

# ACTA MATERIALIA TRANSYLVANICA

Anyagtudományi Közlemények

3. évfolyam, 2020. 2. szám



ERDÉLYI MÚZEUM-EGYESÜLET  
Kolozsvár  
2020

A folyóirat megjelenését támogatta a Magyar Tudományos Akadémia, a Bethlen Gábor Alapkezelő Zrt. és az EME Műszaki Tudományok Szakosztálya / The publication of this magazine was supported by the Hungarian Academy of Sciences, by the Bethlen Gábor Fund and by the TMS – Department of Engineering Sciences



**Főszerkesztő / Editor-in-Chief:** Bitay Enikő

**Nemzetközi Tanácsadó testület / International Editorial Advisory Board:**

Prof. Biró László Péter, MTA Energiatudományi Kutatóközpont, Budapest, Magyarország  
 Prof. emer. B. Nagy János, University of Namur, Namur, Belgium  
 Prof. Czigány Tibor, Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Budapest, Magyarország  
 Prof. Diószegi Attila, Jönköping University, Jönköping, Svédország  
 Dobránszky János, MTA–BME Kompozittechnológiai Kutatócsoport, Budapest, Magyarország  
 Prof. Dusza János, Institute of Materials Research of Slovak Academy of Sciences, Kassa, Szlovákia  
 Prof. Gyenge Csaba, Technical University of Cluj-Napoca, Kolozsvár, Románia  
 Prof. emer. Gyulai József, Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Budapest, Magyarország  
 Prof. Kaptay György, Miskolci Egyetem, Miskolc, Magyarország  
 Dr. Kolozsváry Zoltán, Plasmaterm Rt., Marosvásárhely, Románia  
 Prof. Mertinger Valéria, Miskolci Egyetem, Miskolc, Magyarország  
 Prof. Porkoláb Miklós, Massachusetts Institute of Technology, Cambridge, MA, USA  
 Prof. Réger Mihály, Óbudai Egyetem, Budapest, Magyarország  
 Prof. emer. Réti Tamás, Óbudai Egyetem, Budapest, Magyarország  
 Prof. emer. Roósz András, Miskolci Egyetem, Miskolc, Magyarország  
 Dr. Spenik Sándor, Ungvári Nemzeti Egyetem, Ungvár, Ukrajna  
 Prof. Zsoldos Ibolya, Széchenyi István Egyetem, Győr, Magyarország

**Lapszámszerkesztők / Editorial Board:**

Dobránszky János, MTA–BME Kompozittechnológiai Kutatócsoport, Budapest, Magyarország  
 Csavdári Alexandra, Babeş–Bolyai Tudományegyetem, Kolozsvár, Románia  
 Gergely Attila, Sapientia Erdélyi Magyar Tudományegyetem, Marosvásárhely, Románia  
 Kovács Tünde, Óbudai Egyetem, Budapest, Magyarország

**Kiadó / Publisher:** Erdélyi Múzeum-Egyesület

**Felelős kiadó / Responsible publisher:** Biró Annamária

**Olvasószerkesztő / Proofreader:** Szenkovics Enikő (magyar), David Speight (English)

**Szerkesztőségi titkár / Editorial secretary:** Kisfaludi-Bak Zsombor

**Borítóterv / Cover:** Könczey Elemér

**Nyomdai munkálatok / Printed at:** F&F International Kft., Gyergyószentmiklós

**Copyright** © a szerzők / the authors, EME/ TMS 2020

ISSN 2601-1883, ISSN-L 2601-1883

DOI: 10.33923/amt-2020-02

**A folyóirat honlapja:** <https://www.eme.ro/publication-hu/acta-mat/mat-main.htm>

**The journal website:** <https://www.eme.ro/publication/acta-mat/mat-main.htm>

*Acta Materialia Transylvanica. Anyagtudományi Közlemények* az Erdélyi Múzeum-Egyesület (EME) Műszaki Tudományok Szakosztályának folyóirata, amely az anyagtudományok területéről közöl tudományos közleményeket: szakcikkeket, összefoglalókat (szemléket), tanulmányokat. A folyóirat célja összképet adni kiemelten a Kárpát-medencei kutatási irányokról, tudományos eredményeiről, s ezt széles körben terjeszteni is. A folyóirat az EME felváltott céljaihoz híven a magyar szaknyelv ápolását is támogatja, így a nyomtatott folyóirat magyar nyelven jelenik meg, mely az Erdélyi digitális adattárban elérhető (<https://eda.eme.ro/handle/10598/30356>). A széles körű nemzetközi terjesztés érdekében a folyóirat teljes angol nyelvű változatát is közzéteesszük.

*Acta Materialia Transylvanica* – Material Sciences Publications – is a journal of the Technical Sciences Department of the Transylvanian Museum Society, publishing scientific papers, issues, reviews and studies in the field of material sciences. Its mission is to provide and disseminate a comprehensive picture focusing on research trends and scientific results in the Carpathian basin. In accordance with the general mission of the Transylvanian Museum Society it aims to support specialized literature in Hungarian. The printed version of the journal is published in Hungarian and is available in the Transylvanian Digital Database (<https://eda.eme.ro/handle/10598/30356>). However, we would like to spread it internationally, therefore the full content of the journal will also be available in English.

## Tartalom / Content

---

FÁBIÁN Enikő Réka, HORVÁTH Richárd .....	61
<i>PVD-bevonatos forgácsolószerszámok adhéziós viselkedése</i>	
<i>Adhesion Behavior of PVD-Coated Cutting Tools</i>	
GÁL Viktor.....	65
<i>A mérethatás végeelemes vizsgálata az alakítási határgörbék felvételénél</i>	
<i>Finite Element Analysis of Size Effect for Forming-Limit Curves</i>	
IZSÓ Izabella, ASZTALOS Lilla .....	70
<i>Koszorúersztent-bevonatok fejlesztési lehetőségei</i>	
<i>Development Options for Coronary Stent Coatings</i>	
KENÉZ Attila Zsolt, BAGYINSZKI Gyula.....	76
<i>A folyamatparaméterek hatásának vizsgálata a lézersugárral hegesztett fúrókoronák törésére</i>	
<i>Investigation of the Effect of Process Parameters on the Break of Laser-welded Drill Bits</i>	
KOVÁCS Ferenc, FÁBIÁN Enikő Réka .....	81
<i>Szövetszerkezeti változások ausztenites korrózióálló acéllemezek lézersugaras hegesztésekor</i>	
<i>Microstructural Changes During Laser Beam Welding of Austenitic Stainless-Steel Sheets</i>	
MALOVECZKY Anna, WINDISCH Márk, SZABÓ Dávid, BUZA Gábor, UGI Dávid, VERES Miklós, RIGÓ István, FÜRJES Péter, HAKKEL Orsolya.....	86
<i>Kísérletek szilícium egykristályon femtoszekundumos lézerrel</i>	
<i>Experiments with Femtosecond Laser on Monocrystalline Silicon</i>	
MARÓTI János Endre, SZABÓ Péter János.....	90
<i>A léces martenzit összetett jellegének vizsgálata</i>	
<i>Investigation of Composite Behaviour of Lath Martensite</i>	

RENKÓ József Bálint, BONYÁR Attila, SZABÓ Péter János.....	94
<i>Mikrofluidikai cella fejlesztése folyadékfázisú vékonyréteg-leválasztás nyomon követésére</i>	
<i>Development of Microfluidic Cell for Liquid Phase Layer Deposition Tracking</i>	
SIMON Ágota, ASZTALOS Lilla .....	98
<i>Törött ortopédiai implantátumok károsodásanalízise</i>	
<i>Failure Analysis of Broken Orthopedic Implants</i>	
TOLNAI Ferenc, VARBAI Balázs .....	103
<i>A hőkezelés hatása duplex acél hegesztési varratainak szövetszerkezetére</i>	
<i>Effect of Heat Treatment on the Microstructure of Duplex Stainless Steel Welds</i>	

# PVD-bevonatos forgácsolószerszámok adhéziós viselkedése

## Adhesion behavior of PVD-coated cutting tools

Fábián Enikő Réka,<sup>1</sup> Horváth Richárd<sup>2</sup>

Óbudai Egyetem Bánki Donát Gépész és Biztonságtechnikai Mérnöki Kar. Budapest, Magyarország

<sup>1</sup> [fabian.reka@bgk.uni-obuda.hu](mailto:fabian.reka@bgk.uni-obuda.hu)

<sup>2</sup> [horvath.richard@bgk.uni-obuda.hu](mailto:horvath.richard@bgk.uni-obuda.hu)

### Abstract

Cutting with TiAlN or CrAlN tip PVD coated tungsten-carbide based inserts, manufactured by powder metallurgy were found no significant difference in the wear compartment of inserts regardless of whether the insert worked in wet or dry conditions. The adhesion properties of coating layers on were studied by scratch test and by Daimler–Benz test. On the tungsten-based carbide cutting tool, the thinner TiAlN coating showed slightly better adhesion than the thicker CrAlN coating.

**Keywords:** TiAlN, CrAlN, adhesion test, Calo test.

### Összefoglalás

TiAlN, illetve CrAlN típusú PVD-bevonattal ellátott, a volfrám karbid alapú, porkohászati úton gyártott keményfém lapkákvaló forgácsoláskor jelentős különbséget nem tapasztaltunk lapkák kopásánál, függetlenül attól, hogy nedves vagy száraz körülmények közt dolgozott-e a lapka. A bevonatok tapadási tulajdonságait karcseszttel, illetve Daimler–Benz-tesztel vizsgáltuk. A volfrám alapú keményfém lapkákon a vékonyabb TiAlN-bevonat valamivel jobb tapadást mutatott, mint a CrAlN-bevonat.

**Kulcsszavak:** TiAlN, CrAlN, tapadásvizsgálat, Calo-teszt.

## 1. Bevezetés

A forgácsolószerszámok, kivitelük, anyaguk, geometriai kialakításuk, rendeltetésük, alkalmazási feltételeik figyelembevételével különböző szempontok alapján több csoportba sorolhatók. Rendeltetés szerint megkülönböztetnek esztergáló-, fúró-, maró- stb. szerszámokat. A szerszámmal szemben támasztott főbb műszaki-gazdasági követelmények: a funkció minőségi ellátása, pontosság, magas élettartam, termelékenység, gazdaságosság. Ezeknek a követelményeknek a szerszám csak akkor tud megfelelni, ha a szükséges tulajdonságokkal rendelkezik. Ezek között döntő szerepe van az anyagtulajdonságoknak. A szerszámok tönkremenetelének főbb oka az abrazív és dinamikus igénybevételek során létrejövő kopás. A kopásállóság javítása érdekében a szerszámokat gyakran felületkezelik [1–5], illetve

bevonatozzák [6–9]. A bevonatok tulajdonságai függenek azok szerkezetétől, orientációjától, sűrűdési együtthatójától, de az alapanyag hőkezelési állapotától is [10–11].

## 2. Előzmények

Szakirodalmi adatok szerint volfrám alapú keményfémeken a TiAlN kopása kisebb, mint a CrAlN-bevonat [10], ugyanakkor megalakító szerszámacélokon jobb tapadásállóságot mutatnak a CrAlN-bevonatok, mint a TiAlN-bevonatok [11]. Forgácsolási tulajdonságok vizsgálataihoz öntött állapotú GX2CrNiMoCuN25-6-3-3 minőségű szuperduplex acélt ipari körülményeknek megfelelően forgácsoltuk 5 perces időtartamban. A forgácsolási sebesség:  $v_c = 70$  m/min; előtolás:  $f = 0,175$  mm; fogásmélység:  $a = 1$  mm volt. Azt tapasztaltuk, hogy függetlenül attól, hogy száraz

vagy nedves körülmények között történt-e a forgácsolás, a két különböző PVD-bevonattal ellátott CNMG 120408 típusú lapka (nanokristályos TiAlN-, illetve nanokristályos CrAlN-bevonat) kopási képe jelentős eltérést nem mutatott, ahogy az **1. ábrán** is látható. Kopás mindenik esetben fellépett.

Az **1. a) ábrán** látható, hogy száraz forgácsoláskor a TiAlN-bevonatú szerszámon ép bevonat 5 perces forgácsolás után csak a fogásmélység „zónáján” kívül található. Amikor kenőfolyadékot használtunk a forgácsoláskor a TiAlN-nel bevonatolt szerszámnál, nem alakult ki a homloklapon a forgácsoló horonyig élrátét, viszont a forgácsoló horonyig és annak közeléből az abrazív kopás miatt teljesen lekopott a bevonat (**1. ábra b**). Hasonlóan a szárazforgácsoláshoz, kenéses forgácsolási körülmények között is tapasztalható volt élképzés a főél mentén.

A CrAlN-bevonatú szerszámon száraz körülmények között nincs álforgács, illetve felrakódás a homloklap felület forgácsoló zónájában, viszont a forgács folyamatos koptató hatása teljesen lekopatta a bevonatot (**1. ábra c**). Nedvesforgácsoláskor CrAlN-bevonatú szerszámon kipattanás nem található, de a duplex acélból nagy mennyiségű felrakódás található az él mentén. Ennél a szerszámnál a duplex acélból származó feltapadás megtalálható a homloklap felületen hosszan a forgácsoló zónában is (**1. ábra d**).

A vizsgálati eredmények kissé meglepőek voltak, mivel a forgalmazó szerint a CrAlN sűrűlődségi

együtthatója kisebb (0,4), mint a TiAlN-bevonaté (0,6); a TiAlN-bevonat keménysége 3200 HV, míg a CrAlN-bevonaté 3300 HV.

Annak kiderítése érdekében, hogy mi lehet ennek hátterében, különböző módszerekkel vizsgáltuk a szerszámokon a tényleges rétegvastagságot és a tapadásállóságot.

### 3. Felhasznált anyagok, vizsgálati eljárások

A porkohászati eljárással készült CNMG120408 típusú vágólapkák bevonatolása hagyományos ipari körülmények között történt. Mivel nemcsak a bevonati réteg, de a vágólapkák keménysége is igen nagy, a metallográfiai módszerekkel való rétegvastagság-mérés igen körülményes, a bevonati réteg jó eséllyel lepattanhat, még gyémánt-tárcsás vágással is. Az alapanyag keménysége a hagyományos metallográfiai csiszolást is igen nehézkessé teszi, ezért a rétegvastagság-méréshez Calo-tesztet használtunk [12–14] 30 mm-es átmérőjű koptató  $Al_2O_3$  golyóval. Az eljárást a DIN EN 1072-2 szabvány rögzíti. A vizsgálat alapja a két felület között fellépő súrlódás okozta koptató hatás. A vizsgálat során egy edzett Ø30 mm-es golyó felületére abrazív szemcsetartalmú szuszpenziót viszünk fel, melyet dörzshajtással mozgásba hozunk, ami közben az nekitámaszkodik a mérendő felületnek.

Tapadásvizsgálathoz részben karctesztelést használtunk MST<sup>3</sup> berendezéssel [15], részben a Daimler-Benz-tesztet alkalmaztuk [16].

### 4. Vizsgálati eredmények

A Calo-teszt alkalmazásakor a koptatógolyó forgása és az abrazív szuszpenzió hatására egy gömbsüveg formájú kráter keletkezik (**2. ábra**). A keletkezett kopást mikroszkóp alatt megmérjük, és matematikai úton kiszámítjuk a rétegvastagságokat [14].

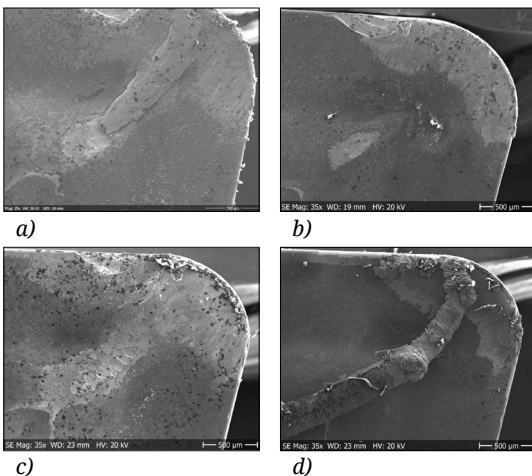
A rétegvastagság (T) a következőképp adódik:

$$T = \frac{X \cdot Y}{D}; \mu m \quad (1)$$

A jelölések a **2. ábrából** olvashatók le.

A bevonatolt keményfém lapkákban a különböző bevonati rétegek vastagságának különbsége jelentős (**3. ábra**).

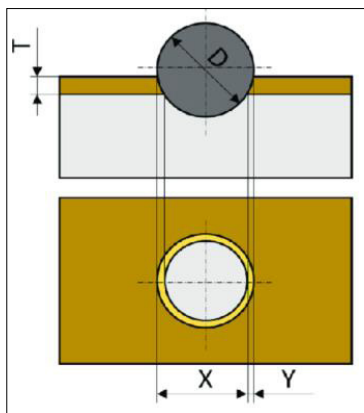
A Calo-teszt után fénymikroszkóppal lemérve a gömböveket határoló körök átmérőjét, a TiAlN-réteg vastagsága átlagosan 6,2–7,4  $\mu m$  közöttinek adódott, míg a CrAlN-réteg csak épp meghaladta a 3  $\mu m$ -t (átlagosan 3,3  $\mu m$ ).



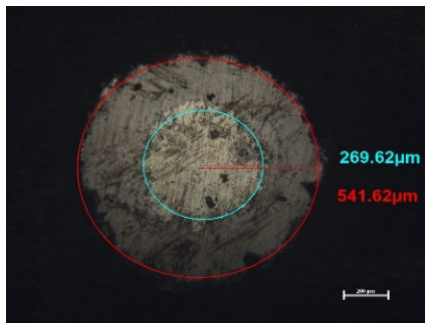
**1. ábra.** Bevonatolt vágólapkák kopása. Élrátétképződés a) TiAlN-bevonat+ szárazforgácsolás b) TiAlN-bevonat+ nedvesforgácsolás c) CrAlN-bevonat+ szárazforgácsolás d) CrAlN-bevonat+ nedvesforgácsolás

Az MST<sup>3</sup>-berendezéssel végzett karcolásos vizsgálatok eredményeit a **4. ábra** szemlélteti.

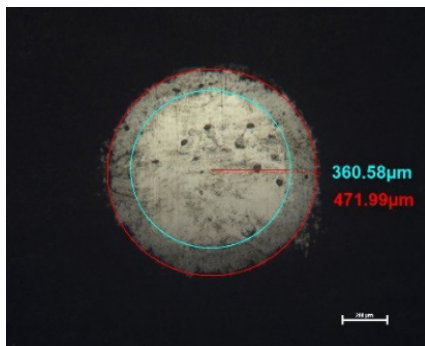
A vágólapkák karctesztlésekor a CrAlN-réteg lepattogzása már 4,03 N erőnél megindult (**4. ábra**), miközben a TiAlN-bevonatnál karakterisztikus lepattogzás nem következett be kis terheléskor, de még az eszköz által alkalmazható maximális 30 N terheléskor sem, ugyanakkor akusztikus jeleket már igen kis terheléskor is észlelni lehetett (**4. ábra**).



**2. ábra.** Jelölések rétegvastagság-számításhoz



a)

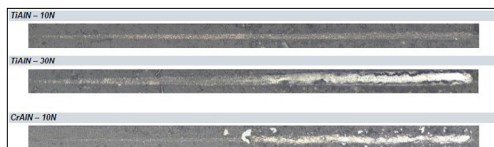


b)

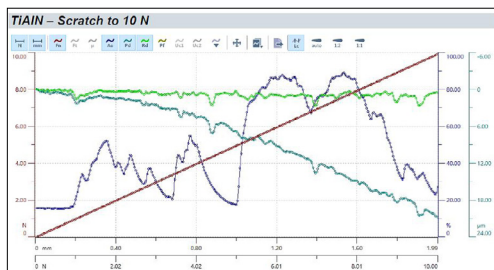
**3. ábra.** A CNMG120408 lapka bevonati rétegeinek fénymikroszkópos megjelenése Calo-teszt után, a) TiAlN-bevonat b) CrAlN-bevonat

A Daimler–Benz-teszthez Rockwell-keménység-mérőt alkalmazunk gyémántkúp behatolótesttel és 1470 N-os terheléssel.

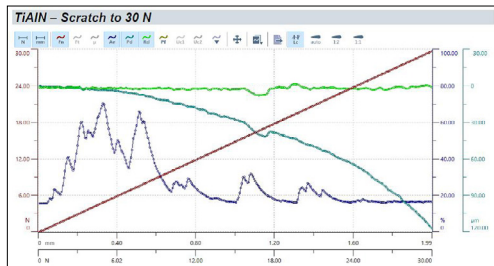
A lenyomatok optikai mikroszkóp segítségével HF1-től HF6-ig terjedő besorolásra kerültek a VDI 3198 szerint [16]. A CNMG 120408 vágólapkáknál a PVD-technikával felvitt CrAlN-réteg kifejezetten rossz tapadású (az összehasonlító képsorozat szerint H5/H6 minősítésű), míg a TiAlN-bevonatok valamivel jobb tapadást mutatnak, H3/H4 minősítést kapnak a Daimler–Benz-teszt alapján, ahogyan azt a **5. ábrán** láthatjuk.



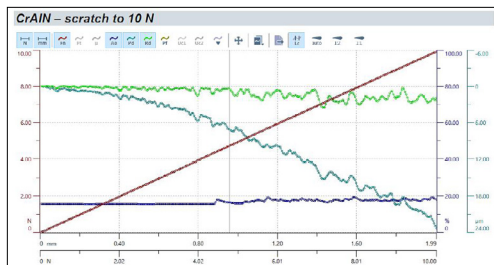
a)



b)

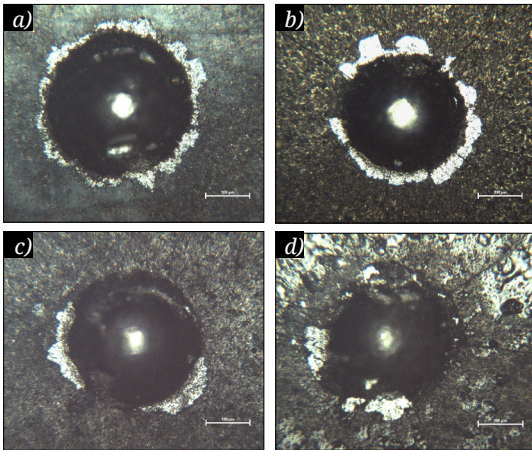


c)



d)

**4. ábra.** Karcteszt eredménye – CNMG 120408 jelű bevonatolt lapkáknál  
 a) A karcolások optikai megjelenése  
 b) 10 N-os max. terhelés TiAlN-bevonat  
 c) 30 N-os max. terhelés TiAlN-bevonat  
 d) 10 N-os max. terhelés CrAlN-bevonat



**5. ábra.** Daimler–Benz-teszt eredménye – CNMG 120408 jelű bevonatolt lapkáknál  
 a) TiAlN-bevonat az 1. számú lapkán  
 b) TiAlN-bevonat a 2. számú lapkán  
 c) CrAlN-bevonat az 1. számú lapkán  
 d) CrAlN-bevonat a 2. számú lapkán

## 5. Következtetések

A tapadásvizsgálatok magyarázattal szolgáltattak részben a forgácsolás közben bekövetkező relatív gyors bevonatlekopásra, függetlenül attól, hogy nedves vagy száraz körülmények közt történt-e a forgácsolás. A vizsgálatok szerint a porkohászati úton előállított relatív érdes felületű CNMG120408 típusú lapkákon a relatív vastag TiAlN-réteg mutat elfogadható minőségű tapadást, a CrAlN-réteg már kis erő hatására felszakad, a dinamikus Daimler–Benz-teszt szerint pedig kifejezetten rossz minősítést kaphat.

