben a sebességérzékenységi paraméterre kapott érték  $m = 0,28 \pm 0,02$ , azaz a két mérésből származó érték majdnem hibahatáron belül megegyezik (az eltérés oka lehet, hogy nem teljesen ugyanazon a tartományon vizsgáldtunk, így a nagyobb feszültségeknél más irányokban is megindulhat a szemcsehatár csúszás).

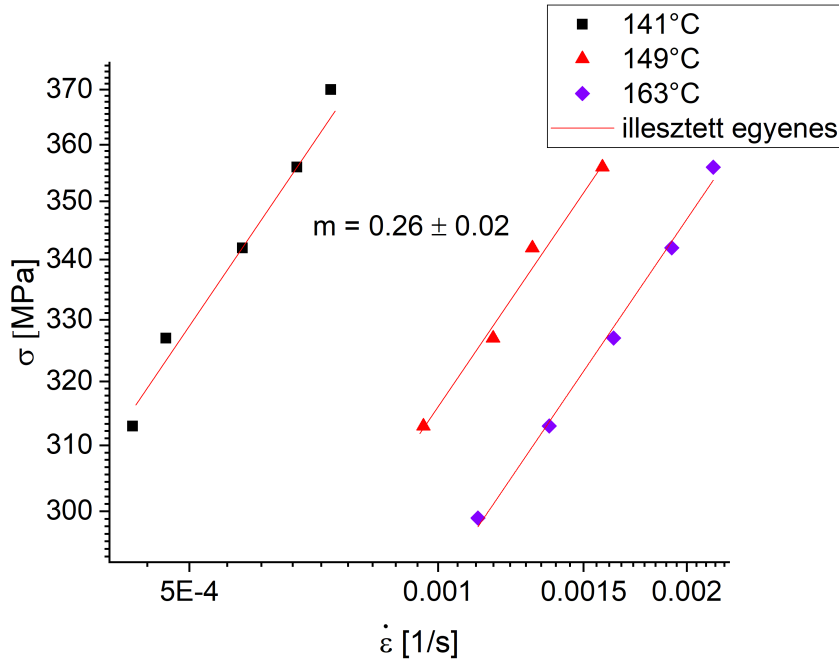
A következő mérést  $149^\circ\text{C}$ -on végeztem el. Habár a hőmérséklet növekedésével adott feszültség mellett a deformációs sebesség nő (lásd (10). egyenlet), most is a  $300 \text{ MPa}$  körüli tartományra koncentráltam (nem sokkal nagyobb a hőmérséklet az előző esethez képest, így hasonló feszültségek mellett vártam a kúszás megjelenését). Ebben az esetben a sebességérzékenységi paraméterre  $m = 0,25 \pm 0,01$  érték adódott.

A harmadik, és egyben legmagasabb hőmérsékleten elvégzett mérés  $163^\circ\text{C}$ -on történt (ennél magasabb hőmérsékleten már instabil az anyag szerkezete; [1] hivatkozás). Itt szintén a  $300 \text{ MPa}$  terhelés környékén vizsgáltam meg a benyomódási kúszás jelenségét a vizsgált Al-Zn-Mg-Zr ötvözetnél. A sebességérzékenységi paramétert itt is a deformációs sebesség és ekvivalens feszültség log-log ábrázolásából egyenesillesztéssel határoztam meg. A kapott érték  $m = 0,26 \pm 0,01$ .

A három hőmérsékleten elvégzett mérés alapján azt látjuk, hogy a sebességérzékenységi paraméter értéke  $0,26 \pm 0,02$ , ahol hibának az átlagtól való legnagyobb eltérést vettem. A sebességérzékenységi paraméter meghatározását az ECAP 141C, ECAP 149C és ECAP 163C minták esetében a 11. ábrán láthatjuk. Itt mindhárom hőmérséklet esetén egy  $0,26$  meredekségű egyenest illesztettem, és valóban jól látható, hogy az egyenes mindhárom adatsorra jól illeszkedik, azaz a sebességérzékenységi paraméterek hibán belül megegyeznek. Az ábrázolás-



hoz használt értékek a függelékben meghatározhatók, az ECAP 141C, ECAP 149C és ECAP 163C minta értékeit rendre a 6., 7. és 8. táblázatok tartalmazzák.



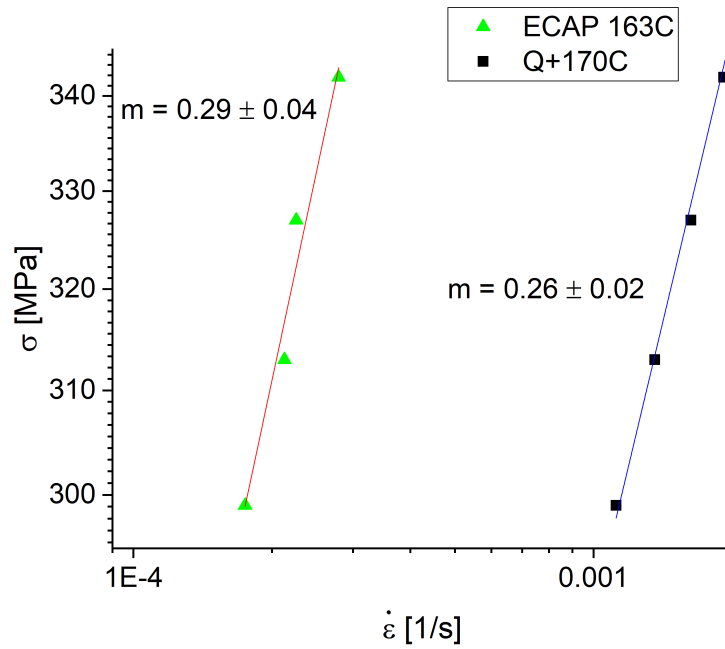
**11. ábra.** A feszültség a deformációs sebesség függvényében log-log skálán 141°C, 149°C és 163°C-on. Az egyenes illesztését a 163°C-os adatsorra végeztem el, és látható, hogy az illesztett egyenes meredeksége hibahatáron belül megegyezik a másik két hőmérsékletnél is, azaz a sebességérzékenységi paraméter ennél a három vizsgálatnál jó közelítéssel azonos.

