

# A DSC-mérés során megjelenő újrakristályosodási csúcs vizsgálata

## Analysis of Recrystallization Peak Occuring During DSC Measurement

Fejes Gergő Richárd,<sup>1</sup> Gonda Viktor,<sup>2</sup> Széll Károly<sup>3</sup>

<sup>1,2</sup> Óbudai Egyetem Bánki Donát Gépész és Biztonságtechnikai Mérnöki Kar, Budapest, Magyarország

<sup>1</sup> fejesgergorichard@gmail.com; <sup>2</sup> gonda.viktor@bgk.uni-obuda.hu

<sup>3</sup> Óbudai Egyetem, Alba Regia Műszaki Kar, Székesfehérvár, Magyarország

### Összefoglalás

Az intenzív képlékenyalakítási eljárásokkal ultrafinom szemcséjű tömbi anyagokat állíthatunk elő. Számos technológia közül a könyöksajtolás az egyik legnépszerűbb módja ezen anyagok létrehozásának. Az ily módon alakított anyagokban tárolt energia nagyban befolyásolja a mikroszerkezetben végbemenő átalakulási folyamatokat: a megújulást és az újrakristályosodást. Szobahőmérsékleten és emelt hőmérsékleten könyöksajtoló réz próbatestek újrakristályosodási folyamatának kinetikáját elemeztük differenciális pásztázó kaloriméter segítségével, majd egy korábbi munka eredményei alapján saját MATLAB-ban írt kiértékelő rutint hoztunk létre a mérési adatok feldolgozásához.

**Kulcsszavak:** könyöksajtolás, DSC, MATLAB, újrakristályosodás, réz.

### Abstract

Severe plastic deformation (SPD) is a well-established methodology for the processing of bulk ultra-fine grained materials. Among various methods, equal channel angular pressing (ECAP) is the most popular way of creating ultrafine grained materials. The stored energy after ECAP in these substances highly influences the microstructural processes: recovery and recrystallization of the processed materials. We analyzed the recrystallization kinetics of room and elevated temperature ECAP processed copper samples using differential scanning calorimetry (DSC). For the processing of the measurement data we developed a MATLAB processing routine.

**Keywords:** ECAP, DSC, MATLAB, recrystallization, copper.

## 1. Bevezetés

A könyöksajtolás olyan intenzív képlékenyalakítási eljárás, amelynek segítségével szemcsefinomodást érhetünk el hidegalakítás során, és ultrafinom szemcséjű tömbi anyagokat tudunk vele előállítani. A könyöksajtolás során végbemenő nagymértékű képlékeny alakváltozás eredményeképp szövetszerkezetbeli változások mennek végbe. A szemcsék alakban torzulnak, megnő bennük a diszlokációsűrűség. Ezt követően a diszlokációk feltorlódnak és szemcsefinomodás megy végbe.

Az alakítással bevitt energia egy része a diszlokációk által tárolódik az anyagban és újrakristályosodás során felszabadul, az újrakristályosodási folyamat hajtóerejeként. Ez a tárolt energia nagyban befolyásolja a mikroszerkezetben végbemenő összes átalakulási folyamatot. Esetünkben, egy korábbi tanulmány [1] folytatásaként elektrolit-rézből készült próbatesteket szobahőmérsékleten és emelt hőmérsékleten könyöksajtolásnak vetettünk alá, majd az alakított darabok termikus viselkedését vizsgáltuk DSC-méréssel.

Az elemzés során az újrakristályosodás révén megjelenő exotermikus úgynevezett újrakristályosodási csúcsot vizsgáltuk, ugyanis ez kapcsolatba hozható az átalakulás során felszabaduló tárolt energiával. Korábban manuális kiértékelési módszereket ismertettünk az eredmények feldolgozásához. Jelen cikkben bemutatjuk az emelt hőmérsékleten könyöksajtoló minták újrakristályosodása során nyert és egy MATLAB-ban létrehozott kiértékelő rutin segítségével feldolgozott mérési adatokat.