## Köszönetnyilvánítás

A szerzők köszönetüket fejezik ki a munkájukhoz nyújtott anyagi támogatásért az EFOP-3.6.1-16-2016-00010. számú projekt keretében a magyar államnak és az Európai Uniónak.

## Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Bitay E.: *Bevonatolt gyorsacélok kopásállósága/ Coated HS Steels Wear Resistance*. XVIII. FMTÜ, EME, Kolozsvár, Románia 2013, 73–76. <https://doi.org/10.36243/fmtu-2013.10>
- [2] Kovács T. A., Umesh Mhatre, Nyikes Z., Bitay E.: *Surface Modification Innovation for Wear Resistance Increasing*. In: IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering, vol. 613. (2019). 5th International Conference on Competitive Materials and Technology Processes 8–12 October 2018, Miskolc-Lillafüred, Hungary. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/613/1/012039>
- [3] Fábián E. R., Furkó M., Vehoczki B.: *Különböző típusú elektrokémiai bevonatok tulajdonságai*. In: *Fiatl Műszaki Tudományos Ülésszaka*, 19. (2014) 145–148. <https://doi.org/10.36243/fmtu-2014.029>
- [4] Kovács-Coskun T., Bitay E.: *The hardness control in the coated surface layer*. *Materials Science Forum*, 729. (2013) 415–418. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.729.415>
- [5] Bitay E., Kovács T.: *The effect of the laser surface treatments on the wear resistance*. *Materials Science Forum*, 649. (2010) 107–112. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.649.107>
- [6] Bitay E.: *Lézeres felületkezelés és modellezés*. *Műszaki Tudományos Füzetek* 4., EME, Kolozsvár, 2007. <https://doi.org/10.36242/mtf-04>
- [7] Bagyinszky Gy., Bitay E.: *Kopásálló felületkezelt rétegek minősítése/Characterization of surface treated, wear resistant layers*. In: *Fiatl Műszaki Tudományos Ülésszaka*, 14. (2009) 13–16. <https://doi.org/10.36243/fmtu-2009.08>
- [8] Bitay E.: *Lézeresen kezelt felületek kopásállósága*. In: *Fiatl Műszaki Tudományos Ülésszaka*, 6. (2001) 111–118. <https://doi.org/10.36243/fmtu-2001.23>
- [9] Sebestyén A., Nagyné Halász E., Bagyinszky Gy., Bitay E.: *Felületmódosítási eljárások hatása acélok kopásállóságára*. In: *Fiatl Műszaki Tudományos Ülésszaka*, 12. (2007) 161–169. <https://doi.org/10.36243/fmtu-2007.4>
- [10] Liu Aihua, Deng Jianxin, Cui Haibing, Chen Yangyang, Zhao Jun: *Friction and wear properties of TiN, TiAlN, AlTiN and CrAlN PVD nitride coatings*. *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 31. (2012) 82–88.
- [11] Tillmann W., Grisales D., Stangier D., Butzke T.: *Tribomechanical behaviour of TiAlN and CrAlN coating deposited onto AISI H11 with different heat treatments*. *Coating*, 9/519. (2019) 2–21.
- [12] Rupetsov V., Minchev R.: *Experimental calo tester for the coating thickness measurement*. 15<sup>th</sup> International Scientific Conference Smolyan, Bulgaria, 2016. 188–191.
- [13] Tribotechnik: *Kemény bevonati rétegek vastagságmérése Calo-teszttel* <https://www.tribotechnic.com/en/products/calotest/>
- [14] PVD-bevonatok vastagságmérése <https://www.pvd-coatings.co.uk/Ph.D.-coating-technology/testing-equipment/coating-thickness-tester>
- [15] Bevonatok tapadásvizsgálata karcteszteléssel <https://www.anton-paar.com/corp-en/products/details/micro-scratch-tester-mst3>
- [16] Verein-Deutscher-Ingenieure 1992 Daimler Benz Adhesion Test VDI 3198 (Dusseldorf: VDI-Verlag). 7.



# A mérethatás végeselemes vizsgálata az alakítási határgörbék felvételénél

## Finite element analysis of size effect for forming-limit curves

Gál Viktor

Miskolci Egyetem Anyagszerkeztani és Anyagtechnológiai Intézet. Miskolc, Magyarország,  
 metgv@uni-miskolc.hu

### Abstract

Nowadays, finite element (FE) methods are widely used for the analysis of Body in White parts production. An FE software applies the forming-limit diagram to predict the failure of the sheet metal. There are many new materials for weight reduction; for these new materials, the determination of forming-limit curves (FLC) is important to studying formability issues. There are some cases where the available material for the measurements is not enough or due to some specific measurement parameter, the standard test specimen cannot be used. In these cases, the geometry of the test pieces and the testing equipment should be reduced. In this paper, the material card for DC05 (1.0312) steel was determined based on a tensile test and the Nakajima test. With the material card, simulations were performed to investigate the size effect of the hemispherical punch used for Nakajima forming method. Based on the simulations, the difference between the FLC-s (determined with different equipment) was found to be negligible.

**Keywords:** *FLC, size effect, forming-limit curve.*

### Összefoglalás

Napjainkban az autópári lemezalkatrészek gyártástechnológiájának tervezése összeforrt a végeselemes modellező szoftverek alkalmazásával. E szoftverek az alakítás során létrejövő határállapotok definiálására az alakítási határgörbét alkalmazzák, így ennek meghatározása elengedhetetlenné vált a folyamatosan fejlesztett új anyagok esetén is. Vannak olyan esetek, amikor a megfelelő mennyiségű alapanyag vagy egyéb különleges vizsgálati körülmények miatt a szabványosított geometriájú szerszámokkal nincs lehetőség a vizsgálat elvégzésére. Ezekben az esetekben a vizsgálóberendezést arányosan redukált méretekkel alkalmazzák. Cikemben a DC05 (1.0312) anyagminőségen elvégzett szakítóvizsgálat, valamint Nakajima-féle alakíthatósági vizsgálat alapján meghatározott anyagkártya segítségével szimulációkat állítottam össze az alakítási diagram felvételéhez szükséges berendezésnél a mérethatás vizsgálatára. A különböző, arányosan csökkentett méretekkel rendelkező berendezésen adott lemezvastagság mellett felvett alakítási határgörbék között az eltérés elhanyagolhatónak adódott.

**Kulcsszavak:** *Nakajima-vizsgálat, mérethatás, alakítási határgörbe.*

## 1. Bevezetés

Az autópár területén folyó fejlesztések irányát az elmúlt években alapvetően a károsanyag-kibocsátás csökkentése határozta meg. Ezek a törekvések a karosszériaelemek gyártásával foglalkozó iparágakban a tömeg csökkentésével realizálódnak. A járművek tömegének csökkentéséhez nem

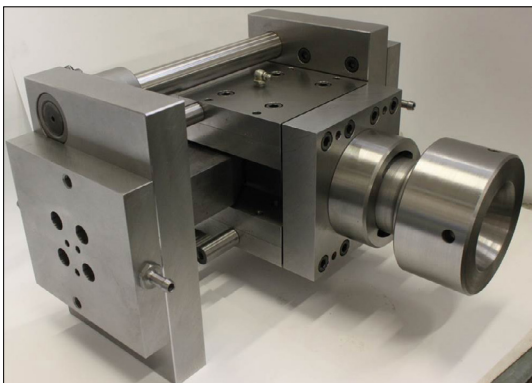
elegendő pusztán a felhasznált anyagok mennyiségét csökkenteni, ezzel egy időben a biztonsági előírások betartása érdekében növelni kell azok szilárdságát is. Ennek köszönhetően napjainkra újabb, nagy szilárdságú anyagok (acélok esetén jellemző példa a nagy szilárdságú Mn-B ötvöztetésű acél, alumíniumok esetén a 70-es sorozat nagy

szilárdságú alumíniumötvözetek) és ehhez kapcsolódóan újabb eljárások (press hardening, hot forming and quenching) [1] kidolgozása zajlott le.

Mára mindennaposná vált a lemezalkatrészek számítógéppel segített tervezése, illetve az azok gyártásához tartozó technológiai folyamatok végelesemes modellezése. Ennek megfelelően e szoftverek anyagadatbázisában a már említett új anyagokra, illetve az ahhoz kapcsolódó technológiákra vonatkozó megfelelő információkkal rendelkezniük kell. Ahhoz, hogy a végelesemes modellező szoftverek egy adott termék alakítás közbeni viselkedését helyesen tudják leírni, szükség van az anyag alakváltozási jellemzőinek meghatározására. Ezek a jellemzők lemezalapanyagok esetében a folyásgörbe, amely megmutatja, hogy az anyag hogyan válaszol a képlékeny alakváltozásra, a folyási határfelület, amely meghatározza a rugalmas alakváltozás határát, illetve az alakítási határdiagram (FLD), amely a főalakváltozások függvényében írja le az egyes alakváltozási határállapotokat. Az anyag e három tulajdonságát tartalmazó adatbáziselemeket anyagkártyának nevezzük.

Az anyagtörvények meghatározása nem jelent gondot hagyományos (hideg-) alakítási környezetben. A már említett, korszerű, nagy szilárdságú anyagokhoz azonban jellemzően melegalakítási eljárások tartoznak [2]. Melegalakítási folyamatoknál az anyag viselkedését elsősorban annak hőmérséklet- és alakítási sebességtől való függősége határozza meg, ami egyértelműen indukálja az anyag viselkedését leíró törvényeknek a változását is. E paramétereiktől való függés jelentősen megnehezíti az anyagtulajdonságok meghatározását.

Melegalakítás esetén az anyag alakváltozásának megfelelő leírásához szükséges egy kísérleti mátrix felállítás, ahol adott hőmérsékletek mel-



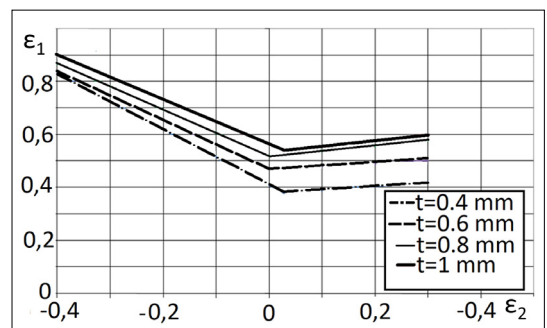
1. ábra. Arányosan csökkentett méretű mérőkészülék alakítási határdiagram meghatározásához

lett változó alakváltozási sebességek vannak, illetve adott alakváltozási sebesség mellett eltérő hőmérsékleten végzett kísérletekre is szükség van. A vizsgálatok számának növekedése egyértelművé teszi, hogy egy végelesemes modellezéshez szükséges anyagkártya a hidegalakításhoz képest nagyobb mennyiségű próbatestet igényel. Az újonnan fejlesztett anyagok esetében nem mindig van lehetőség a vizsgálatokhoz, főleg az alakítási határdiagram felvételénél jellemzően szükséges, nagy mennyiségű, szabványosított méretű próbatestet előállítására.

Az alakítási határgörbe hagyományos mérőkészülékkel történő meghatározása jelentős nehézségeket okoz melegalakítási környezetben. Erre az esetre, a már említett kísérleti mátrix hőmérséklettel, illetve alakítási sebességgel kapcsolatos igényeinek teljesítésére, a Miskolci Egyetem Anyagszerkezetani és Anyagtechnológiai Intézetében kifejlesztettek egy olyan vizsgáloberendezést, amely alkalmas az alakítási határdiagramok különböző paraméterekkel való felvételére, és beépíthető az intézetünkben rendelkezésre álló GLEEBLE 3500 típusú termomechanikai szimulátor munkaterébe (1. ábra).

Ez az új készülék az alakítási határdiagram felvételére alkalmas vizsgálatokhoz szükséges szerzőközlés egy arányosan kicsinyített megfelelője.

A cikkben bemutatott vizsgálatok alapját az a közismert tény indukálta, hogy az alakítási határgörbék felvételénél az ISO 12004 szabvány [3] alapján legyártott berendezésben elvégzett vizsgálatok esetén, a növekvő lemezvastagság mellett az alakítási határgörbe pozíciója megváltozik a főalakváltozások koordináta-rendszerében. Ez a hatás az alakítási határdiagram jobb oldalán ( $\epsilon_2 > 0$ ) jelentősebb, de általánosan igaz, hogy az alakítási határállapot a főalakváltozás tekintetében pozitív irányban megnő [4] (2. ábra).



2. ábra. A lemezvastagság hatása az alakítási határgörbére DC05 (1.0312) anyag esetén [4]

Abban az esetben tehát, ha megváltoztatjuk a lemez vastagságát, ezzel változtatva az alakítási határgörbék helyzete a főalakváltozások koordináta-rendszerében meg fog változni. Cikkemben további vizsgálatokat végzek a bélyegátmérő/lemezvastagság-hányados alakítási határgörbére (FLC) gyakorolt hatását vizsgálva, viszont e hányadost az alapanyag vastagságának módosítása helyett a berendezés méreteinek változtatásával fogom befolyásolni.

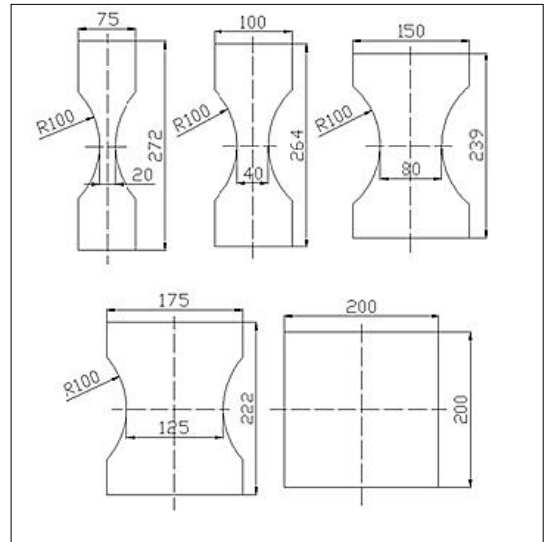
## 2. Az anyagtörvények meghatározása

Ahogy azt fentebb említettem, a pontos, megbízható végeelemes modellezés alapvető feltétele az alakváltozási jellemzőket pontosan leíró anyagkártya létrehozása. Lemezalkatrészekre vonatkozóan ezt részben szakítóvizsgálattal, illetve Nakajima-vizsgálattal lehet elérni. A vizsgált anyagminőség 1.4828 jelű ausztenites hőálló acél volt 1 mm lemezvastagsággal, amelyet jellemzően kipufogórendszerekhez alkalmaznak.

Az anyagból lézeres vágással először szakítópróbatetek készültek a hengerlési irányban, arra merőlegesen, illetve azzal 45°-ot bezáróan. A szakítópróbateteket a Miskolci Egyetem Anyagszerkeztetani és Anyagtechnológiai Intézetében található, MTS típusú univerzális elektrohidraulikus berendezéssel szakadásig terheltek. A próbatetek hossz-, illetve szélesség irányú méretváltozás mellett az ezekhez tartozó erőértékeket is folyamatos regisztráltuk. Az erő- és hosszváltozási adatok átszámításával valódi feszültség valódi nyúlás értékeket határoztam meg. A folyásgörbét e pontok képlékeny alakváltozás tartományában található szakasza alapján határoztuk meg.

Az anyag képlékeny alakváltozásának megindulását a  $\sigma_I$ - $\sigma_{II}$  főfeszültségi síkon egy origó középpontú ellipszis, a folyási határfelület határozza meg. A folyási határfelület az alakváltozás függvényében folyamatosan változik, amely változás a folyási görbe alapján származtatható. A határfelület későbbi, szoftverbe való illesztéséhez a szakítóvizsgálatok eredményei alapján a lemezek hengerlése során létrejövő irányfüggőséget leíró, képlékeny anizotropiai tényezőt is meghatároztuk.

A végeelemes modellezésnél alkalmazott anyagkártya harmadik része az alakítási határdiagram (FLD), ezen belül pontosabban az alakítási határgörbe (FLC), amely a főalakváltozások rendszerében a töréshez tartozó pontokat összekötő görbe. Az alakítási határgörbe felvételéhez alapvetően öt (3. ábra), de minimum három különböző hidszélességű próbatestre van szükség



3. ábra. Próbatest-geometriák alakítási határgörbe felvételéhez

a különböző alakváltozási útvonal (alakváltozási történet) megvalósítására. Az eltérő hidszélességű próbateteket, a szakítóvizsgálatnál említett módon, lézeres vágással munkáltuk ki az 1 mm-es táblalemezből. A vizsgálat során a próbateteket elmozdulásmentesen rögzítettük egy húzó-, illetve szorítógyűrű közé, majd egy félgömb végződésű nyomófejrel a lemezvastagság irányában egészen szakadásig terheltek. A terhelés során a próbatetek felületére felvitt, 1 mm-es négyzethálójú pontjainak az elmozdulását négykamerás optikai mérőrendszer folyamatosan rögzítette.

A pontok egymáshoz képesti elmozdulását a mérőrendszer automatikusan számolja át alakváltozássá, a folyamat rögzítésnek köszönhetően, így az alakváltozás teljes folyamatáról pontos képet kapunk. A szakadáshoz tartozó alakváltozások alapján határozzuk meg az FLC-görbét.

## 3. Végeelemes modellezés

A fizikai mérések elvégzése után végeelemes modellezés segítségével vizsgáltam meg, hogy milyen hatása van az alakítási határgörbe felvételére a szabványosított méretű próbatesttől és szerzőszámától való eltérésnek. A szimulációkat az AutoForm R8 szoftverben hajtottam végre, ahol első lépésben az anyagkártyát [5], majd a szerzőszámot definiáltam.

Az AutoForm biztosítja a lehetőséget arra, hogy az előző fejezetben az egyes alakváltozási jellemzőknél számítással meghatározott pontokat importáljuk a szoftverbe. A folyásgörbe szakító-

vizsgálattal történő felvételének hátránya, hogy az így kapott pontok az alakváltozásnak csak kis tartományát fedik le. A probléma áthidalására a szoftver a meghatározott pontokra felvett matematikai függvény segítségével hajt végre extrapolációt. Több ismert matematikai modell is rendelkezésre áll a folyásgörbe fizikai pontjainak kiterjesztésére; ebben az esetben a lemezalakítás területén elterjedt, kombinált Swift- és Hockett–Sherby-féle approximációs összefüggést alkalmaztuk, amelynek matematikai alakját az (1) egyenlet mutatja. Ebben  $\varepsilon_{pl}$  és  $\varepsilon_0$  az alakváltozások,  $\sigma_{sat}$  és  $\sigma_i$  a feszültségek,  $a$  és  $m$  pedig a keményedési kitevők.

$$\sigma = (1 - \alpha) \left[ C \cdot (\varepsilon_{pl} + \varepsilon_0)^m \right] + \alpha \left[ \sigma_{sat} - (\sigma_{sat} - \sigma_i) e^{a \cdot \varepsilon_{pl}^m} \right] \quad (1)$$

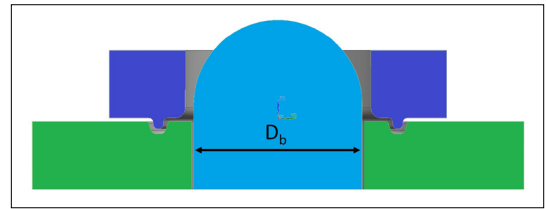
A folyási határfelület leírására a Hill48-modellt választottuk, amelynek a leírásához szükséges anizotrópia-tényező értékeket a szakítóvizsgálatok eredményei alapján határoztuk meg.

Az anyag képlékeny alakváltozását leíró összefüggések meghatározása után a megfelelő szerszámgeometriák importálása következett. A szabványosított szerszámozással készült modellt a 4. ábra szemlélteti. Ezen a  $D_b$ -vel jelölt bélyegátmérő 100 mm. A mérhető vizsgálatához a bélyegátmérő csökkentésére volt szükség, tehát a 100 mm-es átmérőt először a felére, majd az ötödére csökkentettem úgy, hogy emellett a vizsgálati berendezés minden további mérete is arányosan csökkenjen.

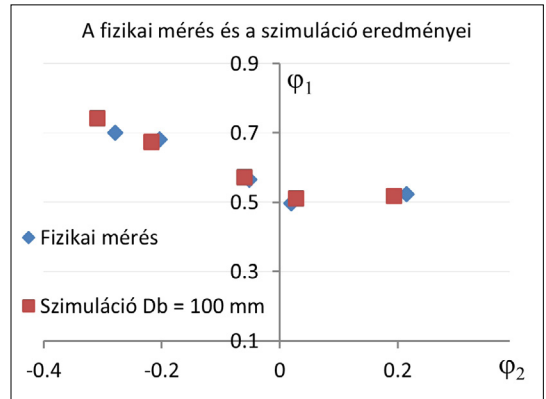
Miután elkészültek a berendezések virtuális modelljei, szükség volt először a szimuláció paramétereinek meghatározására. A súrlódás befolyásolja a próbatesten a szakadás helyét (legfőképpen az alakítási határdiagram pozitív alakváltozásokhoz tartozó tartományában), valamint az alakváltozási útvonalat is [6]. Ahhoz, hogy a valóságot megfelelően tükröző eredményeket kaphassak, a súrlódási tényező beállítását a legnagyobb hídszélességű darabon a szabványos kialakítású szerszámokkal tettem meg, mivel a nagy, érintkező felületek miatt ez ebben az esetben a legmeghatározóbb.