Eddig a könyöksajtólással erősen deformálódott minta tulajdonságait vizsgáltam, azonban célszerű összevetni a quench-elt anyag tulajdonságaival is. Ehhez egy quench-elt, illetve 2 órán át 170°C-on hőkezelt (Q+170C) mintát vizsgáltam. Mivel ekkora hőmérsékleten már kiválások keletkeznek, sőt megnő a diszlokációsűrűség is, ezért nem várunk túl nagy eltérést a Q+170C és ECAP 163C minta kúszása között. Az illesztéseket elvégezve adódik a sebességérzékenységi paraméterre a Q+170C mintánál, hogy  $m = 0,29 \pm 0,04$ , azaz ez kicsit nagyobb, de hibahatáron belül ez is megegyezik az ECAP-os mintáknál mérttel. Az illesztéshez használt értékek itt is a függelékben a 9. táblázatban olvashatók.

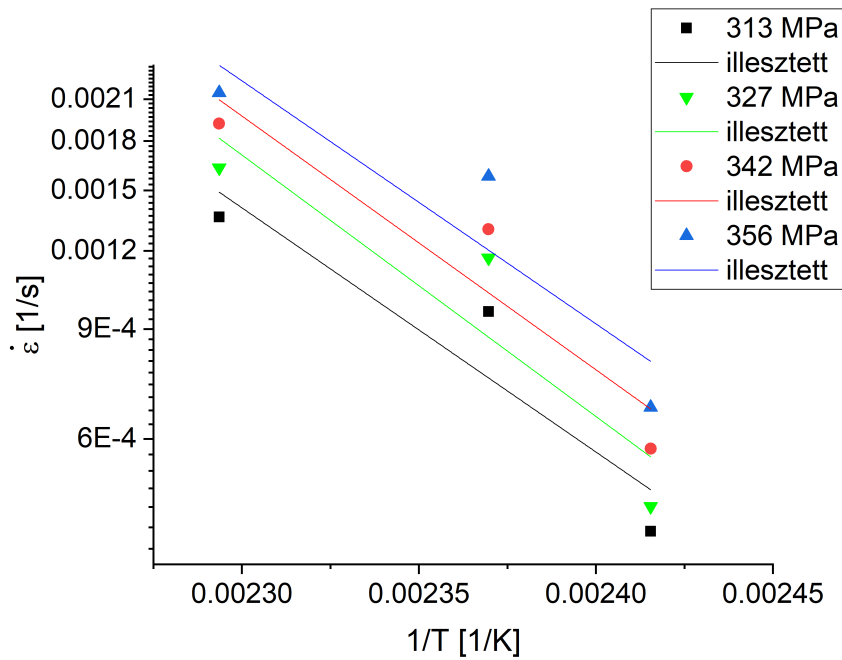
A különböző hőmérsékletű mérésekből az adott feszültség mellett az aktivációs energiája is meghatározható a könyöksajtolt mintának az (11). összefüggés alapján. A 13. ábrán láthatóak négy terhelés (313 MPa, 327 MPa, 342 MPa, 356 MPa) mellett meghatározott aktivációs energiák. Az illesztéshez három hőmérséklet (141°C, 149°C, 163°C) mérésorozatát használtam. Sajnos az eredmény hibája elég nagy, mind a négy feszültség esetén az aktivációs energiára

$$Q = (32 \pm 12) \text{ kJ/mol}$$

adódott.



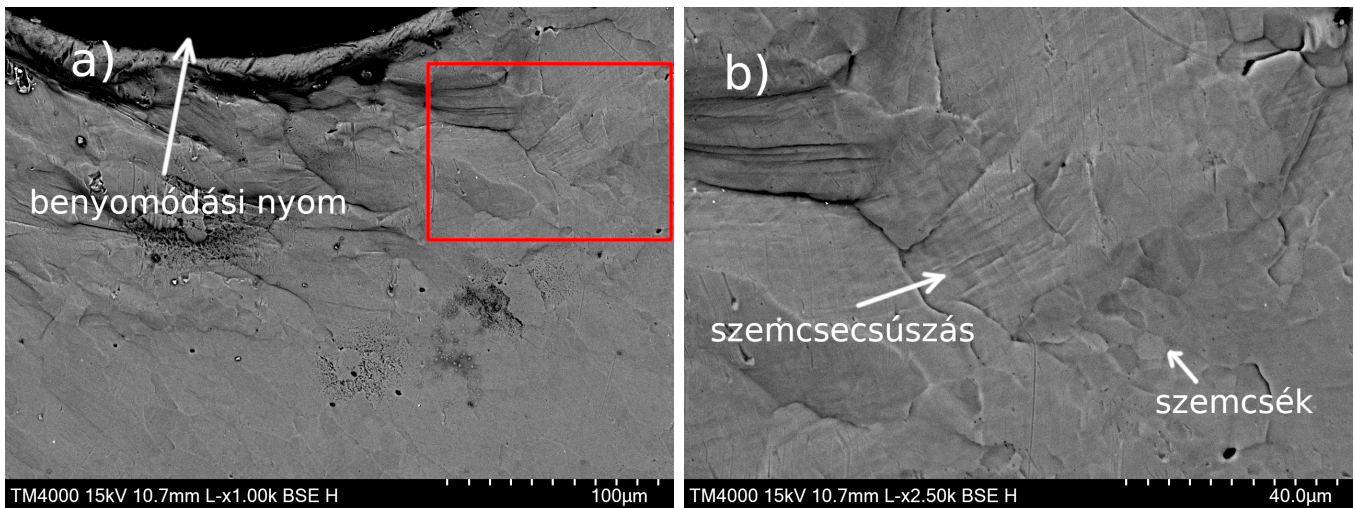
12. ábra. A feszültség a deformációs sebesség függvényében log-log skálán az ECAP 163C és Q+170C minták esetében. Az illesztésből kapott sebességérzékenységi paraméterek hasonlóak.