## 2. Kísérletek

### 2.1. Könyöksajtolás (ECAP)

A könyöksajtoláshoz a kereskedelmi forgalomban kapható tisztaságú elektrolitrezet használtunk fel. A húzott rudaktól 10 mm átmérőjű, 60 mm hosszú próbatesteket forgácsoltunk ki, amelyeket 1 órán át 450 °C-on lágyítottunk.

Az átsajtolást szobahőmérsékleten, 50, 100, 150 és 200 °C-on végeztük el 8 mm/perc előtolási sebesség mellett egy 110° csatornaszögű matricában. A darabokat egyszeri könyöksajtolásnak vetettük alá, eközben mértük a sajtoláshoz szükséges erőt.

A sűrűlódás csökkentésére Molykote nevű, -30 °C–1100 °C hőmérséklet-tartományban alkalmazható kenőpasztát alkalmaztunk.

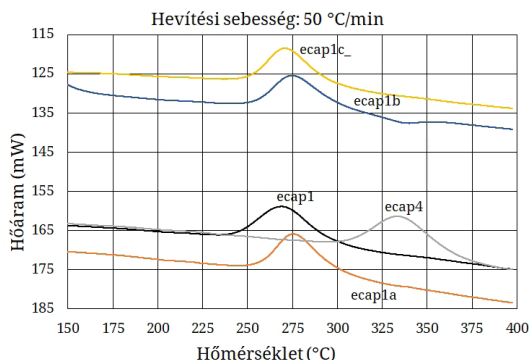
Az alakítási kísérletek után minden alakított darabból legalább négy  $\phi 5,9 \times 2,5$  (mm) vagy  $\phi 5,9 \times 1$  (mm) méretű, korong alakú próbatest készült a DSC-mérésekhez.

### 2.2. Termikus vizsgálat (DSC)

A termikus vizsgálatához egy Perkin-Elmer DSC-8000 típusú teljesítménykompenzációs készüléket használtunk. Ezen típusú készülékek jellemzője, hogy a próbatest egyenletes hevítéséhez szükséges teljesítményt egy termikusan semleges etalonéhoz képest méri. A mérési eredmény nem más, mint a próbatest és az etalon fűtéséhez szükséges teljesítménykülönbség, amelyet a hőmérséklet vagy az idő függvényében ábrázolhatunk.

A kísérleteket elvégeztük szobahőmérsékleten, 50, 100, 150 és 200 °C-on könyöksajtoló mintákból kimunkált próbatestekből. A DSC-mérések során 5, 10, 20 és 50 °C/min hevítési sebességet alkalmaztunk. A mintákat először szobahőmérsékletre 400 °C-ra hevítettük fel, majd később, a korábbi eredményekre alapozva csak 350 °C-ig végeztünk méréseket. A rögzítéshez használt Pyris nevű programmal minden egyes méréshez kb. tízezer mérési pontot vettünk fel. Az eredmények

az **1. ábrán** láthatóhoz hasonlóak lettek. Megfigyelhető, hogy a hőáram tengelye fentről lefelé mutat emelkedő értéket.



**1. ábra.** DSC-készülék által rögzített adatsorok fordított függőleges tengellyel ábrázolva

## 3. A mérési adatok feldolgozása

Az adatok viszonylag nagy mennyisége miatt felmerült az igény a feldolgozás egyszerűbbé tételére. Az általunk készített program minimális felhasználói közbeavatkozással gyors, megbízható eredményeket szolgáltat. Korábban elvégeztük az eredmények feldolgozását a DSC-berendezéshez használatos Pyris szoftverrel, majd Origin és Excel segítségével. Ezen módszerek eredményeivel összehasonlítottuk a saját MATLAB-rutin eredményeit.