A jellemző súrlódási tényező meghatározása után, az adott beállítások mellett lefuttattam a szimulációkat a további négy hídszélességre is. A kiértékelésnél a fizikai mérés során a szakadással mért legnagyobb, vastagság irányú alakváltozást vettem alapul, és ebben a végeselemes csomópontban határoztam meg a főalakváltozásokat.

Az így kapott, szakadáshoz tartozó valódi alakváltozási pontokat az 5. ábra szemlélteti. Ez alap-



4. ábra. A szabványosított vizsgálóberendezés modellje



5. ábra. A szimulációval felvett FLC-pontok összevetése a fizikai mérés pontjaival

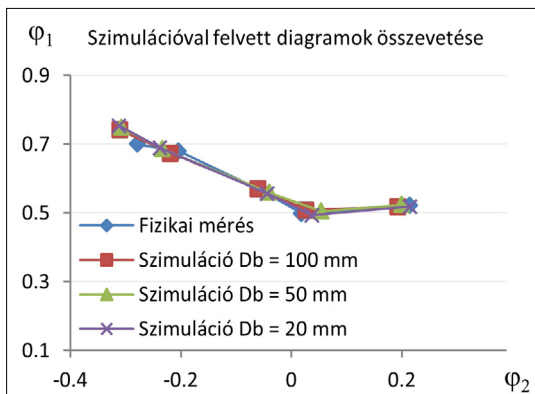
ján kimondható, hogy a fizikai mérés, illetve a végeselemes modellezéssel felvett alakítási határgörbe megfelelő korrelációt mutat.

Mivel a 100 mm-es átmérőjű bélyeggel végzett szimulációk a valóságnak megfelelőnek tekinthetők, folytattam a szimulációk összeállítását az arányosan kicsinyített, 50 mm-es, illetve 20 m-es átmérőjű bélyeggel is. Fontosnak tartom megjegyezni továbbá, hogy ezekben az esetekben a 3. ábrán szemléltetett próbatestek méretét állandó lemezvastagság mellett, az adott átmérőnek megfelelően arányosan csökkentettem.

#### 4. Eredmények és következtetések

A szimulációk lefuttatása után mind a három átmérő esetében kiértékeltem az egyes próbatestek alakváltozását. Az alakváltozási állapot az egyes hídszélességeknél megegyezik, így a szakadás pontját a 100 mm-es átmérőjű bélyegnél mért lemezvastagság és a vastagság irányú alakváltozás alapján határoztam meg. Az egyes bélyegátmérrőlkel felvett alakítási határgörbékét a 6. ábra szemlélteti.

A 6. ábrán látható FLC-görbék megfelelő korrelációja alapján kijelenthető, hogy a vizsgált bélyegátmérő-tartományban, amennyiben arányosan csökkentjük az egész vizsgálóberendezés mé-



6. ábra. A félgömbvégződésű bélyeg átmérőjének változtatásával létrehozott mérethatás eredményeinek ábrázolása

reteit, az alakítási határdiagramra nincs érdemi hatással a méretek megváltozása adott lemezvastagság mellett.

Az alakítási határgörbék felvételénél tehát nem a berendezés jellemző átmérőjének, illetve a lemezvastagságnak a hányadosa fogja meghatározni az FLC helyét a főalakváltozások függvényében, hanem kizárólag a lemezvastagság lesz rá hatással.

### Köszönetnyilvánítás

Jelen cikkben ismertetett kutatómunka az EFOP-3.6.1-16-2016-00011 jelű „Fiatalodó és Megújuló Egyetem – Innovatív Tudásváros – a Miskolci Egye-

tem intelligens szakosodást szolgáló intézményi fejlesztése” projekt részeként – a Széchenyi 2020 Program keretében – az Európai Unió támogatásával, az Európai Szociális Alap társfinanszírozásával valósul meg.

### Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Tisza M., Czinege I.: *Comparative study of the application of automotive parts*. International Journal of Lightweight Materials and Manufacture, 1/4. (2018) 229–238. <https://doi.org/10.1016/j.ijlmm.2018.09.001>
- [2] Tisza M.: *Nagyszilárdságú bóros mangán acélok autópári alkalmazása*. Anyagmérnöki Tudományok, 39/1. (2016) 68–81.
- [3] EN ISO 12004-2 Metallic materials – Sheet and strip – Determination of forming limit curves — Part 2: Determination of forming limit curves in laboratory 2006.
- [4] Tisza M., Kovács P. Z.: *New methods for predicting the formability of sheet metals*. Production Processes and Systems, 5/1. (2012) 45–54.
- [5] Tisza M., Lukács Zs., Kovács P. Z., Budai D.: *Some recent developments in sheet metal forming for production of lightweight automotive parts*. 36<sup>th</sup> IDDRG Conference – Materials Modelling and Testing for Sheet Metal Forming, Munich, Germany, Journal of Physics: Conf. Series 896 (2017) 012087. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/869/1/012087>
- [6] Kovács P. Z.: *Alakítási határdiagramok elméleti és kísérleti elemzése*. PhD-értekezés; Miskolc, 2012. <https://doi.org/10.14750/ME.2013.030>

## Koszorúersztent-bevonatok fejlesztési lehetőségei

### Development options for coronary stent coatings

Izsó Izabella,<sup>1</sup> Asztalos Lilla<sup>2</sup>

*Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Gépészmérnöki Kar, Anyagtudomány és Technológia Tanszék, Budapest, Magyarország*

<sup>1</sup> [izso.izabella@gmail.com](mailto:izso.izabella@gmail.com)

<sup>2</sup> [lilla@eik.bme.hu](mailto:lilla@eik.bme.hu)

#### Abstract

In our research we investigated the effect of different surface qualities on the adhesion of polylactic acid coating on 316L steel. During the study, samples were electropolished and surface treated with aqua regia and Vilella reagent, and the coating was applied by dipping technology using a Yaskawa robot arm. Tribology tests were carried out to determine the adhesion, in addition to the force and friction conditions, the coating damage resulting from the measurements was also recorded. In addition to the coating adhesion assay, contact angle measurements were also performed. Based on our measurement results, it was found that compared to the three different surface treatment methods, the surface of the samples treated with Vilella was more adherent to the polymer than to the conventional electropolished surface. In this case, the frictional force was also much lower than that of the polished specimens, therefore this surface treatment method may be suitable for improving the adhesion of the coating.

**Keywords:** *coronary stent, surface treatment, coating adhesion, PLA.*

#### Összefoglalás

Kutatómunkánkban a különböző felületminőségek hatását vizsgáltuk a politejsav bevonat tapadására 316L acéllapkákon. A vizsgálat során elektropolírozott, valamint királyvízben és Vilella-reagensben felületkezelt mintákat készítettünk elő, amelyekre a bevonatot robotkar segítségével, mártogatásos eljárással vittük fel. A tapadás minősítésére tribológiai vizsgálatokat végeztünk el, az erő- és súrlódási viszonyokon túl a mérések során keletkezett bevonatkárosodást is rögzítettük. A bevonattapadási vizsgálaton túl peremszögmérést is végeztünk. Mérési eredményeink alapján megállapítottuk, hogy a három különböző felületkezelési módszert összehasonlítva a Vilellával kezelt lapkák felületéhez a polimer jobban tapadt, mint a hagyományosan elektropolírozott felülethez. Ez esetben a súrlódási erő is sokkal kisebb volt, mint a polírozott minták esetében, így ez a felületkezelési módszer alkalmas lehet a bevonat tapadásának javítása céljából.

**Kulcsszavak:** *koszorúersztent, felületkezelés, bevonattapadás, politejsav.*

#### 1. Bevezetés

A bevonatokat eleinte a sztentek biokompatibilitásának fokozására alkalmazták, viszont napjainkban elsődleges céljuk a neointimális hiperplázia gátlására használt gyógyszerek szabályozott bejuttatása. Az optimális sztentbevonatot illetően a szakirodalom három fő szempontot emel ki. Az első és egyben egyik legfontosabb tényező, hogy a bevonatolást szennyeződésmentes fémfelületen

kell elvégezni. Másodsor, a felületi érdességnek minimálisnak kell lennie a bevonat vastagságához képest, hogy a filmréteg jó egységességét és tapadását biztosítsa. Továbbá, végül, a bevonatnak stabilnak kell lennie mind a sztentre való felhelyezésekor, mind pedig beültetés után [1, 2].

A resztenózis kezelésében mélyrehatóan vizsgált három gyógyszer a heparin, a sziirolimusz és a paklitaxel. A heparin hatásos volt mind a trombózis, mind a neointimális proliferáció csökken-

tésében, míg a szirolimuszt és a paklitaxelt főként antiproliferatív hatásaikban alkalmazták a neointimális hiperplázia blokkolására [3, 4].

A megfelelő felületkezelés fontos szerepet játszik egy sztent tervezésekor, illetve gyártásakor. A felület érdesítése növelheti a bevonat tapadását, de a túl durva felület hajlamosít a tromboгенítésra. A klinikai gyakorlatban alkalmazott sztenttípusok jellemző felületkezelési módszere az elektropolírozás [5, 6].

Korábbi kutatásainkban megfigyeltük, hogy a sztent felületéről a bevonat már az implantálás során leválhat, aminek a hátterében az áll, hogy a gyógyszeres hatóanyagot hordozó műanyag bevonat nem tapadt rá megfelelően a hordozó fémváz felületére [7]. Jelen kutatásunk célja, hogy a korábbi tapasztalatok [8] figyelembevételével olyan felületkezelési módszert dolgozzunk ki, amellyel javítható a 316L típusú, ausztenites korrózióálló acélon a politejsav bevonat tapadása.

## 2. Módszerek

A kutatáshoz  $30 \times 30 \times 0,3$  mm, méretű, 316L típusú, ausztenites korrózióálló acélból készült lapkákat használtunk. Öt próbatestet elektropolíroztunk, öt próbatestet királyvízben (20 mL metanol, 15 mL 65%-os  $\text{HNO}_3$ , 45 mL 37%-os HCl, 60 s-ig, áramforrás nélkül), ötöt pedig Vilella-reagensben (200 mL etanol, 2 g pikrinsav, 10 mL 37%-os HCl, 60 s-ig, 5 V-on) kezeltünk. A felületkezeléseket  $30 \pm 1$  °C-on végeztük. Továbbá a mintákat a felületmódosítás előtt és után a robotba előre beprogramozott értékek alapján acetonnal és etanollal megtisztítottuk, majd hagytuk megszáradni (háromszori acetonos, ill. etanolos tisztítás).

### 2.1. Elektropolírozás

A különböző felületkezelési módszerek közül az elektropolírozás az egyik legnépszerűbb felületmódosító eljárás, ami számos előnyének köszönhető. Ezek közül az egyik az, hogy komplex formákon is elvégezhető, mint például eltérő formájú és geometriájú koszorúérsztenteken. Segítségével egy jól passzívált, sima, hibamentes és szennyeződésmentes felület képezhető. A polírozási folyamat során a fém oxidálódik az anód felületén, amelynek hatására az ionok kioldódnak az elektrolitoldatba, majd a katód felé vándorolnak, ahol hidrogén keletkezése mellett redukálódnak. Az elektropolírozási folyamatot számos paraméter befolyásolja. Ilyen paraméterek közé tartozik az anódos áramsűrűség, az alkalmazott potenciál, az elektrolit hőmérséklete, a polírozási idő, az elektrolitok összetétele és koncentrá-

ciója, a keverési módszer és az anód-katód felületi arány [9-12]. E kutatások és tapasztalataink alapján az elektropolírozást 5 V-os feszültségen és  $0,01 \text{ A/mm}^2$  áramerősségen, szobahőmérsékletű oldatban ( $25 \pm 1$  °C), ultrahangos rezegtetéssel, foszforsav ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ), kénsav ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) és desztillált víz 6:3:1 arányú elegyében végeztük, amelyhez 20 mL glicerint kevertünk. A polírozási idő 180 s volt (1. ábra).

### 2.2. Kémiai maratás

Az elektropolírozással egy nagyon sima felületet hozhatunk létre, viszont a bevonat tapadását elősegíthetjük azzal, hogy a felületet kémiai maratással érdesítjük. Poliuretán bevonatok fejlesztése során már végeztek hasonló kísérleteket, amelyek révén már bizonyították, hogy minél kisebb a sztentfelület érdessége, annál könnyebben le tud válni róla a bevonat [13]. A poliuretán viszont már nem jellemző gyógyszerhordozó anyag az orvostechikában, így a kutatási és fejlesztési trendeket figyelembe véve jelen kutatásban poli-  
tejsav tapadását vizsgáljuk.

A felület érdesítését kémiai maratással oldottuk meg. Annak érdekében, hogy a folyamat megismételhető legyen, a folyamatot robotkarral (Yaskawa You tech me) automatizáltuk. A marószert mágneses keverővel (IKA RCT basic) folyamatosan kevertettük  $30 \pm 1$  °C-on. A felületkezelés időtartama 60 másodperc volt, amely alatt a robotkar körkörösön mozgatta a próbatestet az oldatban (2. ábra).



1. ábra. Az elektropolírozás folyamata



**2. ábra.** Felületkezelés a Yaskawa „You teach me” robotkar segítségével

### 2.3. Bevonatkészítés

A bevonatot a felületkezelt lapkákra szintén automatizálva, a robotkarral vittük fel. A poli-tejsavat kloroformban oldottuk. A bemártási idő 10 másodperc volt, a kihúzás után pedig a tengelye mentén forgatva szárítottuk a lapkán képződött bevonatot.

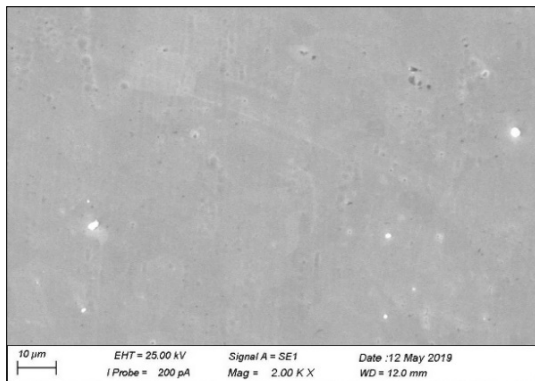
### 2.4. A bevonat minősítése

A lapkák tömegét a felületkezelések előtt, után, valamint a bevonatkészítést követően is mértük. A felületkezelés eredményességét elektronmikroszkóppal (Zeiss EVO MA 10) és konfokális mikroszkóppal (Sensofar, neox PLu) vizsgáltuk. A felületi érdességet referencia-, felületkezelt és bevont mintákon is mértük. A bevonat tapadását tribológiai vizsgálattal (High Temperature Tribometer – CSM Switzerland) értékeltük. Mivel az orvostechikában fontos az, hogy az adott műanyag milyen nedvességmegkötő hatással bír, perem-szögmérést is végeztünk a kutatás részeként.

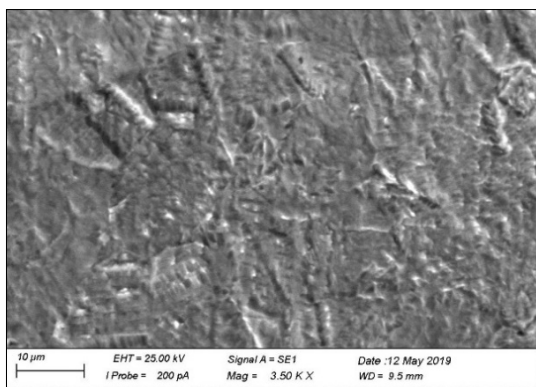
## 3. Eredmények

### 3.1. Mikroszerkezeti vizsgálatok

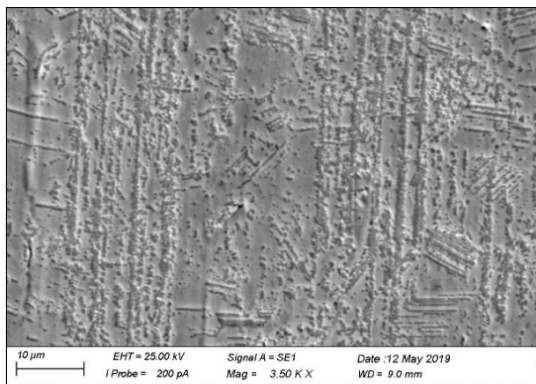
Az alkalmazott felületkezelési eljárások különböző felületi morfológiát hoztak létre, amelyek pásztázó elektronmikroszkópos képe (SEM) a **3–5. ábrákon** láthatók. Az elektropolírozással, ahogyan az várható volt, sima felületet kaptunk, míg a Vilellával és királyvízzel mart minták esetében a felület érdesdedését értük el. A kezelések után kapott felületek mindegyike alkalmas lehet az általunk választott polimer bevonat felvitelére.



**3. ábra.** 316L lapka felületéről készített elektronmikroszkópos felvétel elektropolírozás után



**4. ábra.** 316L lapka felületéről készített elektronmikroszkópos felvétel királyvízes maratás után



**5. ábra.** 316L lapka felületéről készített elektronmikroszkópos felvétel vilellás maratás után

### 3.2. Tömegmérés

A legnagyobb tömegvesztést az elektropolírozási eljárás okozta (6–8%), ezt követi a királyvízes (0,5–1%), majd a Vilella marószer okozta tömegcsökkenés (0,2–0,3%).



**1. táblázat.** A mintákon mért felületi érdesség ( $S_a$  = az eltérések átlaga). Az egyes értékek az 5 próbatesten mért eredmények átlaga

Minta	$S_a$ ( $\mu\text{m}$ )
Királyvízben mart	5,12
Vilellával mart	4,53
Elektropolírozott	2,66
Referencia	2,73

**2. táblázat.**  $S_a$  mintákon mért felületi érdesség a bevonatkészítés után ( $S_a$  = az eltérések átlaga). Az egyes értékek a 4 próbatesten mért eredmények átlaga

Minta	$S_a$ ( $\mu\text{m}$ )
Királyvízben mart	1,33
Vilellával mart	1,37
Elektropolírozott	1,53
Referencia	1,30

A bevonatkészítés után a lapkák tömege egységesen 6–7 mg-mal növekedett, ami alátámasztja a bevonatolás automatizálásának sikerességét.

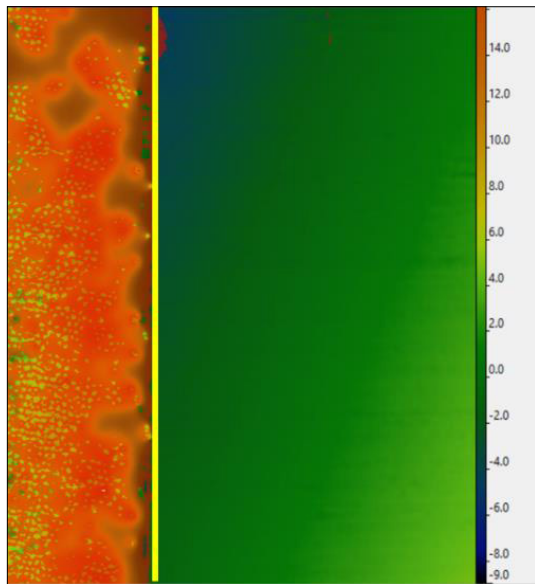
### 3.3. Felületi érdesség

A felületi érdességet konfokális mikroszkóppal (Neox Flu, Sensofar) határoztuk meg. A királyvízben maratott minták felületi érdessége a legnagyobb, a kezelt minták közül csupán az elektropolírozott próbatesten mértünk a referenciaértéknél kisebb érdességet (1. táblázat).

A bevonat elkészítése utáni értékeket a 2. táblázatban foglaltuk össze. A bevonatolás után minden minta esetében csökkent az átlagos felületi érdesség, ami előnyös, mivel a beültetés során a kis felületi érdesség csökkenti az implantátum éren belüli mozgatásához szükséges erőt.

### 3.4. Bevonatvastagság

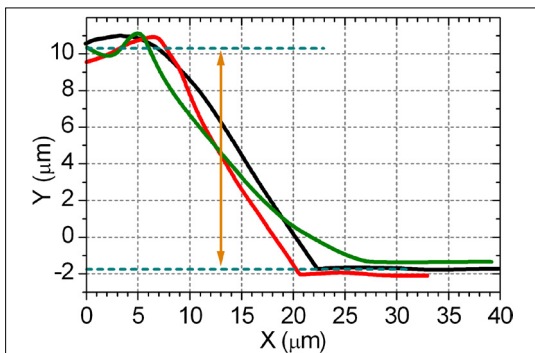
A bevonat vastagságának meghatározása szintén konfokális mikroszkóppal történt. Ennek érdekében minden típusból kiválasztottunk lapkákat, amelyeken a bevonatolt szakasz feléről mechanikus módon eltávolítottuk a bevonat egy részét úgy, hogy se az alapanyag, se a maradó bevonatszakasz ne sérüljön, mivel a nem teljes hosszon történő bemártás miatt az eredeti határvonalon nem lehetne megfelelően rétegvastagságot mérni, mert az fokozatos elvékonyodást mutatna. Az így létrejött határszakasz (6. ábrán sárgával jelölve), teljes hosszát vizsgálva, a minta



**6. ábra.** A rétegvastagság megállapításához tartozó színskála. Az elmetzés során létrejött határszakaszt sárga színnel jelöltük. A jobb oldali skála  $\mu\text{m}$  mértékegységben mutatja az egyes színekhez tartozó szintek mélységét, illetve magasságát

felületének átlagos szintje (zöldes terület a 6. ábrán) és a bevonat átlagos vastagságának szintje (narancssárga terület a 6. ábrán), közti különbség kiszámításával kapjuk a bevonatvastagságot. A jelenleg általunk alkalmazott robotkaros módszer sajnos nem tette lehetővé, hogy a mintákat teljes hosszukban a polimerbe mártsuk, mivel a befogó együtt merült volna el a mintadarabbal a műanyagoldatba. A befogón és a lapkán együtt szilárdulna meg a politejsav bevonat, és a befogó eltávolítása során akár a lapka bevonata is sérült volna. A jövőben célunk a jelenlegi módszer oly módú továbbfejlesztése, hogy a mintákat teljes hosszukban képesek legyünk bemártani a politejsavba, hogy a rétegvastagság minél egyenletesebb legyen a minta teljes hosszán.