13. ábra. Aktivációs energia meghatározása, melyhez a 141°C, 149°C és 163°C-os mérés 313 MPa, 327 MPa, 342 MPa és 357 MPa-os feszültségeit használtam fel. Sajnos az egyenesillesztések hibája meglehetősen nagy, viszont a kapott aktivációs energia hibahatáron belül megegyezik mind a négy esetben.

Mivel ilyen meglepően alacsony értéket kaptunk az aktivációs energiára, az a gyanú, hogy a kúszási mechanizmus szemcszhatárcsúszáshoz köthető. Annak érdekében, hogy ezt láthas-

suk, pásztázó elektronmikroszkóppal felvételt készítettünk a benyomódás környékéről. Mivel az ECAP-olt UFG anyagnál a SEM nagyításával nem látnánk semmit, ezért a Q+170C, 149°C-on benyomódási kúszásnak alávetett minta feltételeit láthatjuk a 14. ábrán. Az a) ábra felső tetején látható a benyomódás helye (fekete folt); a nagyítás itt 1000x. Ennek a felvételnek a piros téglalappal jelölt területe van kinagyítva a b) ábrán 2500x-os nagyításban. Jól látszanak rajta egyrészt a pár mikron nagyságú szemcsék, másrészt felfedezhető rajta a szemcsék elmozdulása is.



**14. ábra.** SEM felvételek a Q+170C mintáról, a benyomódás környékéről. Az a) ábra felső részén látható a benyomódás helye (fekete folt). Ennek a képnek a piros téglalappal jelölt területe látható 2500x-os nagyításban a b) képen. Egyrészt látszódnak rajta a pár mikron karakterisztikus nagyságú szemcsék, másrészt jól látszanak a szemcsék elmozdulásai is.

### 4.3. Vizsgált minták keménysége

A benyomódási kúszás mérések után megvizsgáltam szobahőmérsékleten az ECAP RT, ECAP 141C, ECAP 149C, ECAP 163C, Q+120C és Q+170C minták mikrokeménységét (Vickers-teszt), melyet a 3. táblázatban láthatunk. Ismert a Hall-Petch összefüggés, miszerint a folyáshatár és a szemcseméret között az alábbi reláció áll fent:

$$\sigma = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{d}}, \quad (13)$$

ahol  $\sigma_0$  és  $k$  anyagi állandók, azaz kisebb szemcseméretre nagyobb folyáshatár tartozik. Ennek megfelelően azt várjuk, hogy mivel az ECAP-os deformáció után a szemcseméret csökken, ezért a folyáshatár nő; ezt alátámasztják a mérési eredményeim is, ugyanis a Q+120C és Q+170C minta keménysége is kisebb az összes könyöksajtoló mintáénál. Láthatjuk továbbá, hogy hőkezelés hatására a kiindulási anyag és a könyöksajtoló ötvözet is puhult, mely egyezik az [1] hivatkozás eredményeivel is.

	$H_1$ [HV]	$H_2$ [HV]	$H_3$ [HV]	$H_4$ [HV]	$H$ [HV]
ECAP RT	132	130	126	138	$132 \pm 6$
ECAP 140C	116	133	127	119	$124 \pm 9$
ECAP 149C	123	110	117	118	$117 \pm 7$
ECAP 163C	120	124	121	120	$121 \pm 3$
Q+120C	108	116	113	110	$112 \pm 4$
Q+170C	100	96	98	99	$98 \pm 2$

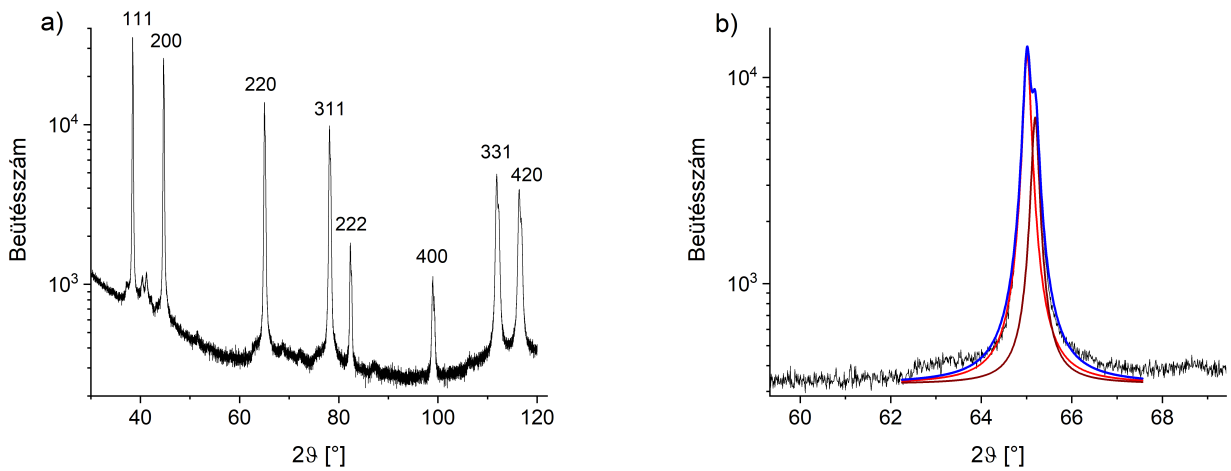
**3. táblázat.** Vickers-keménység az Al-4,8Zn-1,2Mg-0,14Zr (wt%) ötvözetnél 500 g-os terhelés és 10 s-os benyomási idő mellett. A keménység hibájának az átlagtól való lenagyobb eltérést tekintettem. Látható, hogy quench-elt mintáknál 170°C-os hőkezelésnél jelentősen csökken a keménység a 120°C-os hőkezeléshez képest, míg az ECAP-os mintáknál nem tapasztalunk jelentős eltérést a különböző hőmérsékleten elvégzett benyomódási kúszásmérések után.