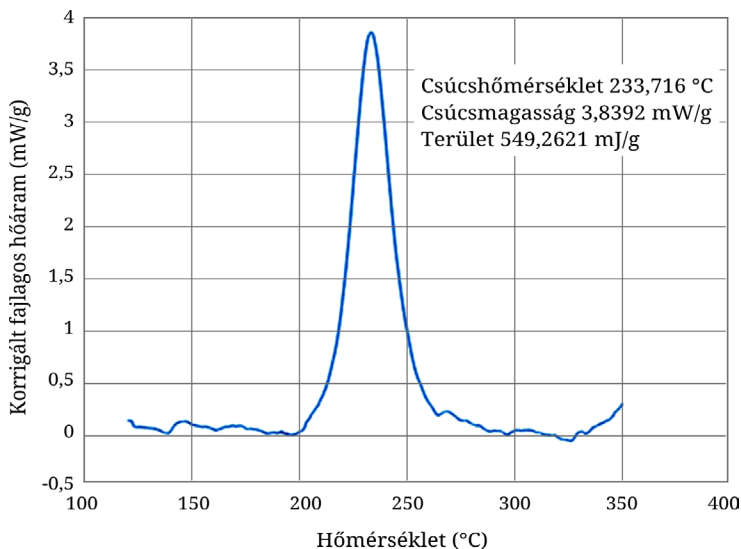
A program egy vezérlőfájlból betölti a mérések után exportált adatsorok neveit, a próbatestek tömegét (grammban) és a DSC-mérés során alkalmazott hevítési sebességet. Ezt betölti egy adattáblába, majd onnan történik meg az egyes adatsorokra történő hivatkozás. A feldolgozás során a program kéri a felhasználót, hogy grafikusan jelölje ki az adatsoron az exotermikus csúcs kezdeti és végpontját, erre egy harmadfokú polinomot illeszt, amelynek helyességét is grafikusan ellenőrizhetjük, majd elvégzi az eredmények kiszámítását. Az elemzés lefutása után a számszerű eredményeket egy ASCII szövegfájlba menti tabulátorral elválasztva, három tizedesjegy pontossággal. Ez a fájl tartalmazza a következőket: tömeg, hevítési sebesség, csúcshőmérséklet, fajlagos tárolt energia, csúcsmagasság. Miután az eredményeket tároltuk, lefut egy ábrákat készítő alprogram, amely a fajlagosított értékekkel ábrázolt csúcsot a hőmérséklet függvényében egy diagramban kirajzolja, szöveggként elhelyezi rajta a legfontosabb eredményeket (csúcshőmérsék-

let, csúcsmagasság, csúcs alatti terület), és ezeket egyenként egy képfájlbba menti (2. ábra). Mivel könyöksajtoló próbatestenként négy DSC-mérést végeztünk, minden negyedik feldolgozás után készül egy összegző ábra is, amelyen láthatjuk a hevítési sebesség okozta különbségeket, ami az aktiválási energia meghatározásához szükségeltetik.

Ezenkívül a program készít egy diagramot az egyes illesztett polinomokról, valamint az általa-

kulás kinetikájáról a hőmérséklet függvényében. A program működésének részletes leírása és forráskódja az erről készített TDK-dolgozatban [2] olvasható.

Az aktiválási energiát a Kissinger-elmélet alapján határoztuk meg, melynek során egy transzformált koordináta-rendszer segítségével számítható az újrakristályosodást megindító aktivációs energia [3].



2. ábra. A kiértékelő rutin által készített diagram

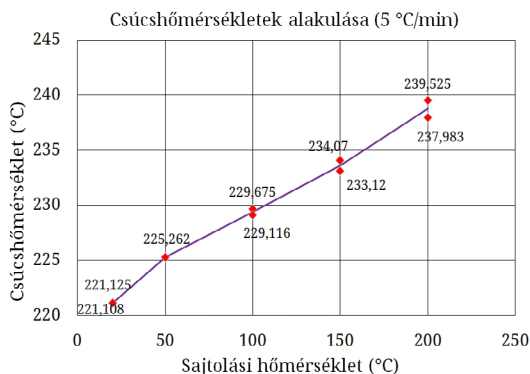
## 4. Eredmények

Az egyes sajtolási esetek DSC-méréseinek kiértékelése során kapott eredmények az anyag termikus viselkedését segítenek megérteni.