Az alkalmazott konfokális mikroszkóp szoftvere lehetővé tette a szintérképes ábrázoláson túl kijelölt pontokban, valamint egyenesek mentén is a pontos magassági, illetve mélységi értékek meghatározását. A 7. ábrán három, vonal menti elemzés értékei láthatók. A mérési vonalakat a határvonalra merőleges irányban vettük fel. Meghatároztuk a bevonatréteg átlagos magasságát (felső vízszintes kék vonal), valamint a lemez síkjának átlagos magasságát (alsó vízszintes kék vonal), és a kettő különbségéből megkapjuk a bevonat



**7. ábra.** A konfokális mikroszkópos mérés lapkák rétegvastagságának eredményei. A felső kék vonal jelöli a bevonatréteg átlagos magasságát, az alsó kék vonal pedig a lemez síkjának átlagos magasságát. A sárga nyíl a bevonatvastagságot mutatja

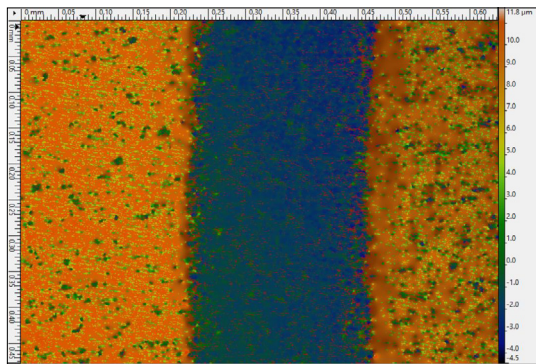
vastagságát (függőleges sárga nyíl). A három különböző görbén láthatjuk, hogy a bevonat szélén hirtelen csökkenésnek indul a minta magassága, majd ezután egy szintén jól elkülöníthető pontban átáll a lemez átlagos szintjére.

Az eredmények alapján az általunk készített bevonat átlagos vastagsága 10,45 µm, ami eleget tesz a szakirodalmi értékeknek, valamint szinte azonos a jelenleg forgalomban lévő sztentek jellemző bevonatvastagságával.

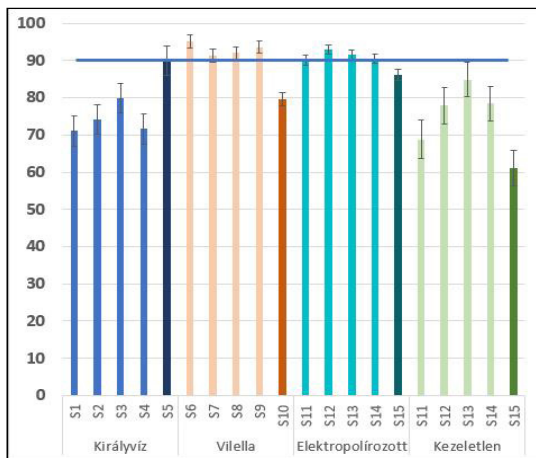
### 3.5. A bevonattapadás minősítése

A bevonat tapadásának minőségét tribológiai vizsgálattal állapítottuk meg, amely méréshez a High Temperature Tribometer CSM THT műszert használtuk Kassán a PROMATECH laborjaiban. A vizsgálat során azonos terhelőerőt alkalmazva, ami esetünkben 50 N, egy tárcsán lévő tűt mozgatunk körkörösön a lapka felületén. A tű által kialakított „árok” egy részletét mutatja a **8. ábra**.

A kísérlet alapján azt tapasztaltuk, hogy azonos terhelőerő hatására a legkisebb mélységű árok (8,76 µm) a Vilellával kezelt minták esetében keletkezett. Ez alapján azt mondhatjuk, hogy a felvitt polimer bevonat itt volt a legellenállóbb azonos terhelés hatására. Ezen esetben a tű el sem érte a minta fémes anyagának határfelületét, ha a 10,45 µm-es átlagos bevonatvastagságot vesszük alapul. Ezzel szemben a királyvízzel kezelt (17,5 µm) és az elektropolírozott (16,9 µm) minták esetében mélyebb, a bevonat vastagságát túlhaladó különbség adódott. A legmélyebb karc mélységet (35,2 µm) a kezeletlen, de polimerrel bevont minták esetében kaptuk, vagyis ez volt a legkevésbé „ellenálló” azonos terhelés hatására.



**8. ábra.** A tribológiai vizsgálat során a tű által kialakított „árok” egy részlete



**9. ábra.** A peremszögmérés eredményei. Az S5, S10, S15 és S20 minták a bevonat nélküli referenciadarabok

### 3.6. Peremszögmérés

A peremszögmérésnél a lapkák nedvesíthetőségét vizsgáljuk. Az adatokból következtethetünk arra, hogy a vér nedvesíti-e a felületet vagy sem. Ez lényeges, mert a felület hidrofób vagy hidrofil mivolta befolyásolhatja a bevonat resztenózisra gyakorolt hatását. A kisebb peremszögmértékek jobb nedvesítést jelentenek (minimum 0°), míg a nagyobb peremszög (maximum 180° lehet) rosszabb nedvesítést jelent. A 90°-nál kisebb peremszög esetén mondjuk, hogy a folyadék nedvesíti a hordozó szilárd felületét, és 90°-nál nagyobb peremszögeknél beszélünk nemnedvesítésről. A mérési eredményeinket a **9. ábra** foglalja össze.

A **9. ábra** alapján láthatjuk, hogy a Vilellával kezelt minták felületére felvitt polimernek 90° feletti a nedvesíthetősége, vagyis a bevonat inkább hidrofób jelleget mutat, akárcsak az elektropolírozott minták esetében. Ebből arra következ-

tethetünk, hogy a vér kevésbé nedvesíti polimerünk felületét. Ez azért jó, mert így a trombociták, vagyis a vérelemek kevésbé fognak kitapadni az „idegen” anyag falára, és kevesebb valószínűséggel okoz ezáltal trombózt.

#### 4. Következtetések

A fenti eredményeket összegezve kutatásunk során arra jutottunk, hogy az irodalomban is alkalmazott marató oldatok jól felhasználhatók a 316L anyagtípus esetében és szép, egyenetlen felületet hoznak létre, amelyek hatással vannak a bevonattapadás tulajdonságaira. Továbbá megállapítottuk, hogy a három különböző felületkezelési módszert összehasonlítva a Vilellával kezelt lapkák felületéhez a polimer jobban tapadt, mint a jelenleg legerjedtebben alkalmazott módszer által kialakított elektropolírozott felülethez. Ez esetben a súrlódási tényezők is sokkal kisebbek voltak, mint a polírozott minták esetében, így ez a felületkezelési módszer alkalmas lehet a bevonat tapadásának erősítése céljából. Továbbá ezen felületkezelési eljárás alkalmazásával a peremszögértékek, vagyis a nedvesíthetőségi feltételek alapján is azt mondhatjuk, hogy jobb eredményre jutottunk, mint a hagyományos elektropolírozási eljárás során.

Mindazonáltal sikerült automatizálni a felületkezelési és bevonatolási folyamatokat, illetve megfelelő felületkezelési módszert találni a jobb bevonattapadást illetően 316L lapkákon, azonban további kutatásokra és vizsgálatokra van szükség sztenteken is.

#### Köszönetnyilvánítás

Az Emberi Erőforrások Minisztériuma ÚNKP-18-3-II kódszámú Új Nemzeti Kiválóság Programjának támogatásával készült.

#### Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Nazneen F., Herzog G., Arrigan D. W. M., Caplice N., Benvenuto P., Galvin P., Thompson M.: *Surface chemical and physical modification in stent technology for the treatment of coronary artery disease*. Journal of Biomedical Materials Research – Part B Applied Biomaterials 100B/7. (2012) 1989–2014.  
<https://doi.org/10.1002/jbm.b.32772>
- [2] Sydow-Plum G., Tabrizian M.: *Review of stent coating strategies: clinical insights*. Materials Science and Technology, 24/9. (2008) 1127–1143.  
<https://doi.org/10.1179/174328408X341816>
- [3] Mani G., Feldman M. D., Patel D., Agrawal C. M.: *Coronary stents: A materials perspective*. Biomaterials, 28/9. (2007) 1689–1710.  
<https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2006.11.042>
- [4] Wienke H., Sawitowski T., Wnendt S., Fischer A., Dirsch O., Karoussos I. A., Erbel R.: *Stent Coating: A new approach in interventional cardiology*. Herz, 27/6. (2002) 518–526.  
<https://doi.org/10.1007/s00059-002-2405-4>
- [5] De Scheerder I., Sohler J., Wang K., Verbeken E., Zhou X. R., Froyen L., van Humbeeck J., Pienssens J., van de Werf F.: *Metallic Surface Treatment Using Electrochemical Polishing Decreases Thrombogenicity and Neointimal Hyperplasia of Coronary Stents*. Journal of Interventional Cardiology, 13/3. (2007) 179–185.  
<https://doi.org/10.1111/j.1540-8183.2000.tb00286.x>
- [6] Lutter C., Nothhaft M., Rzany A., Garlichs C. D., Cicha L.: *Effect of specific surface microstructures on substrate endothelialisation and thrombogenicity: Importance for stent design*. Clinical Hemorheology and Microcirculation, 59/3. (2015) 219–233.  
<https://doi.org/10.3233/CH-141839>
- [7] Horicsányi K., Asztalos L., Károly D., Fazakas É.: *Effect of Expansion Pressure on the Drug Eluting Coating of Coronary Stents*. Acta Materialia Transylvanica, 1/1. (2018) 37–40.  
<https://doi.org/10.2478/amt-2018-0012>
- [8] Sélley T. L., Terdik A. A., Bognár E.: *Biológailag lebomló polimerbevonatok tapadásának vizsgálata*. Fiatal Műszakiak Tudományos Ülésszaka, 18. (2013). 359–362.  
<https://doi.org/10.36243/fmtu-2013.78>
- [9] Sojitra P., Engineer C., Raval A., Kothwala D. M.: *Surface enhancement and characterization of L-605 cobalt alloy cardiovascular stent by novel electrochemical treatment*. Trends in Biomaterials and Artificial Organs, 23/2. (2009) 55–64.
- [10] Diaz-Rodriguez S., Chevallier P., Paternoster C., Montañó-Machado V., Noël C., Houssiaub L., Mantovani D.: *Surface modification and direct plasma amination of L605 CoCr alloys: on the optimization of the oxide layer for application in cardiovascular implants*. RSC Advances, 9/4. (2019) 2292–2301.  
<https://doi.org/10.1039/C8RA08541B>
- [11] Gellér Zs. E., Albrecht K., Dobránszky J.: *Electropolishing of coronary stents*. Materials Science Forum, 589. (2008) 367–372.  
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.589.367>
- [12] Zhao H., Van Humbeeck J., Sohler J., De Scheerder I.: *Electrochemical polishing of 316L stainless steel slotted tube coronary stents*. Journal of Materials Science: Materials in Medicine, 13. (2002) 911–916.  
<https://doi.org/10.1023/A:1019831808503>
- [13] Ozsváth P., Bognár E.: *Sztentbevonatok tapadásának vizsgálata és fejlesztése*. Anyagok Világa, 1/18. (2010) 1–9.

# A folyamatparaméterek hatásának vizsgálata a lézersugárral hegesztett fúrókoronák törésére

## Investigation of the effect of process parameters on the break of laser-welded drill bits

Kenéz Attila Zsolt,<sup>1,2</sup> Bagyinszki Gyula<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Hilti Szerszám Kft., Kecskemét, Magyarország, [attila.kenez@hilti.com](mailto:attila.kenez@hilti.com)

<sup>2</sup> Óbudai Egyetem, Anyagtudományok és Technológiák Doktori Iskola, Budapest, Magyarország, [kenez.attila@phd.uni-obuda.hu](mailto:kenez.attila@phd.uni-obuda.hu)

<sup>3</sup> Óbudai Egyetem, Bánki Donát Gépész és Biztonságtechnikai Mérnöki Kar, Budapest, Magyarország, [bagyinszki.gyula@bgk.uni-obuda.hu](mailto:bagyinszki.gyula@bgk.uni-obuda.hu)

### Abstract

The geometry and microstructure of the weld can be influenced by changing technological parameters such as laser power, welding speed, focal distance and shielding gas. In this document we examine the effect of laser power and focal distance on the quality of the breakout value while the welding speed and the shielding gas is not changed. From the test results, we found that changing the defocus does not affect; a change in laser power affects ~15 %, while a change in welding position significantly affects the breaking torque.

**Keywords:** *laser welding, diamond segment, material testing, parameter study.*

### Összefoglalás

A varrat geometriája és szövetszerkezete befolyásolható a lézerteljesítmény, a hegesztési sebesség, a fókusztávolság és a védőgáz technológiai paraméterek változtatásával. Jelen cikkben azt vizsgáljuk, hogy a lézerteljesítmény és a fókusztávolság milyen hatással van a minősítő törési nyomatók értékre, miközben a hegesztési sebességet és a védőgázt nem változtatjuk. A vizsgálati eredményekből megállapítottuk, hogy a defókusztávolság változtatása nem befolyásolja; a lézerteljesítmény változtatása ~15%-ban befolyásolja, míg a hegesztési pozíció változtatása jelentősen befolyásolja a törési nyomatókat.

**Kulcsszavak:** *lézersugaras hegesztés, gyémántszegmens, anyagvizsgálat, paraméter-vizsgálat.*

### 1. Bevezetés

A lézersugaras hegesztésnek számos előnye van, mint pl. koncentrált, így fajlagosan kis hőbevitel, keskeny hőhatásövezet, kismértékű torzulás, könnyű automatizálhatóság. A hagyományos hegesztési eljárásokhoz képest mélyebb a beolvasás, nagyobb a hegesztési sebesség, a pontosság, a megbízhatóság, a hatékonyság és nagyobb a termelékenység [1]. Lézerrel eltérő anyagminőségű fémek is hegeszthetők, ha a két fém képes egyidejűleg megömleni és közös ömledéket képezni [2]. A varrat geometriája és szövetszerkezete befolyásolható a technológiai paraméterek változtatásával.

Korábbi cikkünkben [3] már vizsgáltuk gyémántszegmenses fúrókoronák lézerhegesztett kötéseit, hegesztési hibákat, és esetleges átötvöződések kerestünk, ill. szövetszerkezeti és keménységvizsgálatokat végeztünk. Ebben a kutatásban is porkohászati úton gyártott szegmenseket hegesztettünk vékony falú acélcsőre, a mintagyártásnál ugyanazokat a komponenseket használtuk, mint a szériagyártásban. Külön-külön vizsgáltuk a lézeres hegesztési folyamatparaméterek hatását az így kapott vegyes kötések törésvizsgálati értékeire. Ez az érték szerepel a jelenlegi rajzi előírásokon, ez alapján minősítik a szériagyártásban a lézerhegesztett kötéseket.

## 2. A kísérletek feltételei

A lézeres hegesztési folyamatparaméterek, mint pl. a lézerteljesítmény, a hegesztési sebesség, a fókusz távolság és a védőgáz befolyásolják a legnagyobb mértékben a hegesztett kötések minőségét [4]. Ebben a kísérletsorozatban a lézerteljesítmény mellett a fókusz távolság változásának hatását vizsgáltuk nemcsak a felületre merőleges irányban (defókusz), hanem tengelyirányban is (hegesztési pozíció) (1. ábra), mivel két komponens összehegesztésénél a lézergyár eltolódása egyik vagy másik komponens irányában befolyásolja a kötés szilárdságát.

A kísérleteket Trumpf TruDisk 4002 lézerforrással végeztük, mely max. 4 kW teljesítményű és a nyaláb hullámhossza 1,03  $\mu\text{m}$ . A szegmenseket vékony falú hidegen húzott, 1.0308 anyagminőségű, EN 10305-1 szabvány szerinti [5],  $2 \pm 0,15$  mm falvastagságú csőre hegesztettük. A szegmensek hegesztési zónájának (mely nem tartalmaz gyémántszemcsét) kémiai összetétele: Astaloy-Mo por = 99,8%, grafitpor = 0,2%, míg a cső kémiai összetétele: C  $\leq$  0,17%, Si  $\leq$  0,35%, Mn  $\leq$  1,2%, P  $\leq$  0,025%, S  $\leq$  0,025%.

A kísérletek lehetséges stratégiái:

- A legjobb találgatás módszere: gyakran használják, de nem biztos, hogy az optimális választ találjuk meg. Ha találunk egy elfogadhatóan jó megoldást, nem biztos, hogy tovább találgatunk;
- Egyszerre egy faktor változtatása: könnyen reprodukálható eljárás, nagyon sok kísérleti lépés szükséges, az egyes faktorok kölcsönhatása nem derül ki a kísérletből, a vizsgálat során nem lehet figyelembe venni a zavaró hatásokat;
- Faktoros kísérletek: több faktort egyidejűleg változtatunk (kevesebb kísérleti lépés szüksé-

ges), az egyes faktorok kölcsönhatása is kiderül a kísérletekből. Lehetővé válik a beállításokhoz kapcsolódó középértékek és az ún. hatások számítása.

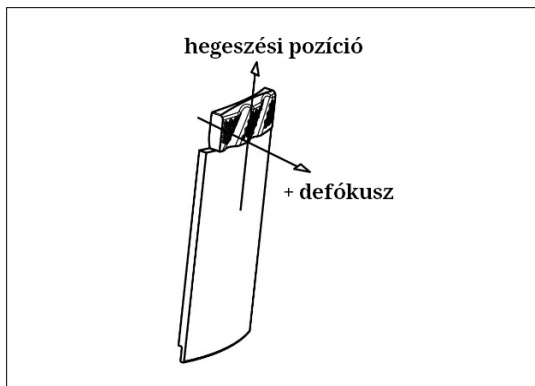
A kísérletek elvégzéséhez az „egyszerre egy faktor változtatása” módszert választottuk. A kapott eredményekből ki fogjuk tudni választani azt a tartományt, amelyen belül érdemes elvégezni a faktoros kísérleteket, hogy megismerjük a paraméterek egymásra hatásait is.

## 3. Elért eredmények

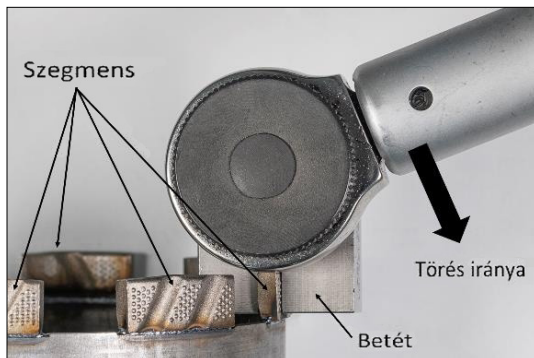
### 3.1. Az alkalmazott vizsgálati módszer

A vizsgálat célja volt meghatározni a szegmens letöréséhez szükséges nyomaték átlagos értékét, melynek nagyobbak kell lennie az előírt minimumnál, 9 Nm-nél. A törési nyomaték értékének meghatározásához a szegmensre a formájához illeszkedő betétet helyeztünk, amely digitális kijelzésű nyomatékkulcshoz csatlakozott (2. ábra). A nyomatékkulcs nullázása után a szegmenst kifelé irányuló mozdulattal letörtük, és leolvastuk a kijelzett értéket.

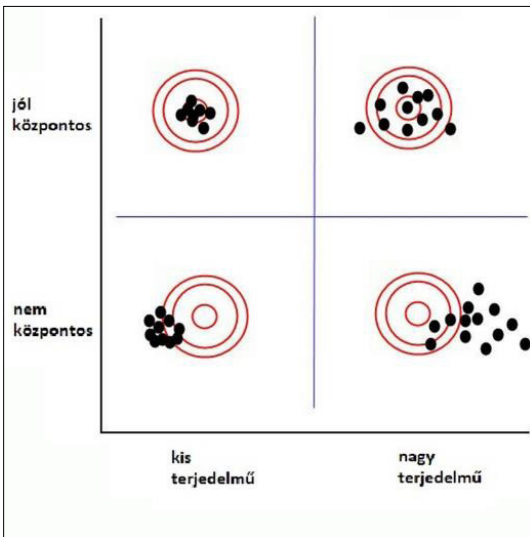
Minden mintánál 16 darab szegmenst törtünk le, és a kapott eredményeket a Minitab szoftver segítségével értékeltük ki. Átlagos törési nyomaték értékre ( $\bar{X}$ ) vonatkozik az előírásunk, de számunkra fontos a legkisebb törési nyomaték érték (min) is azért, hogy minden kötés teljesítette-e az előírást. Emellett a szórást ( $\sigma$ ) és a folyamatképességet (Cpk) határoztuk meg. Ez utóbbi értéket mutatja meg, hogy mennyire központosak az átlagértékhez képest és mekkora terjedelműek a tűréshez képest az egyes értékek (3. ábra). A folyamatképességnek két része van: felső (1) és alsó (2). A Cpk (3) a kettő közül a kisebbik érték [6].



1. ábra. Fókuszfolt eltolásának irányai



2. ábra. A törési nyomaték értékének meghatározásához szükséges eszközök



3. ábra. A folyamat terjedelme és központossága közötti összefüggés (az ábra jelölései: a fekete pontok mutatják a mért értékeket; a piros körök mutatják a tűrésmezőket és a beavatkozási határt) [7]

Ha Cpk értéke

- > 1, akkor a folyamat kielégítő, az alatt nem elégti ki a minimális követelményeket sem;
- ≥ 2, akkor a folyamat az elvárásoknak megfelelő, a hibás darabok részaránya kb. 5 PPM;
- ≥ 5, akkor a folyamat felültervezett (nincs szükség ilyen jó minőségre, ill. nem indokolt az ezzel járó esetleges többletköltség).

$$C_{PL} = (\text{Átlag} - \text{Alsó tűrés}) / (3 \times \text{Szórás}) \quad (1)$$

$$C_{PU} = (\text{Felső tűrés} - \text{Átlag}) / (3 \times \text{Szórás}) \quad (2)$$

$$C_{PK} = \text{Min}(C_{PL}, C_{PU}) \quad (3)$$

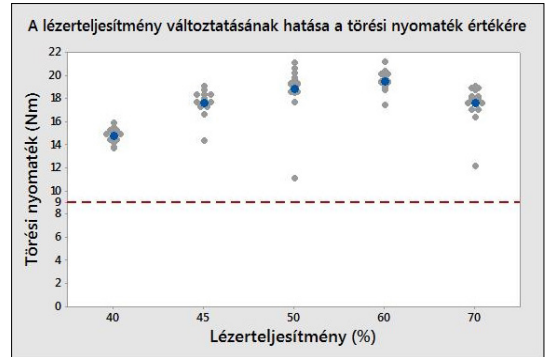
Kiinduló értéként 0,25 mm defókuszt és (-0,2) mm hegesztési pozíciót állítottunk be, a hegesztési sebességet a lézerberendezésen beállítható maximális értékre, 3 m/min-re állítottuk a kísérletek során.