#### 4.4. Röntgendiffrakció

Röntgendiffrakció segítségével szerettem volna utánajárni, hogy a kúszásmérés során bekövetkező hőkezelés hogyan befolyásolja a szemcseméretet, ugyanis a csúcsok nagyobb kiszélesedése a 3.2.4. rész alapján kisebb szemcseméretet jelent. Megvizsgáltam az összes mintát, illetve egy nem hőkezelt ECAP-os minta röntgen diffraktogramját. A diffraktogramok jellege megegyezik, az ECAP 163C henger ábrája látható a 15.a képen. A csúcsok indexelését az alumínium diffrakciós kártyája alapján végeztem el. Egy csúcsot láthatunk a 15.b ábrán kinagyítva, amin megfigyelhető, hogy igazából itt két csúcs van egymáshoz nagyon közel. Ennek oka abban ered, hogy az alkalmazott röntgensugárzás nincs monokromatizálva, azaz a réz  $K_{\alpha_1}$  és  $K_{\alpha_2}$  és sugárzása is a vizsgálandó mintára van bocsátva. Számunkra a  $K_{\alpha_1}$  az érdekes, mely a nagyobb intenzitású csúcs a diffraktogramon. A vonalkiszélesedés mértékének meghatározásához meghatároztam a csúcsok félértékszélességét: ehhez két Lorentz-görbe összegét illesztettem<sup>20</sup>, melyre egy példát láthatunk szintén a 15.b ábrán.

A 4. táblázatban összeszedtem a különböző minták esetén kapott vonalkiszélesedéseket, amiből a szemcseméretre következtethetünk. Az átláthatóság érdekében a táblázatban nem a lehetséges összes Miller-indexhez tartozó értéket tüntettem fel, csak bizonyosokat emelek ki, azonban mindegyik esetében természetesen ugyanazt kell látni (nagyobb vonalkiszélesedés kisebb szemcseméretet jelent). Az adatokból láthatjuk, hogy a quench-elt mintákhoz képest a könyöksajtólással az átlagos szemcseméret jelentősen csökkent, ahogy ezt el is várjuk. Látható továbbá, hogy az ECAP-olt, magasabb hőmérsékleten kúszatott minták kisebb vonalkiszélesedést mutatnak, azaz a szemcseméret megnőtt a szobahőmérsékletűhöz képest, ami egyezésben van a 4.3. résszel, ugyanis nagyobb szemcseméret kisebb folyáshatárt, kisebb keménységet jelent.

<sup>20</sup> Hasonlóan lehetett volna Gauss-görbét is illeszteni, ugyanis csak a félértékszélességre vagyunk kíváncsiak.



**15. ábra.** 163°C-on kúsztatott ECAP-os minta röntgendiffrakciós felvétele. Az a) ábrán látható a mért diffraktogram, míg a b) ábrán az egyik csúcsra illesztett két Lorentz-görbét láthatjuk a görbe félértékszélességének meghatározásához.

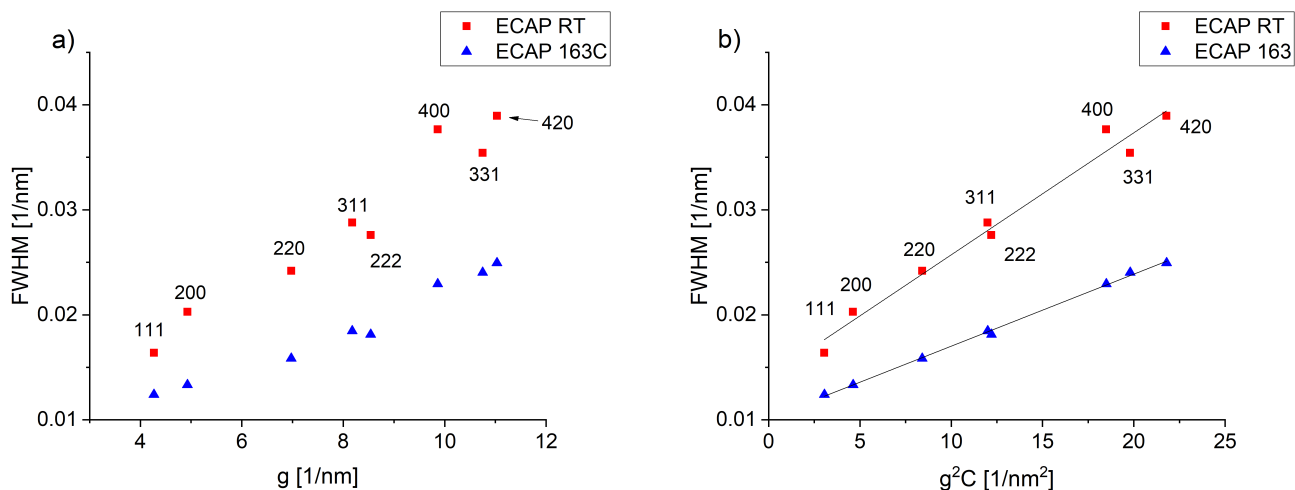
		(200)	(311)
ECAP RT	$\Delta(2\theta)$ [°]	0,194	0,327
ECAP 140C	$\Delta(2\theta)$ [°]	0,150	0,247
ECAP 160C	$\Delta(2\theta)$ [°]	0,127	0,210
Q+120C	$\Delta(2\theta)$ [°]	0,045	0,056
Q+170C	$\Delta(2\theta)$ [°]	0,063	0,078

**4. táblázat.** A vizsgált minták vonalkiszélesedése a (200) és (311) Miller-indexű rácssíkok esetében.

A 3.2.4. rész alapján elkészíthetjük a Williamson–Hall és a módosított Williamson–Hall-ábrákat is, hogy képet kapjunk a vonalkiszélesedésről, illetve az azt okozó mechanizmusról; sőt következtetéseket vonjunk le a szemcseméretéről is.