A különböző hevítési sebességekkel felvett adatok közül az 5 °C/min hevítési sebességhez tartozó adatokat mutatjuk be. A csúcs hőmérsékletek alakulását a sajtolási hőmérséklet függvényében a 3. ábrán tanulmányozhatjuk. Az ábrából egyértelműen látszik, hogy a vizsgált tartományon belül az újrakristályosodási folyamatot jelző exothermikus csúcshoz tartozó hőmérséklet a vizsgált tartományon belül egyenletesen növekszik.

Ez alapján arra következtethetünk, hogy a sajtolás hőmérsékletének növelésével megnöveljük az újrakristályosodási folyamat megindításához szükséges energiabefektetést a különböző állapotú darabokban.

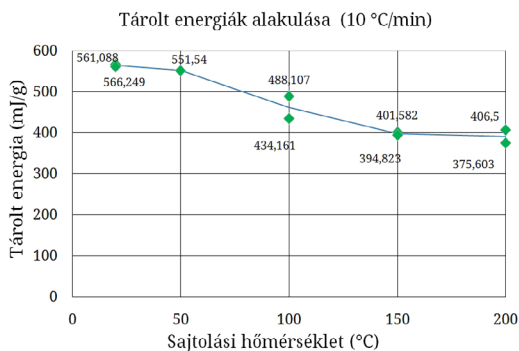
Az újrakristályosodás során felszabaduló tárolt energiák alakulását a 4. ábrán figyelhetjük meg. Ezek csökkenése azt mutatja, hogy az emelt hő-



3. ábra. Az újrakristályosodási csúcs hőmérsékletek alakulása a sajtolási hőmérséklet függvényében

mérsékletű könyöksajtolás során a hőmérséklet növelésével csökken a tárolt energia mennyisége.

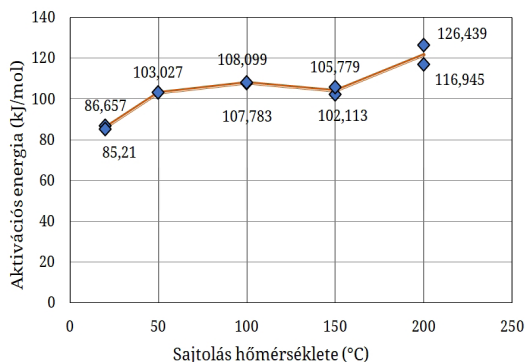
Egy adott állapotú darabból kivett mintákon a hevítési sebesség hatása jól vizsgálható az Arrhenius-diagramon, melynek segítségével meghatároztuk az aktiválási energiát. Ezek alakulása az 5. ábrán követhető.



4. ábra. A tárolt energiák alakulása a sajtolási hőmérséklet függvényében

Az aktiválási energiákat vizsgálva megállapíthatjuk, hogy szobahőmérsékleten végzett sajtolásnál adódik a legalacsonyabb érték (kb. 86 kJ/mol). Erre az esetre mondhatjuk, hogy itt a legnagyobb a rendszerben tárolt energia. A csúcshőmérsékletek növekedése és a tárolt energiák csökkenése alapján felállított elvárásainknak eleget téve a sajtolási hőmérséklet emelésével növekszik az aktiválási energia.

Ezen eredmények alapján elmondható, hogy a sajtolási hőmérséklet emelésének következtében már a könyöksajtolás alatt is végbemegy bizonyos mértékű átalakulás, hiszen késik az újrakristályosodási folyamat megindulása, csökken a felszabaduló energia mennyisége, az újrakristályosodás megindításához szükséges energia mennyisége pedig növekszik.