### 3.2. Eredmények és kiértékelésük

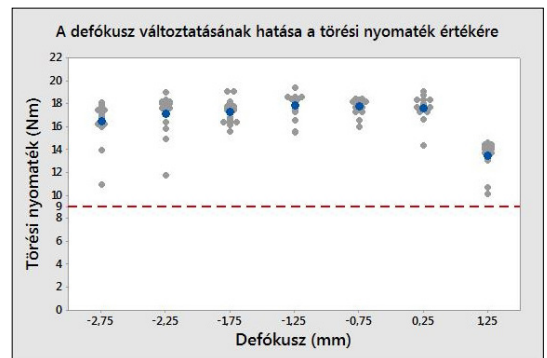
A lézerteljesítmény 10%-os lépcsőkben való csökkentését addig végeztük, amíg a cső még éppen átolvadt teljes keresztmetszetében, ezt az 5. mintánál értük el (45%-os teljesítménynél). Az adatok az 1. táblázatban találhatóak, a grafikus ábrázolás a 4. ábrán látható. A törési nyomatók értékek 2 Nm-en belül változnak a 70–45% teljesítménytartományban. A legkisebb szórás, a legnagyobb gépképességmutató és a legnagyobb törési nyomatók érték 60% teljesítménynél adódott.

1. táblázat. A lézerteljesítmény változtatásának hatása a törési nyomatók értékre

Minta jele	$\bar{X}$ (Nm)	$\sigma$	Cpk	min (Nm)
1 (70%)	17,575	1,640	2,65	12,1
2 (60%)	19,506	0,589	3,68	17,4
3 (50%)	18,793	2,216	1,78	11,1
4 (40%)	14,773	0,611	2,84	13,7
5 (45%)	17,620	1,108	2,56	14,3



4. ábra. Törési nyomatók értékek változása a lézerteljesítmény függvényében



5. ábra. Törési nyomatók értékek változása a defókuszt függvényében

Ennek ellenére az átolvadási kritériumot teljesítő 45% teljesítményt vettük alapul a további kísérletekhez, mert ennél a paraméternél egyből látható, ha a fókuszolt eltolás miatt nem olvad át a cső teljes keresztmetszetében.

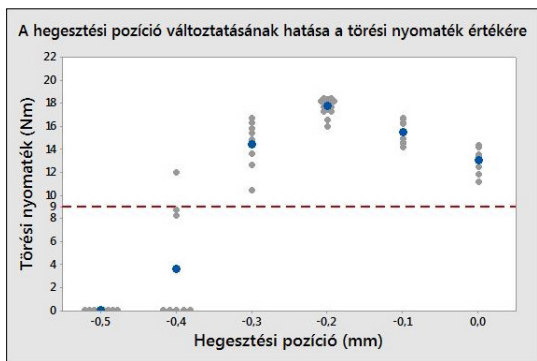
A defókuszt 1 mm-es lépésközzel változtattuk a felülettől távolodva (pozitív érték), majd 0,5 mm-es lépésekkel a felülethez közelítve (negatív érték). Az adatok a 2. táblázatban találhatóak, a grafikus ábrázolás az 5. ábrán látható.

**2. táblázat.** A defókusz változtatásának hatása a törési nyomaték értékre

Minta jele	$\bar{X}$ (Nm)	$\sigma$	Cpk	min (Nm)
6 (1,25)	13,431	1,271	1,58	10,1
7 (-0,75)	17,731	0,690	4,69	16
8 (-1,25)	17,818	1,104	2,74	15,5
9 (-1,75)	17,275	1,025	2,39	15,6
10 (-2,25)	17,086	1,823	1,73	11,7
11 (-2,75)	16,433	1,848	1,35	10,9

**3. táblázat.** A hegesztési pozíció változtatásának hatása a törési nyomaték értékre

Minta jele	$\bar{X}$ (Nm)	$\sigma$	Cpk	min (Nm)
13 (0)	13,025	1,105	2,05	11,2
14 (-0,1)	15,500	1,044	2,59	14,2
15 (-0,3)	14,450	2,134	0,89	10,4
16 (-0,4)	3,612	5,106	-0,39	0
17 (-0,5)	0			0



**6. ábra.** Törési nyomaték értékek változása a hegesztési pozíció függvényében

A pozitív defókuszból negatív hatással van a törési nyomaték értékre, viszont a negatív defókuszból hatására a törési nyomaték értékek 1,4 Nm-en belül változnak. A hegesztési pozíció vizsgálatához a legnagyobb gépképességmutatójú paraméteregyüttest választottuk (7. minta).

A hegesztési pozíciót 0,1 mm-es lépésközzel változtattuk a szegmens élétől indulva a cső irányába. Az adatok a 3. táblázatban találhatóak, a grafikus ábrázolás a 6. ábrán látható. A szegmens élétől távolodó hegesztési pozíció növeli a törési nyomaték értéket, majd a maximum elérése után

megnövekszik az értékek szórása, és ezzel párhuzamosan lecsökken a törési nyomaték érték az előírt min. 9 Nm alá (16. és 17. minta).

Az „egyszerre egy faktor változtatása” stratégiát követve eljutottunk egy jó megoldásig, aminek a paraméterei: 45% lézerteljesítmény, (-0,75) mm defókuszból, (-0,2) mm hegesztési pozíció.

#### 4. Következtetések

A fókuszfeltolások csak a 45% lézerteljesítményre mutatnak megfelelő értéket, más teljesítmény alkalmazása esetén más fókuszfeltolások adják a legnagyobb gépképesség-mutatót. Ezt alátámasztandó elvégeztük azt a kísérletet, ahol 60% lézerteljesítménynél alkalmaztuk a fenti eltolásokat; eredményül 0,77 Cpk értéket kaptunk (szemben a 4,69 értékkel).

Ennek a stratégiának a hátránya, hogy nem ismerjük a faktorok kölcsönhatásait, viszont a kapott eredményekből kiválasztottuk azokat a tartományokat, amelyekben belül érdemes elvégezni a faktoros kísérleteket: 45–70% lézerteljesítmény, defókuszból: 0,75–(-1,25) mm, hegesztési pozíció: 0,00–(-0,3) mm. A sebesség hatását is szeretnénk megismerni, ezért 30-50 mm/s tartományban felvettük a vizsgálati paraméterek közé.

A törési nyomaték ábrákból mást is ki tudunk olvasni, nem csak az értékek változását. A lézerteljesítmény-törési nyomaték ábrán az is megfigyelhető, hogy az 1. minta és az 5. minta átlagos törési nyomaték értéke csak 0,1 Nm-rel tér el egymástól, és szintén 0,1 értékű eltérés van a gépképességmutatóban. Ebből arra lehet következtetni, hogy a két varrat azonos teherbírású, de ezt további részletes vizsgálatokkal lehet megállapítani, mivel a lézerteljesítményben jelentős eltérés volt, azaz a különböző hőbevitel miatt meg kell vizsgálni a varratszélességet, a keménységváltozást és a szövetszerkezetet.

Az optimális lézerteljesítmény 60%-ban állapítható meg, mivel itt a legnagyobb az átlagos törési nyomaték érték, legkisebb a szórás és legnagyobb a Cpk értéke, viszont a teljesítmény változásával nem romlik a kötés teherbírása. Ez látható az 5. ábrán is, a defókuszból nincs hatással a törési nyomaték értékre a cső falvastagságán belül [0–(-2) mm]. A hegesztési pozíció van a legnagyobb hatással a törési nyomaték értékre, ennek a paraméternek a változása meredeken elrontja a kötés minőségét, ha az elmozdulás nagyobb, mint ±0,1 mm.

Megfigyelhetünk még ún. „kieső értékeket” a 4. és 5. ábrán. Ezek az értékek messzebb esnek az

átlagos törési nyomaték értéktől, de az előírt érték felett vannak (pl. a 10. mintánál a 3. szegmens törési nyomaték értéke 11,7 Nm volt, a 4. szegmensé 17,3 Nm). A varratok hegesztés utáni szemrevételezésekor nem volt tapasztalható felületi sérülés, felületre kifutó zárvány, hegesztési eltérés rajtuk. Részletesebb mikroszkópos (pl. optikai fénymikroszkópos vagy pásztázó elektronmikroszkópos) vizsgálatokkal lehetne megállapítani a varratok közötti különbséget.

### Szakirodalmi hivatkozások

- [1] M. Li, Z. Li, Y. Zhao, H. Li, Y. Wang, J. Huang: *Influence of Welding Parameters on Weld Formation and Microstructure of Dual-Laser Beams Welded T-Joint of Aluminum Alloy*. Advances in Materials Science and Engineering, 2011. <https://doi.org/10.1155/2011/767260>
- [2] Bagyinszki Gy., Bitay E.: *Nagy energiasűrűségű eljárások hegeszthetőségi szempontjai*. In: Fiatal műszakiak tudományos ülészaka XVII., Kolozsvár/Cluj, Románia, Műszaki Tudományos Füzetek, 2012. 13–18. <https://doi.org/10.36243/fmtu-2012.006>
- [3] Kenéz A. Zs., Bagyinszki Gy.: *Gyémánt fűrészegmensek lézeres hegesztésének vizsgálata*. Acta Materialia Transylvanica, 1/2. (2018) 85–88. <https://doi.org/10.2478/amt-2018-0030>
- [4] M. P. Prabakaran, G. R. Kannan: *Optimization of CO2 Laser Beam Welding Process Parameters to Attain Maximum Weld Strength in Dissimilar Metals*. Materials Today: Proceedings, 5. (2018) 6607–6616. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2017.11.316>
- [5] EN 10305-1: Steel tubes for precision applications – Technical delivery conditions. Part 1: Seamless cold drawn tubes, 2002.
- [6] Hessing T.: *Process Capability (Cp & Cpk)*. On 6sstudyguide.com <https://sixsigmastudyguide.com/process-capability-cp-cpk/>
- [7] Hessing T.: *Process Capability & Performance (Pp, Ppk, Cp, Cpk)*. On 6sstudyguide.com <https://sixsigmastudyguide.com/process-capability-pp-ppk-cp-cpk/>



# Szövetszerkezeti változások ausztenites korrózióálló acéllemezek lézersugaras hegesztésekor

## Microstructural changes during laser beam welding of austenitic stainless-steel sheets

Kovács Ferenc,<sup>1</sup> Fábián Enikő Réka<sup>2</sup>

Óbudai Egyetem, Bánki Donát Gépész és Biztonságtechnikai Mérnöki Kar, Budapest, Magyarország

<sup>1</sup> kovacsferi1996@gmail.com

<sup>2</sup> fabian.reka@bgk.uni-obuda.hu

### Abstract

The purpose of our study was to investigate the properties of welded joints formed by 1.5 mm thick plates with a diode laser beam equipment. The technological parameters influence the shape of the weld metal. In the heat affected zone no grain coarsening appeared. Increasing the welding speed, in case of similar laser power, the ferrite content of weld metal decreases. The hardness' of the streams are higher than that of base metal, but the highest values were measured in heat affected zones.

**Keywords:** diode laser, austenitic stainless steel, welding, ferrite content.

### Összefoglalás

Kutatásunk célja 1,5 mm vastagságú ausztenites korrózióálló lemezek diódalézeres hegesztőberendezéssel létrehozott hegesztett kötések tulajdonságainak vizsgálata volt. A vizsgálatok azt mutatták, hogy alkalmazott technológiai paraméterek befolyásolják a varrat alakját. A hőhatásövezetben nem történt szemcsedurulás. Azonos lézerteljesítmény mellett a varratok ferrittartalma csökkent a hegesztési sebesség növelésével. A varratok keménysége az alapanyaghoz képest nőtt, de a hőhatásövezetekben mértük a legnagyobb keménységet, ami a delta-ferrit mennyiségével hozható kapcsolatba.

**Kulcsszavak:** diódalézer, ausztenites korrózióálló acél, hegesztés, ferrittartalom.

### 1. Bevezetés

A 21. század egyik új, kiaknázandó technológiája az egyre könnyebben elérhető lézersugaras megmunkálás. A lézersugaras hegesztések a koncentrált fénysugár sebességével és ismétlési pontosságával kitűnnek más technológiák közül [1–3]. Ezen hegesztések egyre nagyobb szerepet játszanak napjainkban a hegesztett szerkezeteknél, a nagy hegesztési sebességnek köszönhetően. A lézersugaras hegesztések koncentrált hőbevitellel dolgoznak, így alkalmassá tehetők az erősen ötvözött ausztenites acélok hegesztésére is. Kicsi a hőhatásövezet, így nem jön létre széles szemcsedurulási sáv, tehát a szövetszerkezet is kiváló

tulajdonságú lesz, és a korróziós tulajdonságok is előnyösek a keskeny oxidációs sávnak köszönhetően, viszont pontos előkészítést igényel [1–5].

A lézersugaras hegesztőgépek tulajdonságai rendkívül változatosak a sugárforrástípusokhoz képest. A sugárforrás meghatározza a lézersugárzás hullámhosszát, mely befolyásolja az abszorpciót. Például a CO<sub>2</sub>-lézernél 10,6 μm nagyságú hullámhosszal, rövid kölcsönhatási idővel és mély, répa alakú beolvadási alakokkal számolhatunk: ezt nevezzük mélyvarratos hegesztésnek. A másik hatásmechanizmus a hővezetési hegesztés, melynél a munkadarab felületére jutó lézersugárzás energiája hővezetéssel jut mélyebb

rétegekbe. Ezt a viselkedést produkálja például a vizsgálatunkban részt vevő dióadalézer a maga 0,94  $\mu\text{m}$  hullámhosszával, melynek beolvadási, keresztmetszeti képét a szakirodalom [4] fél-lencse alakúnak nevezi.

A mélyvarratos változat sugárforrása a széndioxid-lézer és a Nd:YAG-lézerek. A hegesztési sebesség kisebb, mint 12 m/min, a hegeszthető lemezvastagság nem éri el a 25 mm-t. Acélok hegesztésekor ezeknél a lézerforrásoknál a lézersugárzás intenzitása nagyobb, mint  $10^6$  W/cm<sup>2</sup>. Ezzel az eljárással hegeszthetők az ötvözetlen és erősen ötvözött acélok, az alumínium és ötvözei, a réz és ötvözei stb. [6]. A hegeszthető lemezvastagság dióadalézer esetén, hozaganyag nélkül, a lézerforrás-teljesítménnyel növelhető [6]. A hővezetéses eljárás jellegzetes sugárforrásai a Nd:YAG-lézerek, a szállézer és a dióadalézer. A lézersugaras megmunkálásokat a fókuszolt mérete és helyzete is befolyásolja [7–9]. A lézersugaras eljárások közös tulajdonsága, hogy a hőbevitelt és a hőelvitelt az abszorpció és geometriai viszonyok is befolyásolják. Ahogy azt az irodalmi adatok mutatják [10], acéloknál a CO<sub>2</sub>-lézeres kezeléskor a lézersugárzás abszorpciója 10% körüli, míg dióadalézer alkalmazásával ez 30%-ra nő. A felület minősége szintén jelentősen befolyásolja az anyag abszorpció tényezőjét, de míg a CO<sub>2</sub> lézeres kezeléseknél 4–80% között változik, addig a szilárdtestlézeres kezeléseknél még polírozott felületnél is eléri a 30%-ot [11]. A dióadalézer alapelve megegyezik valamennyi lézer alapjával, avval a tulajdonsággal kiegészülve, hogy a populációinverzió kialakulása különösen nagy áram-sűrűséget igényel, így érdemes a gerjesztendő anyagot minimális térfogattal alkalmazni. A szükséges teljesítmény érdekében több egységet modulokba rendezve érdemes használni. Ez képezi a dióadalézer egyik jó tulajdonságát: a kisméretű sugárforrás akár a robotkar végére is szerelhető. Magától értetődően nincsen fogyó lézergáz, és e két hatás jelentős költség- és helyigénycsökkenést eredményezhet. Ennek ellenére ritka a dióadalézer a hegesztési alkalmazásban.

## 2. Vizsgálati anyagok és technológiák

A kísérletre kiválasztott 1.4404 számjelű, ausztenites, korrózióálló acél hidegen jól alakítható és hegeszthető rozsdamentes acél, amelyet gyakran használnak vegyipari és textilipari szerkezetek építéséhez, mert jól ellenáll az agresszív közegeknek is, 400 °C-ig ellenáll a kristályközi korrózióknak, ugyanakkor más ausztenites mi-

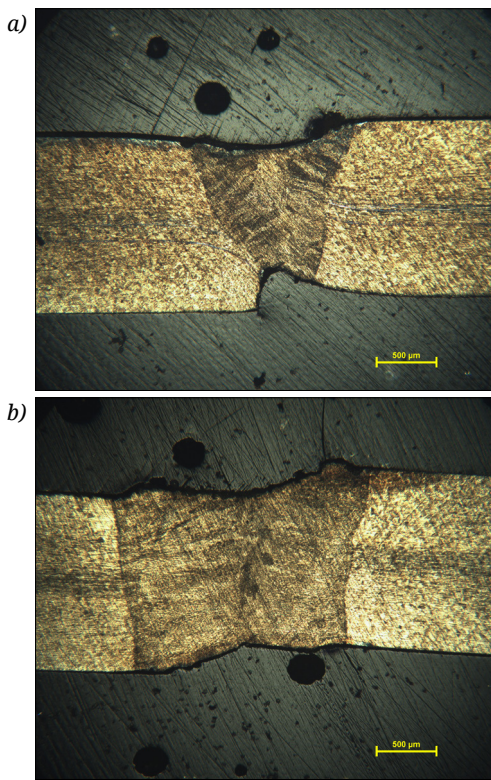
nőségekhez képest olcsó [12]. Vizsgálatunk célja 1,5 mm vastagságú lemezek dióadalézeres hegesztőberendezéssel létrehozott hegesztett kötések tulajdonságainak vizsgálata volt. Az alkalmazott LDL 130-3000 típusú lézersugaras berendezésnél a sugárforrás energiaeloszlása erősen gaussi, a fókusz ovális alakú, hosszirányban 3 mm, keresztirányban 1 mm. A varrat védelmét argongázzal biztosítottuk, melynek hozama 15 L/min volt a koronaoldalon és 10 L/min a gyökoldalon. A lézeres hegesztés során a varratok készítésekor monitoron követhető a hegfürdő hőmérséklete, mely végig 1400 és 1500 °C között volt. A lézersugárzás leállásakor a varrat hőmérséklete nagy sebességgel csökkent, gyorsan megérinthetővé vált a munkadarab.

A vizsgálatok céljából a varrat végétől 25 mm-re vágtuk ki a 10×30 mm méretű mintalemezeket metallográfiai vizsgálatra, majd a varrat középső tartományából 2-2 db, 15×30 mm méretű mintadarabot korróziós tesztre készítettünk elő. A ferrittartalom mérésére a mágneses indukció elvén működő, Fischer FMP30 típusú ferritszkópot használtuk. Mértük a kész varraton a korona- és a gyökreszt, valamint a csiszolatokon a varratok ferrittartalmát. Metallográfiai vizsgálataink során több marószert is kipróbáltunk. Kalling-2 marószerezrel a  $\gamma$ - és  $\delta$ -fázisokat is meg lehet különböztetni, de az alapanyag ausztenites szerkezete királyvizes maratással vált jobban láthatóvá. A mikrokeménység-mérést 0,2 kg terheléssel végeztük. A korróziós tesztek az ASTM G48 szabvány B módszere szerint végeztük, 6%-os FeCl<sub>3</sub> vizes oldatban.

## 3. Vizsgálati eredmények

Megfelelően átolvado varratokat 1000–1200 W közötti teljesítménnyel, 4 és 8 mm/s közötti sebességgel tudtunk létrehozni. 6 mm/s hegesztési sebesség mellett a lézerteljesítményt 1000 W-ról 1200 W-ra emelve, a varrat magasság/szélesség aránya H/D = 5/3-ról 1/2-re változott, ahogy azt az 1. ábrán is láthatjuk.

A varratok hőtámaszóvázata rendkívül keskeny, királyvizes maratással szinte nem is különböztethető meg, viszont a Kalling-reagenssel maratva elkülönül egy keskeny, ferritesebb sáv a varratfém szélén, ami a lemezek közepén kialakult középvonali ferrites dúsulásnál is keskenyebb, ahogy azt a 2. ábra felvételei is szemléltetik. A varratok környezetében nem következett be szemcsedurulás.

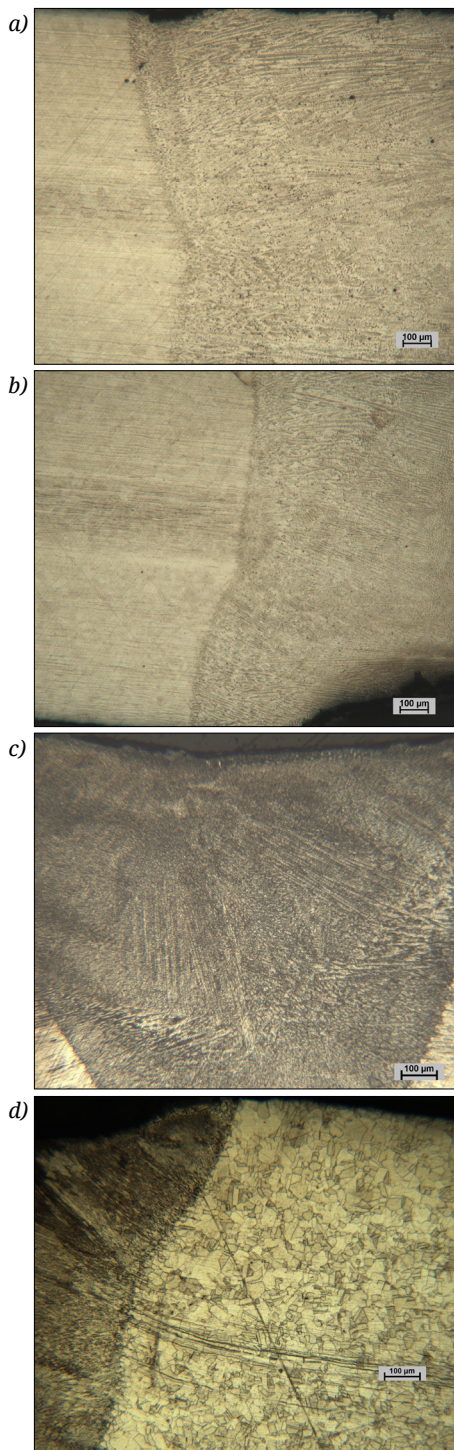


**1. ábra.** A lézerteljesítmény hatása a varratalakra  $v = 6 \text{ mm/s}$ . Maratás Kalling 2-reagenssel. a)  $P = 1000 \text{ W}$ , b)  $P = 1200 \text{ W}$

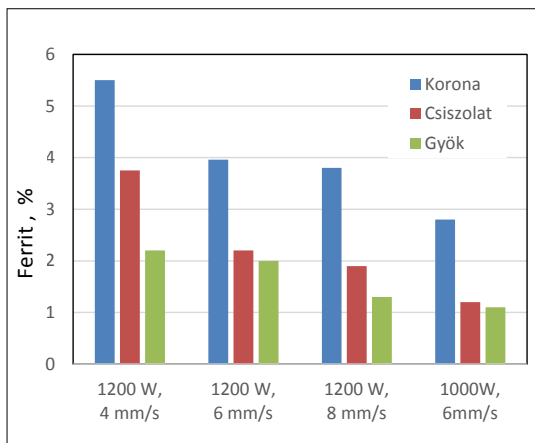
A mikroszkópos megfigyelésekkel összhangban, ferritszkóppal mérve a lemezek felületén, a ferritszázalék átlagosan 0,01%, a csiszolat középvonalában 0,3%-nak adódott. Hegesztés után a varratok ferrittartalma megnőtt. A legnagyobb hőbevitellel készült varrat ferrittartalma a koronáreszen mérve meghaladta az 5%-ot, de a csiszolaton mérve is majdnem elérte a 4%-ot (**3. ábra**).