A 16. ábrákon láthatóak a Williamson–Hall és módosított Williamson–Hall-ábrák az ECAP RT és ECAP 163C mintáról (az ECAP 163C esetében történt meg a legmagasabb hőmérsékleten a hőkezelés, ezért itt várom a legnagyobb eltérést a szemcseméretben a szobahőmérsékletű mintától). A módosított Williamson–Hall-ábrához a  $q = 0,36$  értéket használtam, ugyanis ezzel illeszkedtek legjobban az adatok egy egyenesre, ahogy azt várnánk. Megfigyelhető, hogy valóban a hőkezelt mintánál kisebb a vonalkiszélesedés, azaz változott a szemcseméret és a diszlokációsűrűség is<sup>21</sup>. Az [1] hivatkozással összevetve látható, hogy a diszlokációsűrűség csökkent, míg a szemcseméret megnőtt, ahogy ez az 5. táblázatban is olvasható.

<sup>21</sup> Mivel a szemcseméretből eredő vonalkiszélesedés nem függ  $g$ -tól és  $(hkl)$ -től sem, ezért ha nem lennének diszlokációk, a Williamson–Hall-ábrán konstanst kellene kapnunk.



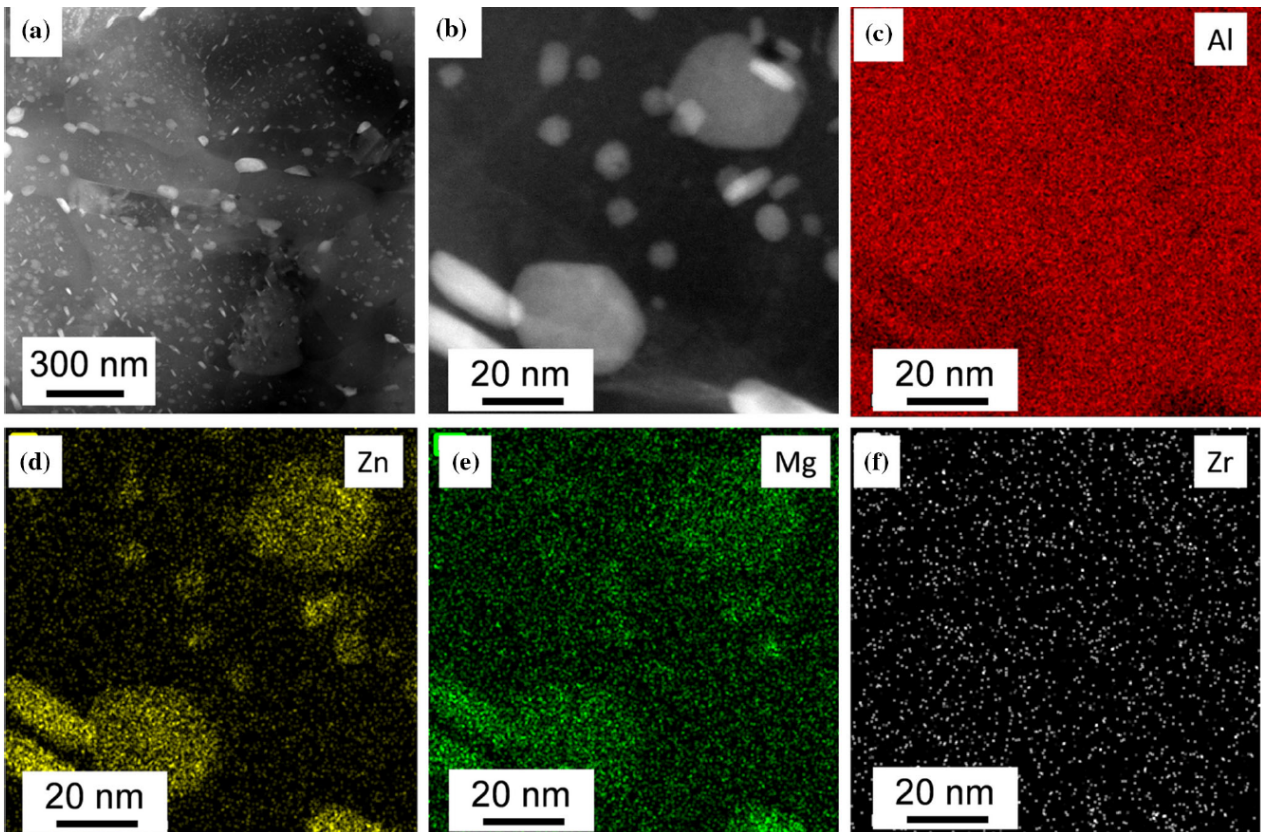
16. ábra. Williamson–Hall-ábrák az ECAP RT és ECAP 163C mintákról. Az a) ábrán a Williamson–Hall-ábra, míg a b) képen a módosított Williamson–Hall-ábrát láthatjuk.

	diszlokációsűrűség [ $10^{14} \text{ m}^{-2}$ ]	szemcseméret (TEM-ből)	MgZn <sub>2</sub> kiválások (%)
ECAP RT	$4,8 \pm 0,5$	$260 \pm 30$	$0,9 \pm 0,2$
ECAP 170°C	$3,3 \pm 0,4$	$530 \pm 50$	$6,8 \pm 0,9$

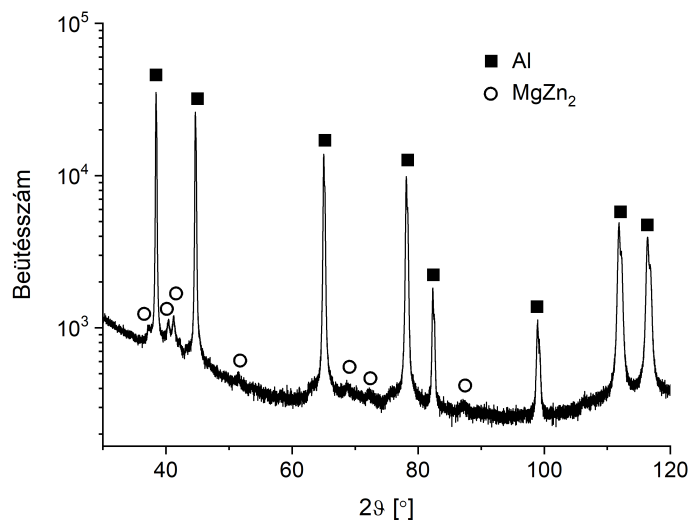
5. táblázat. Az [1] hivatkozás alapján az ECAP RT és 170°C-on hőkezelt ECAP-olt minta diszlokációsűrűsége, szemcsemérete és a MgZn<sub>2</sub> kiválások aránya százalékban.