5. ábra. Az aktiválási energiák alakulása a sajtolási hőmérséklet függvényében

### Köszönetnyilvánítás

A kutatás az EFOP-3.6.1-16-2016-00010 pályázat támogatásával valósult meg.

### Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Fejes G. R., Gonda V.: *Könyöksajtoló réz próbatetek DSC vizsgálata*. In: A XXII. Fiatal műszaki tudományos ülészaka előadásai. Proceedings of the 22<sup>th</sup> international scientific conference of young engineers, Kolozsvár-Cluj, Romania, Műszaki Tudományos Közlemények 7. 2017. 151–154. <https://eda.eme.ro/handle/10598/29768>
- [2] Fejes G. R.: *Könyöksajtoló réz próbatetek DSC vizsgálata*. In: XLV. Tudományos Diákköri Konferencia, Óbudai Egyetem, Budapest, 2017.
- [3] Benchabane G., Boumerzoug Z., Thibon I., Gloriant T.: *Recrystallization of pure copper investigated by calorimetry and microhardness*. Materials Characterization, 59/10. (2008) 1425–1428. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2008.01.002>

**ERRATUM**

Az Erdélyi Múzeum-Egyesület mint kiadó és az Acta Materialia Transylvanica szerkesztősége sajnálattal értesíti a szerzőket és az olvasókat, hogy a folyóirat 2018-as évfolyam 1 és 2. lapszámaiban a cikkek magyar nyelvű változatainál a DOI-azonosítók prefixei hibásan jelentek meg.

A cikkek fejléceiben a magyar nyelvű változatnak megfelelő DOI prefix helyesen: **10.33923**, nem 10.2478.

A prefixek 2023 szeptemberében a lapszámok honlapján:

<https://eme.ro/publication-hu/acta-mat/acta2018-1.htm> illetve

<https://eme.ro/publication/acta-mat/acta2018-1.htm>

és

<https://eme.ro/publication-hu/acta-mat/acta2018-2.htm> illetve

<https://eme.ro/publication/acta-mat/acta2018-2.htm>

minden cikkben javításra kerültek, feltüntetve az eredeti, hibás és az új, helyes azonosítót is.

A DOI-azonosítók helyes számra történő cserélése a Magyar Tudományos Művek Tárában (MTMT) is megtörtént.

A hibáért minden szerző és olvasó szíves elnézését kérjük és tisztelettel kérjük, hogy ezentúl az új, helyes azonosítót legyenek szívesek használni!

Az Erdélyi Múzeum-Egyesület Kiadó és az Acta Materialia Transylvanica Szerkesztősége nevében:

  
Bitay Enikő  
főszerkesztő

**ERRATUM**

The Erdélyi Múzeum-Egyesület as Publisher, and the Editorial Office of Acta Materialia Transylvanica regret to inform the authors and readers that the prefixes of the DOI identifiers of the Hungarian versions of the articles in issues 1 and 2 of the journal in 2018 were incorrectly published.

In the article headings, the DOI prefix corresponding to the Hungarian version of the article is **10.33923**, not 10.2478.

In September 2023, the prefixes were corrected in all articles on the websites of the journal issues:

<https://eme.ro/publication-hu/acta-mat/acta2018-1.htm> respectively

<https://eme.ro/publication/acta-mat/acta2018-1.htm>

and

<https://eme.ro/publication-hu/acta-mat/acta2018-2.htm> respectively

<https://eme.ro/publication/acta-mat/acta2018-2.htm>

showing the original incorrect one crossed out and the new, correct identifier.

The replacement of the DOI identifiers with the correct number has also been done in the Hungarian Repository of Scientific Works (MTMT).

We apologize to all authors and readers for this error, and respectfully request that you use the new, correct identifier from now on!

On behalf of the Erdélyi Múzeum-Egyesület Publisher and the Editorial Office of Acta Materialia Transylvanica:



Bitay Enikő

Editor-in Chief