A mikrokeménység-mérési adatok jó egyezést mutatnak a ferritszkópos mérésekkel, a nagyobb ferrittartalmú mintáknál nagyobb az átlagos keménység. A minták hőhatásóvezetében mértük a legnagyobb keménységet, de sehol sem haladta meg a 200 HV0,2-t. Azonos teljesítményen való hegesztéskor a legnagyobb keménységet a legkisebb hegesztési sebességnél mértük (**4. ábra**).

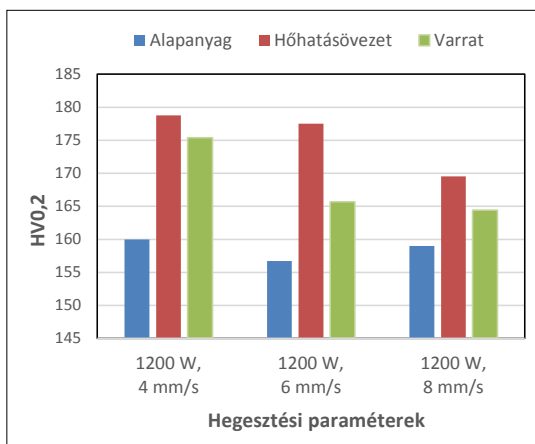
6%-os  $\text{FeCl}_3$  vizes oldatban, áztatásos módszerrel tesztelve a varratok környezetének lyukkorrózióval szembeni ellenállását, 24 óra után alig volt észlelhető a lyukkorrózió, de 72 óra után már számos lyukat találtunk a varratok környezetében, főleg a szélesebb varratú mintáknál, ahogy azt az **5. ábra** is szemlélteti.



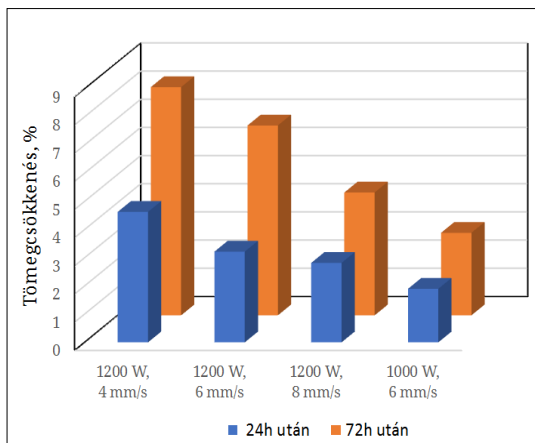
**2. ábra.** Fénymikroszkópos felvételek a varratok környezetében: a) 1200 W, 4 mm/s; marószer: Kalling, b) 1200 W, 6 mm/s ; marószer: Kalling, c) 1200 W, 8 mm/s; marószer: Kalling, d) 1000 W, 6 mm/s; marószer: királyvíz



3. ábra. A hegesztési paraméterek hatása a varratok ferrittartalmára



4. ábra. A hegesztési paraméterek hatása a varratok környezetének keménységére



5. ábra. A hegesztési paraméterek hatása a varratok környezetének korróziós viselkedésére

## 4. Következtetések

1,5 mm-es ausztenites korrózióálló acéllemezzel diódalézeres hegesztésekor, 1000–1200 W teljesítmény mellett teljesen átolvadó varratot lehetett létrehozni. Annak ellenére, hogy hozaganyagot nem használtunk, a varrat ferrittartalma a koronarészen meghaladta a 3%-ot, a csiszolatoknál ez valamivel kevesebbnek adódott. Azonos lemezvastagságnál, azonos hegesztési teljesítmény alkalmazásakor kimutatható, hogy a varratok ferritszikkóppal mért ferrittartalma csökken a hegesztési sebesség növelésével. Mindegyik hegesztési sebességnél kimutatható, hogy a varratok keménysége az alapanyaghoz képest nő, de a hőhatásövezetekben mértük a legnagyobb keménységet, ami a delta-ferrit mennyiségével hozható kapcsolatba.

## Köszönetnyilvánítás

A munka nem jöhetett volna létre a Budai Benefit Lézertechnológiai és Alkatrészfejlesztő Kft. segítségével. Szeretnénk köszönetet mondani a munkánkhoz az EFOP-3.6.1-16-2016-00010 számú projekt keretében nyújtott anyagi támogatásért a magyar államnak és az Európai Uniónak.

## Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Bagyinszki Gy., Bitay E.: *Hegesztéstechnika I. Eljárások és gépesítés*. Műszaki Tudományos Füzetek 9., EME, Kolozsvár, 2010. <https://doi.org/10.36242/mtf-09>
- [2] Bagyinszki Gy., Bitay E.: *Hegesztéstechnika II. Berendezések és mérések*. Műszaki Tudományos Füzetek 10., EME, Kolozsvár, 2010. <https://doi.org/10.36242/mtf-10>
- [3] Kreisz I.: *Lézersugárforrások*. Edutus Főiskola, 2012. 45–57.
- [4] Buza G.: *Lézersugaras technológiák 1*. Edutus Főiskola, 2012. 75.
- [5] Bitay E., Bagyinszki Gy.: *Nagy energiasűrűségű hegesztési eljárások több szempontú rendszerezése / Multi respect classification of high energy density welding process*. XV. FMTÜ, EME, Kolozsvár, Románia, 2010. 55–65. <https://doi.org/10.36243/fmtu-2010.13>
- [6] Alcock A., Baufeld B.: *Diode laser welding of stainless steel 304L*. Journal of Materials Processing Technology, 240. (2017) 138–144.
- [7] Meszlényi Gy., Bitay E.: *A fókuszált lézernyaláb keresztmetszeti jellemzőinek szerepe az impulzusos üzemi lézeres vágásnál / Role of the Features of Focused Laser Beam at Pulsed Laser Cutting*. Acta Materialia Transylvanica, 2/2. (2019) 115–120. <https://doi.org/10.33924/amt-2019-02-09>
- [8] Meszlényi Gy., Bitay E.: *A fókuszhelyzet szerepe erősen reflektáló anyag egyimpulzusos, lézersuga-*

- ras fúrásakor / *The Role of Focus Position in Single Pulse Laser Drilling of Highly Reflecting Materials*. *Acta Materialia Transylvanica*, 2/1. (2019) 61–68.  
<https://doi.org/10.33924/amt-2019-01-10>
- [9] Meszlényi Gy., Bitay E.: *Az egyimpulzusos lézersugaras fúrás folyamatának elemzése*. *Bányászati és Kohászati Lapok – Kohászat*, 151/5–6. (2018) 40–44.  
[https://www.ombkenet.hu/images/2018/koh/Kohaszat\\_2018\\_5\\_6szam.pdf](https://www.ombkenet.hu/images/2018/koh/Kohaszat_2018_5_6szam.pdf)
- [10] Laser Focus World Lasers&Surces (letöltve: 2020. február 24.)  
<https://www.laserfocusworld.com/articles/2011/04/laser-marking-how-to-choose-the-best-laser-for-your-marking-application.html>
- [11] Lyubomir L., Angelov N.: *Physical model about laser impact on metals and alloys*. *Contemporary Materials*, I/2. (2010) 124–128;
- [12] Direct Line: *Rozsdamentes acélok jellemzői katalógus* (letöltve: 2020. február 15.)  
[http://www.dldh.hu/wp-content/uploads/2012/02/Direct\\_Line\\_rozsdamentes\\_acelok\\_jellemzoi\\_katalogus.pdf](http://www.dldh.hu/wp-content/uploads/2012/02/Direct_Line_rozsdamentes_acelok_jellemzoi_katalogus.pdf)

# Kísérletek szilícium egykristályon femtoszekundumos lézerrel

## Experiments with femtosecond laser on monocrystalline silicon

Maloveczky Anna,<sup>1</sup> Windisch Márk,<sup>2</sup> Szabó Dávid,<sup>3</sup> Buza Gábor,<sup>4</sup> Ugi Dávid,<sup>5</sup> Veres Miklós,<sup>6</sup> Rigó István,<sup>7</sup> Fürjes Péter,<sup>8</sup> Hakkel Orsolya<sup>9</sup>

<sup>1,2,3,4</sup> Bay Zoltán Alkalmazott Kutatási Közhasznú Nonprofit Kft. Budapest, Magyarország, [anna.maloveczky@bayzoltan.hu](mailto:anna.maloveczky@bayzoltan.hu), [mark.windisch@bayzoltan.hu](mailto:mark.windisch@bayzoltan.hu), [david.szabo2@bayzoltan.hu](mailto:david.szabo2@bayzoltan.hu), [gabor.buza@bayzoltan.hu](mailto:gabor.buza@bayzoltan.hu)

<sup>5</sup> Eötvös Loránd Tudományegyetem. Budapest, Magyarország, [ugidavid42@gmail.com](mailto:ugidavid42@gmail.com)

<sup>6,7</sup> Wigner Fizikai Kutatóközpont, Budapest, [veres.miklos@wigner.mta.hu](mailto:veres.miklos@wigner.mta.hu), [rigo.istvan@wigner.mta.hu](mailto:rigo.istvan@wigner.mta.hu)

<sup>8,9</sup> Energiatudományi Kutatóközpont, Budapest, [furjes@mfa.kfki.hu](mailto:furjes@mfa.kfki.hu), [hakkel@energia.mta.hu](mailto:hakkel@energia.mta.hu)

### Abstract

Experiments were performed with femtosecond laser on monocrystalline silicon for different application fields. The small focal spot diameter, the ultra-short pulse length, and the high energy density opens new ways in material processing; the treated material will have smaller heat affected zone (HAZ), and allow more precise, higher quality material processing. Micropillars and LIPSS structures were prepared on monocrystalline silicon in our study.

**Keywords:** *femtosecond laser, surface structuring, micromachining, micropillar.*

### Összefoglalás

Femtosekundumos lézer segítségével különböző felhasználási célokkal kísérleteztünk szilícium egykristályon. A kis fókuszfoltátmérő, az ultrarövid impulzushossz és a nagy energiasűrűség új utakat nyit meg az anyagmegmunkálásban; a kezelt anyagon kisebb lesz a hőhatásövezet (HAZ), valamint precízebb, jobb minőségű anyagmegmunkálás válik lehetővé. Munkánk során szilícium egykristályra mikrooszlopokat, valamint lézerindukált periodikus felületi struktúrákat készítettünk.

**Kulcsszavak:** *femtosekundumos lézer, felületstrukturálás, mikromegmunkálás, mikrooszlop.*

## 1. Szakirodalmi összefoglaló

Az elmúlt néhány évtizedben gyors fejlődésen mentek keresztül az ultrarövid impulzusú lézerek (azaz a piko- és femtoszekundumos lézerek). Ezeknek a lézereknek számos előnyük van a hagyományos (pl. nanoszekundumos) impulzuslézerekhez képest. A rendkívül rövid impulzusok eredményeként a hőhatásövezet mérete sokkal kisebb a kezelt anyagokban, ami kiváló minőségű megmunkálást tesz lehetővé a lágyabb és a kemény, rideg anyagok esetében egyaránt. Ennek

magyarázata az, hogy az elektronoknak a kezelt anyag elektron-fonon kölcsönhatási erősségétől függően 1–100 ps-ra van szükségük ahhoz, hogy a termikus energiát át tudják adni a rácsban lévő atommagoknak. Ez a femtoszekundumos lézereknél ahhoz vezet, hogy a besugárzott energiának csak egy nagyon kis része képes hővé alakulni.

Az ultrarövid impulzusú lézerek másik előnye az, hogy rendkívül nagy impulzusteljesítményt tudnak generálni, ami lehetővé teszi a multifotonos abszorpció végbemenését, s így szigetelő-

anyagok is megmunkálhatóak vele (pl. üveg). Az egyfotonos abszorpció nem képes a szigetelőanyagok elektronjait a vezetési sávba gerjeszteni. Azonban a multifotonos abszorpció során a nagy foton-sűrűség miatt akkor is lehetővé válik az elektronok vezetési sávba gerjesztése, ha a tiltott sáv energiája nagyobb, mint a fotoné [1–6].

A fent leírtak miatt a femtoszekundumos lézerek képesek kiváló minőségben hiperszublimálni. Hiperszublimáció a nagy teljesítményű impulzuslézeres kezelés során alakul ki: plazmaállapotú anyagfelhő lép ki az anyagból, és jól definiált gödört, mélyedést hagy maga után. A szilárd anyag közvetlenül plazmafázisba alakul [1].

Így kimunkálhatóak mikrooszlopok, mikrocsatornák, mikrofuratok, valamint sztentek is.

A mikrooszlopokat anyagkutatói célokra használják. A képlékeny alakváltozás máshogy működik mikroszinten, aminek a megismerése a mikroméretű alkatrészek elterjedése és a diszlokációelmélet fejlesztése szempontjából fontos. A munkánk során ún. előmunkált mikrooszlopokat munkáltunk ki, hogy a FIB-bel (fókuszált ionnyaláb) való, időigényes megmunkálási időt lecsökkentsük [7–11].

A hiperszublimációs küszöb alatt szabályos, hullámszerű szerkezeti formák, úgynevezett lézerindukált periodikus felületi struktúrák jelennek meg a felületen. Ezeknek a hullámoknak a periódusa sokkal kisebb, mint a lézersugár foltátmérője. Kialakulásuk mechanizmusára egyelőre nem létezik elfogadott magyarázat, de az eddigi elméletek szerint főként a beeső és a felületről visszaszórt elektromágneses hullámok interferenciája és hidrodinamikai jelenségek játszanak szerepet benne. Az így strukturált felületeket fel lehet használni például a tribológiai tulajdonságok javítására, antibakteriális felületek kialakítására, valamint a SERS- (felületerősített Raman-spektroszkópia) spektroszkópiában szubsztrátként. A Raman-spektroszkópiában gyakori probléma, hogy a vizsgálandó komponens csak kis mennyiségben van jelen az oldatban, például gerincvelőfolyadék-vizsgálatnál vagy szűrt vízben visszamaradó gyógyszermolekulák detektálása során. Ebben az esetben nem elég nagy az anyag Raman-jele ahhoz, hogy ki lehessen mutatni a jelenlétét. Ekkor egy SERS-chipet (szubsztrátot) helyeznek a Raman-mikroszkópba, amire rácsözpontve az oldatot, az képes felerősíteni a jelet akár 1014-szeresére is [12, 13].

A SERS-erősítés fő (elektromágneses) oka az, hogy a külső elektromágneses tér hatására a fémek felületén lévő szabadelektronok oszcillálni

kezdenek: ez egy kvázirészecske, amit plazmonnak neveznek. Ha ezek rezonanciafrekvenciája a külső tér frekvenciájával megegyezik, akkor felerősödik az elektromágneses tér intenzitása. Ez jelentheti a gerjesztő vagy a szórt, de akár mindkét fény elektromágneses terének felerősítését is [14, 15].

A fent részletezett felhasználásokra természetesen nem csak lézersugaras eljárással lehet az adott struktúrát elkészíteni, mert például SERS-szubsztrát készítése elektrokémiai módszerekkel is megvalósítható. Azonban a lézersugaras kezelésnek számos előnye van: nagy termelékenység, megismételhetőség, precíz megmunkálás, lokalizálhatóság [1].

### 1.1. A használt lézer- és vizsgálóberendezések

A lézersugárforrás Coherent Monaco típus. A sugárvezetés szál nélkül, tükrök segítségével történik a Scanlab gyártmányú z-kompenzációs lencsébe, majd a galvanotükrös F-theta lencsébe. Az ismétlési frekvencia: 188 kHz-től 50 MHz-ig állítható, ami lehetővé teszi a berendezés ipari alkalmazásokra történő használatát is. Az impulzushossz 300 fs-től 10 ps-ig állítható. A maximális átlagteljesítmény 62 W, a maximális impulzusenergia pedig 200  $\mu$ J. Azonban a maximális impulzusteljesítmény 600 MW, ami rendkívül nagy energiasűrűséget jelent. Összehasonlításképpen, 500 MW 1 db paksi atomerőmű blokk teljesítménye. A lézersugárzás hullámhossza 1064 nm, a fókuszfoltátmérő pedig 80  $\mu$ m volt.

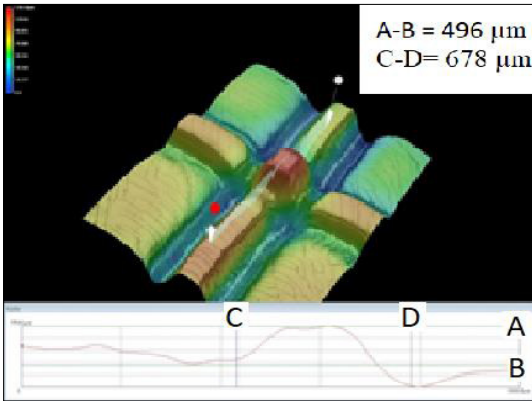
A képképzést Keyence VHX 2000-es mikroszkóppal, a SEM-felvételeket Quanta FEG 3D elektronmikroszkóppal végeztük.

A Raman-vizsgálatokat pedig Renishaw InVia micro-Raman-spektrométerrel végeztük.

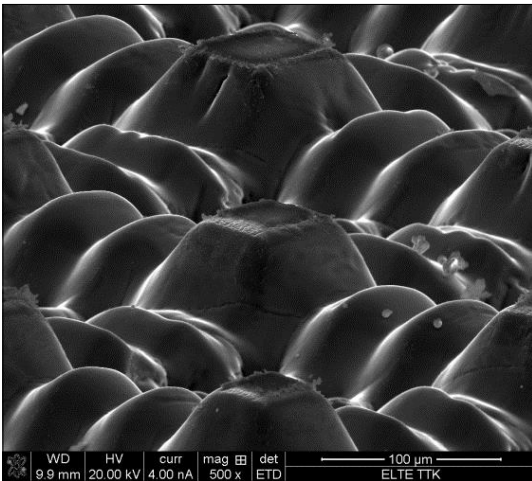
### 1.2. Mikrooszlopok előállítás

Egy mikrooszlopot FIB-bel elkészíteni akár egy napig is tarthat. A munkánk során előmikrooszlopot munkáltunk ki, amit később FIB-es utómunkával tökéletesítettünk. A lézerberendezésünkkel néhány perc alatt készíthető el több száz előmunkált mikrooszlop.

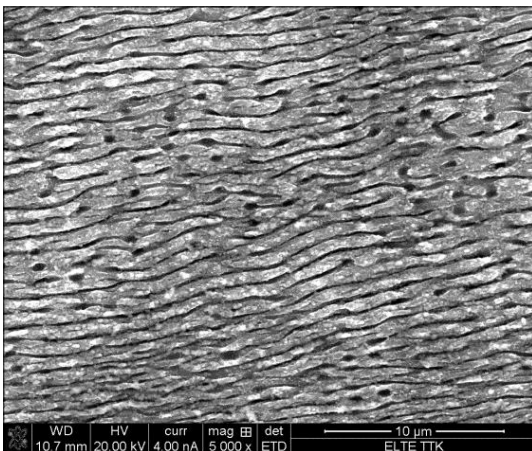
A mikrooszlopok elkészítése során négyzethálós elrendezésben árkokat munkáltunk szilícium egykristály lapkákba, az így kialakított árkok közötti részek a mikrooszlopok. Egy-egy ilyen, általunk készített oszlop néhány tíz mikrométer, de akár egy milliméter magas is lehet (lásd 1., 2. ábra).



1. **ábra.** 500 mikrométer magas mikrooszlop 3D optikai mikroszkópos felvétele és topográfiai grafikonja



2. **ábra.** 50 mikrométer magas mikrooszlop SEM-felvétele



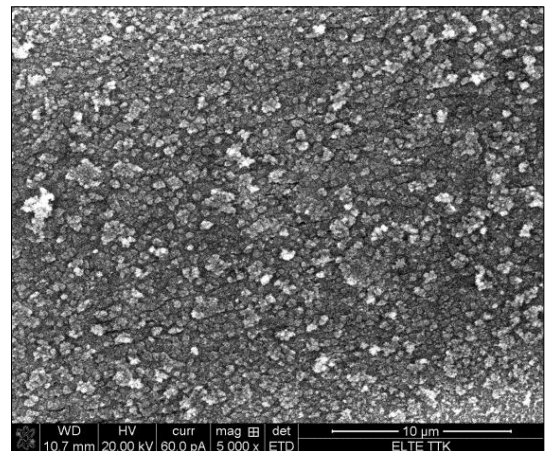
3. **ábra.** A 360× erősítési faktorú minta SEM-felvétele, aranyozás előtt

Az anyagfizikai modell megalkotásának szempontjából fontos, hogy az oszlop tökéletes egykristály maradjon, így a hőhatásövezet jelenléte nem megengedett. A kisebb, 20–60 mikrométer magasságú oszlopoknál elhanyagolható hőhatásövezetet mértünk EBSD-vel (visszaszórt-elektron diffrakció), amit a FIB-es utómunka során könnyedén és gyorsan el lehet távolítani. Ezzel szemben a nagyobb, több száz mikrométer magas oszlopoknál már jelentős, 20–30 mikrométer vastag hőhatásövezettel kell számolni. Azonban a vastagsága ebben az esetben is tovább csökkenthető, a lézersugaras kezelés paramétereinek optimalizálásával: teljesítmény, az egyes pásztázási ismétlések között eltelt idő, hűtőfolyadék alkalmazása.