#### 4.5. Szemcseméretetek, kiválások

Az [1] cikkben transzmissziós elektronmikroszkópiai felvételekkel megvizsgálták az átlagos szemcseméretet, illetve a hőkezelés hatására létrejövő kiválásokat is. A 17. ábrán látható egy TEM felvétel a 170°C-on 2 órán át hőkezelt mintáról. Ugyanezen ábra c-f) részein ún. elem térképeket figyelhetünk meg, amelyeken rendre a b) ábrán látható minta Al, Zn, Mg és Zr összetételét figyelhetjük meg. A d) és e) ábrákon jól látszik, hogy Zn-Mg kiválások (MgZn<sub>2</sub>) jelennek meg a hőkezelés hatására (mely jellemző az Al-Zn-Mg ötvözetek esetében; [23] hivatkozás). A 15.a ábrán látott diffraktogramon is megjelennek a kiválásokhoz tartozó diffrakciós csúcsok (sokkal kisebb arányban, hiszen az anyag kis hányadát alkotják csak). A 18. ábrán jelöltem a kiválásokhoz tartozó diffrakciós maximumokat is (az ábrán a négyzetek az Al, míg a körök a MgZn<sub>2</sub> diffrakciós csúcsait jelölik).



**17. ábra.** Az a) ábrán egy TEM felvételt láthatunk a könyöksajtolással deformált, majd 2 órán át 170°C-on hőkezelt Al-Zn-Mg-Zr ötvözet mikroszerkezetéről. A b) ábrán nagyobb nagyításnál figyelhetjük meg a mikroszerkezetet. Ezen túl a c-f) ún. elemtérképeken a b) ábra felvételén látható mintadarab összetételét láthatjuk. Az ábrákon sorban az Al, Zn, Mg és Zr előfordulások figyelhetők meg.



**18. ábra.** ECAP 163C minta diffraktogramja. Négyzettel jelöltem az Al-hoz, míg körrel a MgZn<sub>2</sub>-höz tartozó diffrakciós maximumokat.

## 5. Összegzés

Dolgozatomban a könyöksajtolt, és ilyen módon ultrafinomszemcsés szerkezetű Al-4,8Zn-1,2Mg-0,14Zr ötvözet benyomódási kúszását vizsgáltam. Az ötvözet az ipar számára is jelentős lehet, ezért is fontos a (magas hőmérsékleti) mechanikai tulajdonságainak feltérképezése. A kutatáshoz alapvetően az ELTE Anyagfizikai Tanszékén épített, de már korszerűtlen eszközt használtam, ezért feladatomban volt a mérőberendezés felújítása. Elvégeztem a kalibrációkat, sőt az eszköz hőszigetelésével is foglalkoztam, ugyanis ez fontos szempont lesz a további mérések szempontjából. A benyomódási kúszás méréséhez szükséges, hogy jó minőségű (magas hőmérsékleten is nagy keménységű) benyomófejek álljanak rendelkezésünkre. Mivel a régi fejek alkalmatlanok voltak ilyen célra, ezért egyrészt acélfejeket edzettem, másrészt a régi kerámiafejeket csiszoltam le, melyek szintén a további mérések szempontjából lesznek érdekesek (több száz °C-on az edzett acél már nem használható benyomófejként). Az edzett acélfejek azonban az alkalmazott hőmérsékleten tökéletesen használhatóak.

Elvégeztem az UFG Al-Zn-Mg-Zr minta benyomódási kúszásmérését. Három hőmérsékleten: 141°C-on, 149°C-on és 163°C-on vizsgáltam: egyre nagyobb terhelések mellett vizsgáltam a képlékeny deformációt. Az elmozdulás-idő grafikonra adott terhelések mellett egy rövid tranzienst jelenség után egyenest lehet illeszteni, amiből a deformációs sebesség meghatározható; a deformációs sebességből és az ekvivalens feszültségből pedig a sebességérzékenységi paraméter kiszámolható. A kiértékelésekhez PYTHON nyelven kiértékelőkódot írtam. Eredményül azt kaptam, hogy hibahatáron belül mindhárom esetben ennek értéke  $m = 0,26 \pm 0,02$ , mely szerint az anyag a szuperképlékenység határán mozog. Elvégeztem 141°C-on egy reprodukciós mérést is, mely sikeresen visszaadta a sebességérzékenységi paraméterre kapott értéket. Mivel különböző hőmérsékleteken is mértem, a minta aktivációs energiáját is meghatároztam, melynek értéke meglehetősen alacsony, mindössze  $Q = (32 \pm 12)$  kJ/mol-t kaptam eredményül. Ebből következtethetünk arra, hogy a kúszás során bekövetkező mechanizmus valóban a szemcsehatárcsúszás volt.

Megvizsgáltam, hogy a nagy mértékű deformáció milyen hatással van ilyen magas ( $\sim 160^\circ\text{C}$ ) hőmérsékleten a kúszási tulajdonságokra, ezért összevettem egy quench-elt és 2h-n át 170°C-on hőkezelt mintával. A quench-elt esetben is ilyen hőmérsékleten már számos kiválás keletkezik, továbbá a diszlokációsűrűség is lecsökken, ezért nem várunk hatalmas különbséget a két anyag mechanikai tulajdonságai között. A benyomódási kúszásmérések alapján a sebességérzékenységi paraméterre  $m = 0,29 \pm 0,04$ -et kaptam eredményül, a keménysége viszont kisebb a hasonló hőmérsékleten (163°C-on) kúszatott mintáénál (ennek oka valószínűleg a szemcseméretben ered).

A benyomódási kúszás méréseken túl megmértem a quench-elt illetve a könyöksajtolt, különböző hőmérsékleteken hőkezelt minták keménységét és vonalkiszéledését. Azt találtam, hogy az ECAP-os minták nagyobb keménységgel bírnak, mint a sima quench-elt társaik. En-



nek oka abban ered, hogy a könyöksajtolás során a szemcseméret jelentősen csökken, amit röntgendiffrakcióval, a vonalkiszélesedés vizsgálatával ellenőriztem, továbbá összevettem az irodalomban található értékekkel is.

Dolgozatomban egy már meglévő eszközt, a benyomódási kúszásmérőt javítottam fel. Az eszköz jelentősége abban áll, hogy lehetőség van vele magas hőmérsékleten (akár 1000°C-on is) kúszási méréseket elvégezni, így egy új mérési módszer vált lehetővé további vizsgálatok számára. Terveim között szerepel acélok magas hőmérsékletű benyomódási kúszásának vizsgálata; ezeket a méréseket a feljavított eszközzel már el lehet végezni.

## Köszönetnyilvánítás

Szeretnék legfőképp köszönetet mondani témavezetőmnek, Jenei Péternek a rengeteg segítségért és tanácsért, melyet a kutatás során kaptam tőle. Köszönöm neki, hogy bevezetett az anyagtudomány, illetve a kísérleti kutatómunka világába; a számos értékes beszélgetés során gyarapodhatott tudásom.

Köszönetet szeretnék mondani Nguyen Quang Chinhnek, aki a vizsgált Al-Zn-Mg-Zr ötvözzel kapcsolatban számos inspiráló ötlettel segítette a kutatást. Köszönöm Kranauer Tamásnak a rengeteg segítséget, nélküle nem készülhettek volna el az új acélfejek. Számos érdekes dolgot tanulhattam tőle a műhelyben. Köszönöm Maksa Zsoltnak és Szabó Ábelnek a SEM-felvételek elkészítését.

Nem utolsó sorban szeretnék hálát mondani családomnak, hogy mindig mindenben mellett állnak, támogatnak az álmaim elérésében. Köszönöm páromnak, Lugosi Lillának, hogy mindig mellettem van, és segít átlendíteni a nehezebb időszakokon is.

Az Információs és Technológiai Minisztérium ÚNKP-19-2 kódszámú Új Nemzeti Kiválóság Programjának szakmai támogatásával készült.

## A. függelék: A kutatómunkához használt eszközök

Az alábbiakban láthatóak a kutatómunkámhoz használt eszközök képei.

- A 19a. képen látható az általam felújított benyomódási kúszásmérő, mellyel a méréseket végeztem.
- Az acélfejeket kb. 980°C-ra felhevítettem a 19b. ábrán látható kályhával az edzéshez.
- A mikrokeménység mérését a 19c. képen látható ZwickRoell ZH $\mu$  eszközzel végeztem el.
- A deformáció és hőkezelés hatására bekövetkező változásokat röntgendiffrakcióval vizsgáltam meg, melyhez egy Rigaku gyártmányú röntgendiffraktométert használtam (19d. ábra).



(a) Az általam felújított benyomódási kúszásmérő, mellyel a méréseket végeztem.



(b) Az acélok edzéséhez használt kályha.



(c) A mikrokeménységméréshez használt ZwickRoell ZH $\mu$  eszköz.



(d) Rigaku gyártmányú röntgendiffraktométer.

19. ábra. A mérésekhez használt eszközök képei.

## B. függelék: További táblázatok

A függelék ezen részében közlöm azokat a táblázatokat, melyek alapján az ekvivalens feszültséget ábrázoltam a deformációs sebesség függvényében; ezek segítségével meghatározható a sebességérzékenységi paraméter. A 6. táblázatban a 141°C-on, a 7. táblázatban a 149°C-on, a 8. táblázatban a 163°C-on kúsztatott könyöksajtolt minták értékeit, a 9. táblázatban pedig a 170°C-on hőkezelt, quench-elt minta ábrázolásához szükséges mennyiségeket láthatjuk.

$M$ [kg]	$\sigma$ [MPa]	$v_i$ [ $\mu\text{m/s}$ ]	$\dot{\epsilon}$ [ $10^{-3} \cdot 1/\text{s}$ ]
21,83	313,02	0,2134	0,4269
22,83	327,36	0,2350	0,4699
23,83	341,70	0,2897	0,5794
24,83	356,04	0,3372	0,6745
25,83	370,38	0,3707	0,7414

**6. táblázat.** Az ekvivalens nyújtási feszültségek és a deformációs sebességek 141°C-on különböző nagyságú tömegek esetén (reprodukción mérés).

$M$ [kg]	$\sigma$ [MPa]	$v_i$ [ $\mu\text{m/s}$ ]	$\dot{\epsilon}$ [ $10^{-3} \cdot 1/\text{s}$ ]
20,83	298,68	0,3867	0,7735
21,83	313,02	0,4800	0,9600
22,83	327,36	0,5828	1,1655
23,83	341,70	0,7488	1,4977

**7. táblázat.** Az ekvivalens nyújtási feszültségek és a deformációs sebességek 149°C-on különböző nagyságú tömegek esetén.

$M$ [kg]	$\sigma$ [MPa]	$v_i$ [ $\mu\text{m/s}$ ]	$\dot{\epsilon}$ [ $10^{-3} \cdot 1/\text{s}$ ]
20,83	298,68	0,5588	1,1177
21,83	313,02	0,6817	1,3635
22,83	327,36	0,8156	1,6311
23,83	341,70	0,9594	1,9189
24,83	356,04	1,0769	2,1538

**8. táblázat.** Az ekvivalens nyújtási feszültségek és a deformációs sebességek 163°C-on különböző nagyságú tömegek esetén.

$M$ [kg]	$\sigma$ [MPa]	$v_i$ [ $\mu\text{m/s}$ ]	$\dot{\epsilon}$ [ $10^{-3} \cdot 1/\text{s}$ ]
21,83	313,02	0,1065	0,2129
22,83	327,36	0,1129	0,2258
23,83	341,70	0,1396	0,2793

**9. táblázat.** Az ekvivalens nyújtási feszültségek és a deformációs sebességek a 170°C-on hőkezelt, quench-elt minta esetében különböző nagyságú tömegek esetén.

## Hivatkozások

- [1] Gubicza, Jenő & Lábár, János & Lendvai, János & Nguyen, Chinh. (2019). The influence of artificial aging on the microstructure and hardness of an Al–Zn–Mg–Zr alloy processed by equal-channel angular pressing. *Journal of Materials Science*. 54. 1-11.
- [2] Valiev, Ruslan & Kazykhanov, Vil & Mavlyutov, A. & Yudakhina, Anna & Nguyen, Chinh & Murashkin, Maxim. (2019). Superplasticity and High-Strength in Al-Zn-Mg-Zr Alloy with Ultrafine Grains. *Advanced Engineering Materials*.
- [3] Chokshi, Atul & Mukherjee, Amiya & Langdon, Terence. (1993). Superplasticity in Advanced Materials. *Materials Science and Engineering: R: Reports*. 10. 237-274.
- [4] Li, C. & Shi, L.. (1995). Plasticity and superplasticity of advanced materials. *Advanced Performance Materials*. 2.
- [5] Mondolfo, L.. (1971). Structure of the aluminium: Magnesium: Zinc alloys. *Metallurgical Reviews*. 16. 95-124.
- [6] Polmear, I.J.. (1995). *Light Alloys Metallurgy of the Light Metals*. Butterworth Heinemann, Oxford.
- [7] Lendvai, János. (1996). Precipitation and Strengthening in Aluminium Alloys. *Materials Science Forum - MATER SCI FORUM*. 217. 43-56.
- [8] Löffler, H. & Kovács, I. & Lendvai, J.. (1983). Decomposition processes in Al-Zn-Mg alloys. *Journal of Materials Science*. 18. 2215-2240.
- [9] HEALEY, J.T. Guinier-Preston zone evolution in 7075 Aluminum, Thesis of D.Sc., University of Florida, 1976.
- [10] Ringer, Simon & Hono, Kazuhiro. (2000). Microstructural Evolution and Age Hardening in Aluminium Alloys. *Materials Characterization - MATER CHARACTER*. 44. 101-131.
- [11] Zhao, Y.H. & Liao, Xiaozhou & Jin, Z. & Valiev, Ruslan & Zhu, Yuntian. (2004). Microstructures and mechanical properties of ultrafine grained 7075 Al alloy processed by ECAP and their evolutions during annealing. *Acta Materialia*. 52. 4589-4599.

- [12] Gubicza, Jenó & Schiller, I. & Nguyen, Chinh & Illy, J. & Horita, Z. & Langdon, T.G.. (2007). The effect of severe plastic deformation on precipitation in supersaturated Al–Zn–Mg alloys. *Materials Science and Engineering A-structural Materials Properties Microstructure and Processing - MATER SCI ENG A-STRUCT MATER*. 460. 77-85.
- [13] Samaee, Mahdi & Najafi, Soroush & Eivani, Ali Reza & Jafarian, H.R. & Zhou, Ji. (2016). Simultaneous improvements of the strength and ductility of fine-grained AA6063 alloy with increasing number of ECAP passes. *Materials Science and Engineering: A*. 669.
- [14] Löffler, H. & Kovács, I. & Lendvai, J.. (1983). Decomposition processes in Al-Zn-Mg alloys. *Journal of Materials Science*. 18. 2215-2240.
- [15] Nguyen, Chinh & Lendvai, J. & Ping, D.H. & Hono, Kazuhiro. (2004). The effect of Cu on mechanical and precipitation properties of Al-Zn-Mg alloys. *Journal of Alloys and Compounds*. 378. 52-60.
- [16] Prakash, O. & Jones, D.R.H.. (1996). Creep of metal-type organic compounds—II. Indentation creep. *Acta Materialia*. 44. 891-897.
- [17] Juhász, András & Nguyen, Chinh & Tasnadi, Peter & Szászvári, P. & Kovács, I.. (1987). High Temperature Plasticity of Al Alloys Investigated by Impression Creep Test. *Materials Science Forum - MATER SCI FORUM*. 13-14. 421-428.
- [18] Li, W.B. & Henshall, J.L. & Hooper, R.M. & Easterling, K.E.. (1991). The Mechanism of Indentation Creep. *Acta Metallurgica Et Materialia*. 39. 3099-3110.
- [19] Zeng, Kaiyang & Giannakopoulos, A. & Rowcliffe, David. (1995). Vickers Indentations in Glass—II. Comparison of Finite Element Analysis and Experiments. *Acta Metallurgica Et Materialia*. 43. 1945-1954.
- [20] Lowengrub, M. (1965). The distribution of stress in the vicinity of an external crack in an infinite elastic solid. *International Journal of Engineering Science - INT J ENG SCI*. 3. 451-460.
- [21] Iwahashi, Yoshinori & Horita, Zenji & Nemoto, Minoru & Wang, Jing Tao & Langdon, T.. (1996). Principle of Equal-Channel Angular Pressing for the Processing of Ultra-Fine Grained Materials. *Scripta Materialia*. 35.
- [22] Yu, H. & Imam, Ashraf & Rath, B.. (1985). Study of the deformation behaviour of homogeneous materials by impression tests. *Journal of Materials Science*. 20. 636-642.
- [23] Bendo, Arténis & Maeda, Tomoyoshi & Matsuda, Kenji & Lervik, Adrian & Holmestad, R. & Marioara, Calin & Nishimura, Katsuhiko & Nunomura, Norio & Toda, Hiroyuki

& Yamaguchi, Masatake & Ikeda, Ken-ichi & Homma, Tomoyuki. (2019). Characterisation of structural similarities of precipitates in Mg–Zn and Al–Zn–Mg alloys systems. *Philosophical Magazine*. 1-17.