### 1.3. A lézeres kezelés keltette hullámos felületi szerkezetek jellemzése

Ha az alkalmazott energiasűrűség a hiperszublimációs küszöb közelében van, de nem éri el azt, akkor a lézersugárral pásztázott vonalak nyomában kialakul az angolul LIPSS-ként emlegetett, hullámos felületszerkezet, amelynek periódusa körülbelül a beeső lézerguszárzás hullámhosszának felel meg. A hullámos felület mélysége, morfológiája (így erősítési faktora is) az alkalmazott lézerparaméterektől függ, így dolgozatunkban csak két jellegzetesebb mintát mutatunk be (lásd 3–4. **ábra**).

A szilícium egykristály strukturált felületére 150 nm vastagságú aranyréteget gőzöltünk, majd Raman-spektrométer segítségével meghatároztuk az erősítési faktorát. Mintaként benzofenonoldatot ceppentettünk a szubsztrátra, majd a strukturálatlan, de arannyal bevont felületen mért ben-



4. **ábra.** A 490× erősítési faktorú minta SEM-felvétele, aranyozás előtt



zofenonjelet referenciaként véve meghatároztuk a strukturált és aranyozott felületeink erősítési faktorát. Ez egyik esetben 360×, másik esetben 490× adódott. A Raman-vizsgálatnál használt gerjesztőlézer hullámhossza 610 nm volt, az expozíciós idő pedig 1 másodperc.

A két minta pásztázási sebességében különbözött: a nagyobb erősítési faktorú minta esetén a pásztázási sebesség egy nagyságrenddel kisebb volt, mint a másikonál. Az erősítési faktor növelésének a homogén, több kisméretű szemcséből összeálló struktúra kedvez, amit lassúbb pásztázással lehet elérni.

## 2. Következtetések

A munkánk során különböző felületeket alakítottunk ki szilícium egykristályon, femtoszekundumos lézer segítségével.

Az előmunkált mikrooszlop femtoszekundumos lézeres kimunkálásával jelentősen lecsökkentettük a FIB-bel történő megmunkálási időt, de a hőhatásövezet vastagságának csökkentése érdekében érdemes tovább optimalizálni a lézersugaras paramétereket.

Az általunk kialakított lézerindukált periodikus felületi struktúrák 150 nm-es aranybevonattal nagymértékben erősíti a benzofenon Raman-jelét. Tervezzük tovább növelni az erősítési faktort, valamint más mintamolekulákkal és gerjesztőlézerrel is elvégezni a méréseket.

Tervezzük továbbá a strukturált felületek tribológiai tulajdonságainak vizsgálatát.

## Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Mangirdas M., Albertas Ž., Satoshi H., Yoshio H., Vyantas M., Ričardas B., Saulius J.: *Ultrafast laser processing of materials: from science to industry*. Light: Science & Applications, 5. (2016) 16–133.
- [2] Mathis A., Courvoisiera F., Froehly L., Furfaro L., Jacquot M., Lacourt P. A., Dudley J. M.: *Micromachining along a curve. Femtosecond laser micromachining of curved profiles in diamond and silicon using accelerating beams*. Applied Physics Letters, 101. (2012) 71–110. <https://doi.org/10.1063/1.4745925>
- [3] Evgeny L.: *Mechanisms of femtosecond LIPSS formation induced by periodic surface temperature modulation*. Applied Surface Science, 374. (2016) 30.
- [4] Kaiwen D., Cong W., Yu Z., Zheng X., Zhi L., Shu M., Biwei W.: *One-step fabrication of multifunctional fusiform hierarchical micro/nanostructures on copper by femtosecond laser*. Surface and Coatings Technology, 367. (2019) 244–251. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.04.005>
- [5] Rafael R. G., Eric M.: *Femtosecond laser micromachining in transparent materials*. Nature Photonics, 2. (2008) 219–225.
- [6] Andrius M., Saulius J., Mitsuru W., Masafumi M., Shigeki M., Hiroaki M., Junji N.: *Femtosecond laser-assisted three-dimensional microfabrication in silica*. Optics Letters, 26/5. (2001) 277–279. <https://doi.org/10.1364/OL.26.000277>
- [7] Akarapu S., Zbib H. M., Bahr D. F.: *Analysis of heterogeneous deformation and dislocation dynamics in single crystal micropillars under compression*. International Journal of Plasticity, 26/2. (2010) 239–257. <https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2009.06.005>
- [8] Aifantis E. C.: *Gradient Deformation Models at Nano, Micro, and Macro Scales*. Journal of Engineering Materials and Technology, 121/2. (1999) 189–202.
- [9] Eduardo B.: *Interpretation of the size effects in micropillar compression by a strain gradient crystal plasticity theory*. International Journal of Plasticity, 116. (2019) 31. <https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2019.01.011>
- [10] Tanga H., Schwarz K. W., Espinosaa H. D.: *Dislocation escape-related size effects in single-crystal micropillars under uniaxial compression*. Acta Materialia, 55/5. (2007) 1607–1616. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2006.10.021>
- [11] William D., Nix Seok W. L.: *Micro-pillar plasticity controlled by dislocation nucleation at surfaces*. Philosophical Magazine, 91/7–9. (2011) 1084–1096. <https://doi.org/10.1080/14786435.2010.502141>
- [12] Jijo E. G., Unnikrishnan V. K., Deepak M., Santhosh C., Sajan D. G.: *Flexible Superhydrophobic SERS Substrates Fabricated by In Situ Reduction of Ag on Femtosecond Laser-Written Hierarchical Surfaces*. Sensors and Actuators B, 272/1. (2018) 485–493. <https://doi.org/10.1016/j.snb.2018.05.155>
- [13] Steven E. J. B., Narayana M. S. S.: *Surface-Enhanced Raman Spectroscopy (SERS) for Sub-Micromolar Detection of DNA/RNA Mononucleotides*. Journal of the American Chemical Society, 128/49. (2006) 15580–15581. <https://doi.org/10.1021/ja066263w>
- [14] Ximei Q., Jun L., Shuming N.: *Stimuli-Responsive SERS Nanoparticles. Conformational Control of Plasmonic Coupling and Surface Raman Enhancement*. Journal of the American Chemical Society, 131/22. (2009) 7540–7541. <https://doi.org/10.1021/ja902226z>
- [15] Zhu Z., Yan Z., Zhan P., Wang Z.: *Large-area surface-enhanced Raman scattering-active substrates fabricated by femtosecond laser ablation*. Science China Physics, Mechanics and Astronomy, 56. (2013) 1806–1809.

## A léces martenzit összetett jellegének vizsgálata

### Investigation of composite behaviour of lath martensite

Maróti János Endre,<sup>1</sup> Szabó Péter János<sup>2</sup>

*Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Gépészmérnöki Kar, Anyagtudomány és Technológia Tanszék, Budapest, Magyarország*

<sup>1</sup> [maroti@eik.bme.hu](mailto:maroti@eik.bme.hu)

<sup>2</sup> [szpj@eik.bme.hu](mailto:szpj@eik.bme.hu)

#### Abstract

It is very important for our research that we are able to examine the orientation of packets and their relationship to directions of stress that cause plastic deformation. We use electron backscatter diffraction (EBSD) to achieve this. EBSD examination requires very careful sample preparation. In our work we have developed a sample preparation method for electron backscatter diffraction examination. In this study we present the method, which consists of multistage mechanical grinding, polishing and ion polishing. Optimal parameters for each steps (eg.: grinding, polishing and sputtering time, milling angle) were determined for lath martensitic microstructured steel, however, it could be used for other type of steel with minor adjustments.

**Keywords:** *austenite, martensite, EBSD, sample preparation.*

#### Összefoglalás

Kutatásunk szempontjából nagyon fontos, hogy meg tudjuk vizsgálni a kötegek orientációját és ennek viszonyát az alakváltozást okozó feszültség irányával. Ehhez úgynevezett visszaszórtelektron-diffrakciós vizsgálatot (EBSD) alkalmazunk. Ennek a vizsgálatnak az elvégzése nagyon gondos minta-előkészítést igényel. A tanulmányban az általunk kidolgozott módszert mutatjuk be, amely többlépcsős mechanikai csiszolásból, polírozásból, valamint ionpolírozásból áll. Az egyes lépések optimális paramétereit (pl: mechanikai csiszolás, polírozás, ionpolírozás ideje, minta ionpolírozás közbeni dőlésszöge) a léces martenzites szövetszerkezetű acél mintákra határoztuk meg, amelyek kis módosításokkal más szövetszerkezetű acél próbatesteknél is alkalmazhatóak.

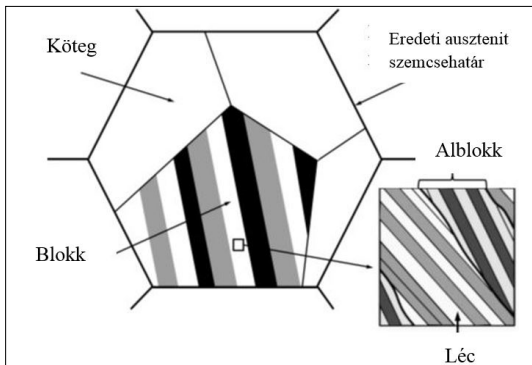
**Kulcsszavak:** *ausztenit, martenzit, EBSD, minta-előkészítés.*

#### 1. Bevezetés

A martenzites acélok az egyik legszélesebb körben használt vasalapú szerkezeti anyagok, nagyon kedvező mechanikai tulajdonságokkal. A martenzites szövetszerkezetű acélok egyik fő ötvözője a szén (C), amely tömegrészaránya  $10^{-2}$  százaléktól 0,8 százalékig terjed, továbbá tartalmazhatnak 1–2% egyéb alkotóelemet is (Mn, Si, S, P, Cr, Ni, Mo). A martenzites szövetszerkezetű acélok gyártása során az ausztenitési hőmérsékleten való hűn tartást követő gyors (a kritikus hűlési sebességtől nagyobb) hűtéssel érhető el az

$\alpha$ -martenzit. A fizikai tulajdonságok jelentős része nagyban függ az anyagösszetételtől, valamint a martenzites szövetszerkezet létrehozásához szükséges hőkezelés paramétereitől. Ezek közül elsősorban az acél karbontartalmától és a hűlési paramétereiktől függenek a mikroszerkezeti és mechanikai tulajdonságok [1].

A martenzit egyik megjelenési formája a léces martenzit. A tipikus léces martenzit blokkokból áll, ahol a blokkok úgynevezett kötegeket alkotnak [2–4]. A blokkok tovább bonthatók alblokkokra, amelyekben egymással párhuzamos lécek találhatóak. Ezek hívjuk martenzitléceknek.



**1. ábra.** A léces martenzit kötegekből, blokkokból, alblokkokból és lécekből álló hierarchikus felépítése

Az **1. ábrán** láthatjuk a léces martenzit kötegekből, blokkokból, alblokkokból és lécekből álló hierarchikus felépítését.

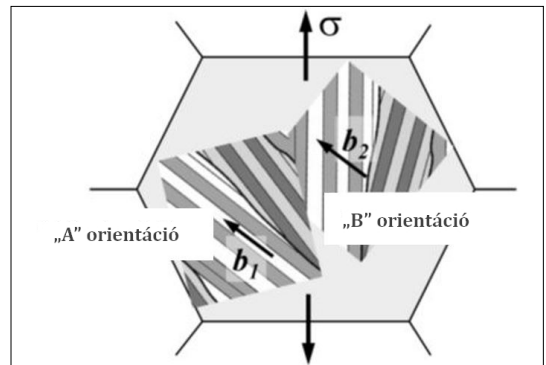
Az eredeti ausztenit-szemcsehatárokon belül különböző kristálytani orientációjú pakettek lehetségesek [2–4], ahogyan ezt az **1. ábrán** is láthatjuk.

A martenzites szerkezetű acélok, annak ellenére, hogy a képlékenységi tulajdonságaik eléggé limitáltak, mégis mutatnak képlékeny alakváltozást [1, 5–7]. A képlékeny deformációt befolyásoló mechanizmusokat nemrég sikerült feltárni úgynevezett mikrooszlopos és  $\mu\text{m}$  nagyságrendű próbatesteken elvégzett szakítóvizsgálatokkal [8–9].

A mikrooszlopos vizsgálatok – attól függően, hogy egy vagy több martenzitblokkot érintettek – más és más eredményt mutattak. Azokban a vizsgálatokban, ahol csak egy blokkot vizsgáltak, nem volt a hidegalakításra jellemző keménység-növekedés, és a folyáshatár is nagy (1,2 GPa) volt. Amikor több blokkot egyszerre vizsgáltak, a keménységük nőtt, azonban a folyáshatár hasonlóan nagy értékűnek adódott [8].

Az elvégzett szakítóvizsgálatok esetén, azoknál (próbatestek jeltávja: 100  $\mu\text{m}$ ), amelyeknél az aktív csúszósík párhuzamos volt a lécek orientációjával, a kritikus nyírófeszültség 350 MPa volt, míg azokban az esetekben, ahol az aktív csúszósík merőleges volt a lécek orientációjára, a kritikus nyírófeszültség megduplázódott [9].

A két publikációban [8, 9] elvégzett kísérletek alapján a szerzők arra következtettek, hogy a terhelés megoszlik a lécek irányával párhuzamos és merőleges aktív csúszósíkok között. Ahogyan a következő ábrán (**2. ábra**) is láthatjuk, az alkalmazott feszültség ( $\sigma$ ) iránya sem egyezik meg az alakváltozásban részt vevő diszlokációk Burgers-vektorainak irányával.



**2. ábra.** A Burgers-vektorok nem esnek egybe az alkalmazott feszültség irányával

Az eddigieket összefoglalva, egy adott képlékeny deformációra adott válasz attól függ, hogy az aktív Burgers-vektorok (az aktív Burgers-vektor egy adott csúszási rendszer Burgers-vektorai közül az, amelyik részt vesz a képlékeny alakváltozásban) iránya milyen összefüggésben van az alakváltozást okozó feszültség irányával. Végeredményképpen a képlékeny alakváltozás egy olyan szerkezetet hoz létre, amelyben lágy és kemény térfogatelemek (kötegek) jönnek létre. Amennyiben a Burgers-vektorok párhuzamosak a lécek irányával, lágy térfogatelemről (**2. ábra** „A” orientáció), amennyiben merőlegesek a lécek irányára, kemény térfogatelemről beszélhetünk (**2. ábra** „B” orientáció).

A rövid bevezetésből is láthatjuk, mennyire fontos, hogy meg tudjuk határozni a képlékeny alakváltozás előtt és után a pakettek orientációját, amelyhez úgynevezett visszászórtelektron-diffrakciót (EBSD) alkalmazunk. Ennek a vizsgálatnak az elvégzése nagyon gondos minta-előkészítést igényel. A munkánk során ehhez a vizsgálatához tartozó minta előkészítéséhez dolgoztunk ki egy eljárást.

## 2. Anyagok, módszerek, eszközök

A vizsgálatokhoz a következő táblázatban (**1. táblázat**) összefoglalt összetételű acélokból készült,  $l_1 = 20 \text{ mm}$  és  $l_2 = 20 \text{ mm}$  oldalhosszúságú és  $h = 2,5 \text{ mm}$  vastagságú próbatesteket használtunk. A próbatestek összetételét egy Zeiss Evo MA10-es pásztázó elektronmikroszkóppal (SEM) mértük meg. Ezt követően hőkezeltük a próbatesteket. Először 1100 °C-ra hevítettük őket (ez az acél A<sub>3</sub> hőmérséklete felett van), majd 30 percnyi hőtartást követően lehűtöttük, hűtőközegnek pedig 20 °C-os vizet használtunk. Az edzéssel léces martenzites szerkezetet kaptunk.

**1. táblázat.** Az általunk használt próbatetek anyagösszetétele

Elem	Tömegszázalék
Fe	98,10
C	0,21
Mn	1,58
P	0,03
S	0,04
Si	0,04

A következő lépésben a próbateteket elektromosan vezető melegbeágyazó gyantába ágyasztuk be. Ez azért fontos lépés, mivel mind az EBSD-vel, mind az ionpolírozó berendezéssel csak vezető mintákat lehet jól vizsgálni, így nem kell a gyantából kiszedni a próbateteket, s ily módon megkockáztatni az esetleges sérüléseket.

A minták előkészítését mechanikai csiszolással és polírozással kezdtük. A csiszoláshoz és a polírozáshoz Jean Wirtz márkájú manuális csiszológépet, valamint különböző szemcseméretű (300  $\mu\text{m}$ , 212  $\mu\text{m}$ , 90  $\mu\text{m}$ , 46  $\mu\text{m}$ , 26  $\mu\text{m}$ , 15  $\mu\text{m}$ , 12  $\mu\text{m}$ , 6  $\mu\text{m}$ ) SiC-os csiszolópapírt alkalmaztunk, mindegyiket 5 percig. Ezután políroztuk a próbatetek vizsgálható felületét. Ehhez kétféle gyémántpasztát (3  $\mu\text{m}$ , 1  $\mu\text{m}$ ) használtunk, 10 percig mindkét fajtát. Eddig a pontig az összes próbatestet ugyanúgy készítettük elő, azonban ez még nem elegendő a visszászórtelektron-diffrakciós vizsgálatokhoz.

A jobb eredmények elérése érdekében ionsugaras eljárással políroztuk a munkadarabokat Technoorg Linda SEM Prep2 típusú ionsugaras polírozóval. Elsőre könnyűnek tűnhet a feladat, de nagyon sok változó (anódfeszültség, anódáram, minta dőlésszöge, idő, ionforrás) pontos beállítása szükséges a megfelelő minta-előkészítéshez. A változók közül a minta dőlésszögét és az ionsugaras polírozás időtartamát változtattuk. A minta dőlésszögét 1–11° között, fokenként változtattuk, az időt pedig 1–6 h között óránként növeltük.

A többi változót a következő értékekre állítottuk be: anódfeszültség: 10 kV, anódáram: 3,5 A, ionnyaláb feszültsége: 2 mA, ionnyaláb anyaga: Ar<sup>+</sup>.

A minták elkészültét követően végeztük el az EBSD-méréseket. A mérésekből úgynevezett képminőségértéket kaptunk, ezzel az (IQ-) értékkel szokták az EBSD-méréskor kapott kép minőségét meghatározni. Minél nagyobb ez az érték, annál pontosabb és jobb eredményeket kapunk. Célunk, hogy az IQ-érték meghaladja a 40 000-et, mert az e felett kapott eredmények már helyesek.

### 3. Eredmények

Elsőként a minta ideális dőlésszöget állapítottuk meg. Eközben minden egyes mintát 1 órán keresztül ionpolíroztunk. Az egyes dőlésszögekhez tartozó IQ-értékeket a következő diagramon (3. ábra) ábrázoltuk.

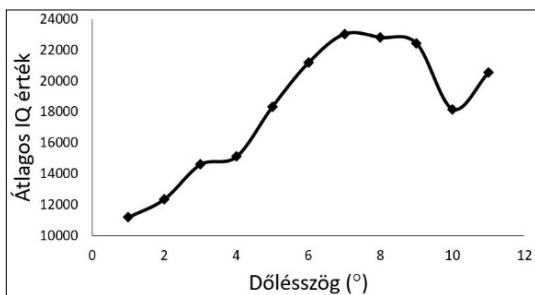
A diagramról leolvashatjuk, hogy a legjobb értéket 7° dőlésszögnél értük el.

Ezt követően csak az ionsugaras polírozás idejét módosítottuk, a dőlésszögét meghagytuk 7°-on. Az eredményeket a 4. ábrán láthatjuk.

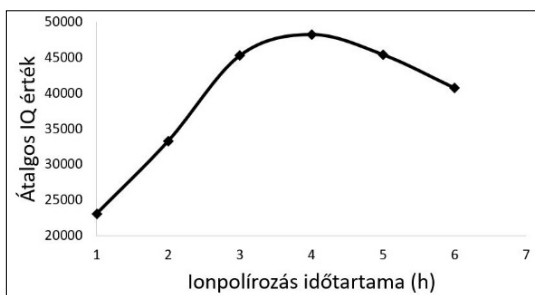
A diagramról leolvashatjuk, hogy a legjobb IQ-értéket 4 óráig tartó ionsugaras polírozásnál kaptuk, de a 3 és 5 óra esetén is az átlagos IQ-érték 40 000 felett volt. Ezeket számításba véve elmondhatjuk, hogy a legjobb ionpolírozási paraméterek a következők:

- anódfeszültség: 10 kV,
- anódáram: 3,5 A,
- ionnyaláb feszültsége: 2 mA,
- ionnyaláb anyaga: Ar<sup>+</sup>,
- időtartam: 4 h,
- minta dőlésszöge: 7°.

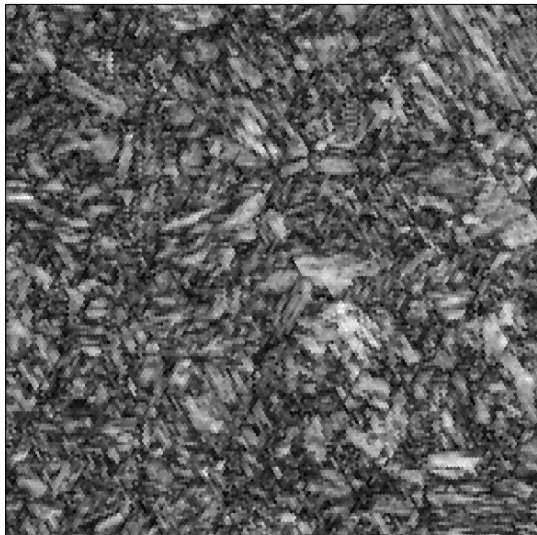
A legjobb paraméterekkel kapott minta IQ-térképét az 5. ábrán mutatjuk.



**3. ábra.** Az általunk használt acél próbatetekről készült EBSD-mérések átlagos IQ-értékei a minta dőlésszögének függvényében, ahol az ionsugaras polírozás ideje 1 óra volt



**4. ábra.** Az általunk használt acél próbatetekről készült EBSD-mérések átlagos IQ-értékei az ionsugaras polírozás idejének függvényében, ahol a minta dőlésszöge 7°



5. ábra. A legjobb, ionsugaras polírozási paramétereikkel kapott IQ-térkép

### Köszönetnyilvánítás

A publikáció az Emberi Erőforrások Minisztériuma NTP-SZKOLL-19-066 kódszámú Nemzeti Tehetség Program pályázatának, valamint a Nemzeti Kutatási, Fejlesztési és Innovációs Hivatal OTKA K124926. számú pályázatának támogatásával valósult meg.

### Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Krauss G.: *Martensite in steel: strength and structure*. Material Science and Engineering A, 273-275. (1999) 40–57.  
[https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(99\)00288-9](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(99)00288-9)
- [2] Krauss G., Mader A. R.: *The morphology of martensite in iron alloys*. Metallurgical Transactions, 2. (1971) 2343–2357.  
<https://doi.org/10.1007/BF02814873>

- [3] Morito S., Tanaka H., Konishi R., Furuhashi T., Maki T.: *The morphology and crystallography of lath martensite in Fe-C alloys*. Acta Materialia, 51. (2003) 1789–1799.  
[https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(02\)00577-3](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(02)00577-3)
- [4] Kitahara H., Ueji R., Tsuji N., Minamino Y.: *Crystallographic features of lath martensite in low-carbon steel*. Acta Materialia, 54. (2006) 1279–1288.  
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2005.11.001>
- [5] Swarr T., Krauss G.: *The effect of structure on the deformation of as-quenched and tempered martensite in an Fe-0.2 pct C alloy*. Metallurgical Transactions A, 7/1. (1976) 41–48.  
<https://doi.org/10.1007/BF02644037>
- [6] Michiuchi M., Nambu S., Ishimoto Y., Inoue J., Koseki, T.: *Relationship between local deformation behavior and crystallographic features of as-quenched lath martensite during uniaxial tensile deformation*. Acta Materialia, 57. (2009) 5283–5291.  
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.06.021>
- [7] Nambu S., Michiuchi M., Ishimoto Y., Asakura K., Inoue J., Koseki T.: *Transition in deformation behaviour of martensitic steel during large deformation under uniaxial tensile loading*. Scripta Materialia, 60. (2009) 221–224.  
<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2008.10.07>
- [8] Ghassemi-Armaki H., Chen P., Bhat S., Sadagopan S. Kumar S., Bower A.: *Microscale-calibrated modeling of the deformation response of low-carbon martensite*. Acta Materialia, 61. (2013) 640–6652.  
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.10.001>
- [9] Mine Y., Hirashita K., Takashima H., Matsuda M., Takashima K.: *Micro-tension behaviour of lath martensite structures of carbon steel*. Material Science and Engineering A, (2013) 535–544.  
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.09.099>

# Mikrofluidikai cella fejlesztése folyadékfázisú vékonyréteg-leválasztás nyomon követésére

## Development of microfluidic cell for liquid phase layer deposition tracking

Renkó József Bálint,<sup>1</sup> Bonyár Attila,<sup>2</sup> Szabó Péter János<sup>3</sup>

*Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Anyagtudomány és Technológia Tanszék, Budapest, Magyarország*

<sup>1</sup> [renko.jozsef@edu.bme.hu](mailto:renko.jozsef@edu.bme.hu)

<sup>2</sup> [bonyar@ett.bme.hu](mailto:bonyar@ett.bme.hu)

<sup>3</sup> [szpj@eik.bme.hu](mailto:szpj@eik.bme.hu)

### Abstract

This paper shows how microfluidic tools can be used for up-to-date microstructural investigations based on thin film deposition. The construction and production methods of such measuring procedures are introduced, and their application in ellipsometric investigations is shown. By using these tools, the researchers provide the possibility to observe and document the effects of certain fine structural processes in the development of the final microstructure. This paper describes two specific application areas of such microfluidics cells. Microfluidics cells can be used together with both optical microscopy and spectroscopic ellipsometry to understand previously unexplored microstructural changes.

**Keywords:** *microfluidics, material science, rapid prototyping, in situ material testing.*

### Összefoglalás

Cikkünkben azt mutatjuk be, hogyan használhatók korszerű, rétegépítésen alapuló mikroszerkezet-vizsgálathoz (pl. színes maratásra) a mikrofluidikai alapokon működő eszközök. Ismertetjük egy ilyen elven működő mérési elrendezés tervezési és előállítási módszereit, valamint bemutatjuk az elkészített vizsgálóegység felhasználhatóságát ellipszometriai vizsgálatok elvégzésére. Ezzel az eszközzel lehetőségünk nyílik egyes mikroszerkezeti folyamatoknak a szövetszerkezet-változásra gyakorolt hatását valós időben megfigyelni és dokumentálni. A cikk a mikrofluidikai cellák két alkalmazási területét mutatja be példákon keresztül. Ezek a mikrofluidikai cellák optikai mikroszkópiával párosítva, ill. spektroszkópiai ellipszometriával kombinálva is használhatók az eddig fel nem térképezett mikroszerkezeti változások megértéséhez.

**Kulcsszavak:** *mikrofluidika, anyagtudomány, gyorsprototípus-gyártás, in situ anyagvizsgálat.*

### 1. Bevezetés

A technológia fejlődésével jelentős javulásnak indult az előállítható anyagok minősége. Ezzel párhuzamosan egyre nagyobb lett az igény korszerű anyagvizsgálati módszerek kifejlesztésére [1]. A jelenleg használt gyártási és anyagvizsgálati módszerek egy része viszont a mai napig olyan

eljárásokat alkalmaz, amelyeknél a végbemenő jelenségek pontos fizikai háttere még nem vagy nem teljesen tisztázott.

Erre kiváló példa a maratási eljárások egy jelentős része, különösen a színes maratás. Az optikai mikroszkópos mikroszerkezeti vizsgálatoknál a maratás mindennapos vizsgálati módszernek számít, amely segítségével a szövetszerkezet elő-

hívható a csiszolt mintákon [2]. Gyakori alkalmazása ellenére számos marószernél a mai napig nem sikerült folyamatában feltárni a maratás során végbemenő mikroszerkezeti változásokat [3], holott kísérletek történtek a maratás során kialakult színek és egyes fémtani tulajdonságok közti összefüggések feltárására [4, 5].

A gyors prototípusgyártás egyre szélesebb körű elterjedésével, valamint a polimer alapanyagok fejlődésével egy új lehetőség jelent meg a mikroszerkezeti változások nyomon követésére. Az additív gyártási eljárások mára elérték azt a méretpontosságot, ami ahhoz szükséges, hogy akár néhány tizedmilliméter átmérőjű csatornákat is ki lehessen alakítani [6]. A megfelelő alapanyagok felhasználásával olyan mikrofluidikai cellák alkothatók meg, amelyekben a marószert zárt rendszerben, szabályozott körülmények között áramoltatható [7]. A mikrofluidikai cella kialakításától függően kombinálható a metallográfiában eddig is használt eszközökkel, mint például az optikai mikroszkóppal vagy a spektroszkópiai ellipszométerrel. Így a maratás folyamata nemcsak diszkrét időpillanatokban válik vizsgálhatóvá, hanem folyamatában is.

## 2. Kísérleti munka

### 2.1. Mikrofluidikai cellák tervezése

Munkánk során két különböző cella terveit készítettük el. A cellák tervezésénél ügyelni kell arra, hogy az elkészült rendszer beépíthető legyen a vele együtt használni kívánt berendezésbe. A geometria biztosítására a mintát be kellett ágyazni, hogy a geometriájától függetlenül vizsgálható legyen.

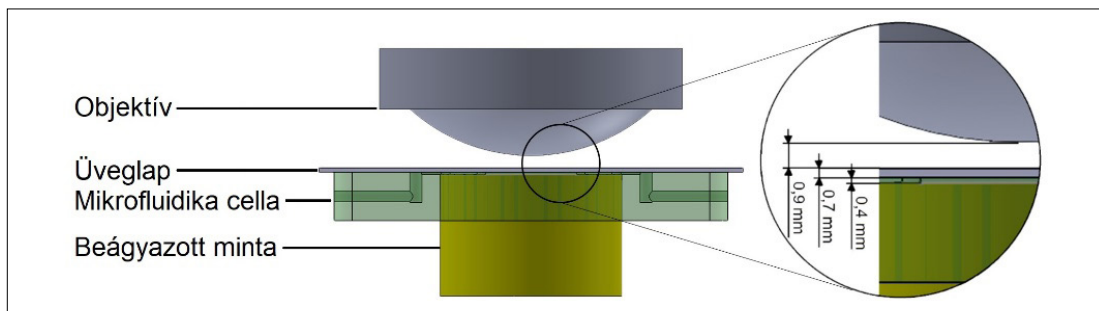
Az első mikrofluidikai cella úgy lett kialakítva, hogy az egy optikai mikroszkóppal kompatibilis legyen. Ezzel lehetőség nyílik a maratási, rétegépítési folyamatok valós idejű optikai nyomon követésére [8].

A nagyítás növelésével az objektív és a vizsgálandó minta felülete között egyre kisebb lesz a fókusz távolság, ezért a maximális felbontást már a tervezés során figyelembe kellett venni. A rendelkezésre álló Olympus BX51 típusú, LMPlan FI50/0.50 nagy fókusz távolságú objektívvel felszerelt fordított állású mikroszkóp esetében a maximális nagyításnál a fókusz távolság 3,6 mm. A marószert áramlását a kialakított csatorna rendszer biztosítja. Mivel az éles képhez megfelelő távolságot kell tartani a mikroszkóp objektívje és a vizsgált tárgy között, ezért a cellát az 1. ábrán látható módon üveglap zárja le. A tervezésnél figyelembe vett méretezési megfontolásokat szintén az 1. ábra mutatja. A kész eszközön kialakítottunk egy peremet a minta és a cella találkozásánál, amely a minta cseréjét könnyíti meg (2. ábra).

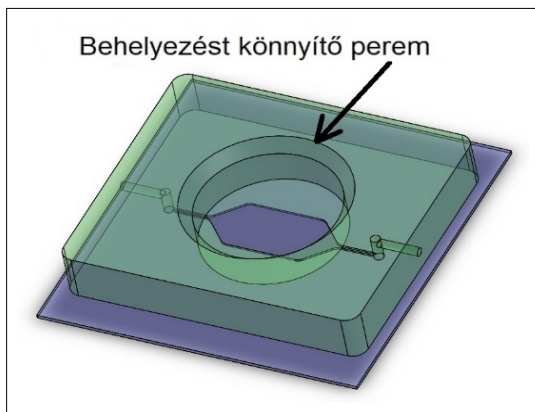
A második mikrofluidikai cellát kifejezetten spektroszkópiai ellipszométerhez alakítottuk ki. Az ellipszometriával lehetőségünk nyílik nanométeres pontossággal mérni a felületi rétegvastagságot, vizsgálni az optikai törésmutatót, a homogenitást vagy akár a felületi érdességet [9].

Az ellipszometria különösen érzékeny a határfelületeken fellépő fénytörésre, ezért a cellát úgy kell kialakítani, hogy a vizsgálandó használt fénysugár minden átlépő határfelületen merőlegesen haladjon keresztül, egészen a minta felületéig, így biztosítva a maximális fényintenzitást és az alacsony zajszintet. Figyelembe kellett továbbá venni, hogy a rendelkezésre álló, Woollam M-2000DI típusú spektroszkópiai ellipszométer esetén a fénysugár az adóból kilépve megközelítőleg 3 mm átmérőjű, ami a minta felületére érve a tizedére csökken (3. ábra).

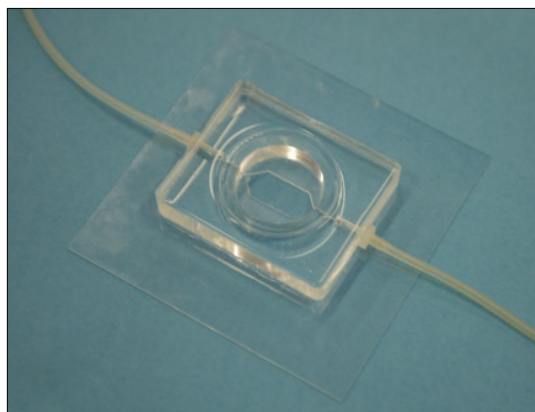
A minta cellában történő rögzítése esetén ezért ki kell alakítani egy olyan mozgatómechanizmust, ami lehetővé teszi, hogy a fénysugár a vizsgálandó felület bármely pontjára fókuszálható legyen. A mikrofluidikai cellát ezért nem egy, hanem két, egymáson elcsúsztható félből kell kialakítani.



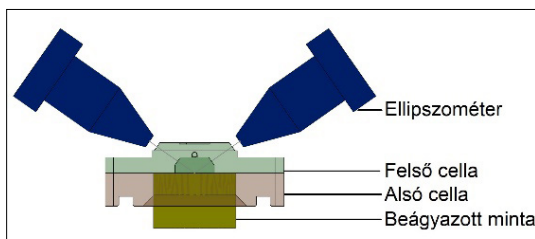
1. ábra. Az optikai mikroszkóppal használható mikrofluidikai cella vizsgálat szempontjából fontosabb méretei



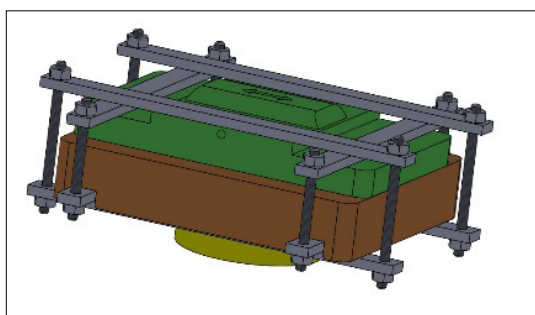
**2. ábra.** Az optikai mikroszkóppal használható mikrofluidikai cella tervezett kialakítása



**5. ábra.** Legyártott, optikai mikroszkóppal használható mikrofluidikai cella a hozzácsatlakoztatott szilikonszövekkel



**3. ábra.** Ellipszométerrel használható mikrofluidikai cella tervezett kialakítása



**4. ábra.** Ellipszométerrel használható mikrofluidikai cellát rögzítő eszköz

A felső cellafél biztosítja a marószér áramlását és a vizsgálathoz szükséges beesési szögeket, míg az alsó cellafél a minta rögzítését és pozicionálását hivatott megoldani. A két cellafél a **4. ábrán** látható módon rögzíthető egymáshoz.

## 2.2. Mikrofluidikai cellák gyártása

A mikrofluidikai cellák gyártásához kémiailag inert, átlátszó anyagot kell választani, amely nem lép reakcióba sem a mintával, sem a marószerral, továbbá képes a fényt átengedni. Alapanyagnak

poli(dimetil-sziloxán)-t (PDMS) választottunk, amely a mikrofluidikai cellák gyártásánál már jól bevált anyag. A PDMS monomerjét 10:1 arányban keverve a reagenssel, a nagy viszkozitású keverékben megindul a térhálósodás. A keverék öntőformába töltése után kemencében, 100 °C-on kell hőkezelnie 60 percig. Az öntőformák mindkét cella esetében Objet Eden 250 típusú 3D-s nyomtatóval készültek.

Az optikai mikroszkóppal használható cella alsó felét koronakisüléssel hozzárögzítjük egy üveglaphoz, így zárva le a cellát. A kötés megerősítésére, a kész cellát az üveglaphoz préselve, további 30 percig 60 °C-on, kemencében hűn tartjuk. Az így kialakított cella belső csatornájának térfogata 205 mm<sup>3</sup> (a mintadarabbal lezárva) (**5. ábra**).

Az ellipszométerhez gyártott cella esetében az üveglap nem biztosítaná a fény merőleges be- és kilépési szögét, így a cella alsó és felső részét is PDMS öntésével kell elkészíteni. Ezek a **4. ábrán** már bemutatott módon rögzíthetők egymáshoz. A cella belső csatornájának térfogata ebben az esetben 851 mm<sup>3</sup>.

## 3. A mikrofluidikai cellák használata

A cella be- és kimeneti nyílásai szilikonszövekkel csatlakoztathatók a lamináris áramlást biztosító fecskendőpumpához. Az így kialakított berendezés alkalmas arra, hogy a maratás teljes időtartama alatt különböző eszközökkel kövessük nyomon a minta felületén lejátszódó folyamatokat. A technika az első cella esetében a digitális képrögzítést, a második cella esetében pedig a minta felületén a rétegnövekedés okozta interferencia-változás rögzítését teszi lehetővé.



Bár a mikrofluidikai rendszerek használata kiszélesíti a mikroszerkezet-vizsgálat lehetőségeit, a rendszer korlátait sem szabad figyelmen kívül hagyni. Mikroszkópos vizsgálatoknál a használt objektív fókuszávolsága miatt a nagyítás mértéke nem növelhető korlátlanul. A nagyítás korláta miatt vizsgálható legkisebb szemcseméret megközelítőleg 3–5  $\mu\text{m}$ . Az ellipszometriához fejlesztett cella esetében pedig a fény útjának biztosítására a cella belső csatornáinak méretei kötöttek, így mérés előtt a teljes térfogatot fel kell tölteni a használni kívánt marószerezrel. Mivel a mikrofluidikai rendszer feltöltése időt vesz igénybe, ezért a maratás kezdeti szakasza nem rögzíthető.

#### 4. Következtetések

Mikrofluidikai rendszerek használatával lehetőség nyílik in situ mikroszerkezeti vizsgálatok elvégzésére, amelyekkel a maratási, illetve vékonyréteg-növesztési folyamatok nyomonkövetésége jelentős mértékben javulhat. A technológia nyilvánvaló hátrányai ellenére is kiválóan alkalmazható a mikroszerkezeti vizsgálatokra alkalmas berendezésekkel. A zárt rendszerének köszönhetően pedig biztonságosan alkalmazható akár korróziós, akár maratási, akár rétegpülést vizsgáló eljárásokban.

#### Köszönetnyilvánítás

A kutatás az Emberi Erőforrások Minisztériuma ÚNKP-18-3-I-BME-266 kódszámú Új Nemzeti Kiválóság Programjának támogatásával készült.

A publikáció az Emberi Erőforrások Minisztériuma NTP-SZKOLL-19-066 kódszámú Nemzeti Tehetség Program pályázatának támogatásával valósult meg.

#### Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Leuders S., Thöne M., Riemer A., Niendorf T., Tröster T., Richard H. A., Maier H. J.: *On the Mechanical Behaviour of Titanium Alloy TiAl6V4 Manufactured by Selective Laser Melting: Fatigue Resistance and Crack Growth Performance*. International Journal of Fatigue, 48. (2013) 300–307. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2012.11.011>.
- [2] Beraha E.: *New Metallographic Reagents for Stainless Steel and Heat-Resisting Alloys*. J. Iron Steel Inst., March (1966), 248–251.
- [3] Schaberger E., Grote F., Schievenbusch A.: *Colour Etching and Coloured Image Analysis – A Way of Characterising the Microstructures of Innovative Cast Materials*. Praktische Metallographie/Practical Metallography, 37. (2000) 419–434.
- [4] Bonyár A., Szabó P. J.: *Correlation Between the Grain Orientation Dependence of Color Etching and Chemical Etching*. Microscopy and Microanalysis, 18/6. (2012) 1389–1392. <https://doi.org/10.1017/S1431927612013554>
- [5] Szabó P. J., Bonyár A.: *Effect of Grain Orientation on Chemical Etching*. Micron, 43/2–3. (2012) 349–351. <https://doi.org/10.1016/j.micron.2011.09.015>
- [6] Takagishi K., Umezumi S.: *Development of the Improving Process for the 3D Printed Structure*. Scientific Reports, 7. (2017) art. 39852. <https://doi.org/10.1038/srep39852>
- [7] Bonyár A., Sántha H., Ring B., Varga M., Kovács J. G., Harsányi G.: *3D Rapid Prototyping Technology (RPT) As a Powerful Tool in Microfluidic Development*. Procedia Engineering, 5. (2010) 291–294.
- [8] Bonyár A., Renkó J., Kovács D., Szabó P. J.: *Understanding the Mechanism of Beraha-I Type Color Etching: Determination of The Orientation Dependent Etch Rate, Layer Refractive Index and a Method for Quantifying the Angle Between Surface Normal and the <100>, <111> Directions for Individual Grains*. Materials Characterization, 156. (2019) 109844. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2019.109844>
- [9] Fodor B., Defforge T., Agócs E., Fried M., Gautier G., Petrik P.: *Spectroscopic Ellipsometry of Columnar Porous Si Thin Films and Si Nanowires*. Applied Surface Science, 421. Part B (2017) 397–404. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2016.12.063>

# Törött ortopédiai implantátumok károsodásanalízise

## Failure analysis of broken orthopedic implants

Simon Ágota,<sup>1</sup> Asztalos Lilla<sup>2</sup>

*Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Anyagtudomány és Technológiai Tanszék, Budapest, Magyarország*

<sup>1</sup> [simon\\_agota@yahoo.com](mailto:simon_agota@yahoo.com)

<sup>2</sup> [lilla@eik.bme.hu](mailto:lilla@eik.bme.hu)

---

### Abstract

Joint implants and fixings are subject to many stresses throughout their life cycle. Despite careful design, material selection, manufacturing technology and proper surgical technology, implant damage and, in extreme cases, fracture can occur. Investigation of injuries is important from the perspective of the patient, the care provider and the manufacturer, among other things, by exploring the cause of the fracture to prevent similar cases. In the present study we performed failure analysis of a hip implant and a bone fixation plate. Fracture surfaces, material composition, material structure and hardness were also investigated. Based on the work done, we determined what might have led to the fracture in both cases.

**Keywords:** *hip implant, bone fixation, fracture, damage analysis.*

### Összefoglalás

Az ízületi implantátumokat és rögzítőket életciklusuk alatt számos igénybevétel éri. A körültekintő tervezés, anyagválasztás, gyártástechnológia és megfelelő műtéti technológia ellenére is bekövetkezhet az implantátum károsodása, szélsőséges esetben pedig akár a törése is. A káresetek kivizsgálása a beteg, a kezelést végző intézmény és a gyártó szemszögéből is fontos, többek között azért, hogy a törés indokának feltárásával megelőzhető a hasonló esetek. Jelen kutatómunkában egy csípőimplantátum és egy csont rögzítő lemez károsodásanalízisét végeztük el. Vizsgáltuk a töretfelületeket, az anyagösszetételt, az anyagszerkezetet és a keménységet is. Az elvégzett munka alapján meghatároztuk, hogy mi vezethetett mindkét esetben a töréshez.

**Kulcsszavak:** *csípőimplantátum, csont rögzítő, törés, károsodásanalízis.*

---

## 1. Bevezetés

Napjaink gyakori betegségeként tarthatóak számon az ízületeket érintő megbetegedések, ilyenek a kor előrehaladtával járó csontsűrűség-csökkenés és a kopásos betegség. A csontsűrűség-csökkenés következménye lehet a csont törése, a kopásos betegség a test vertikális helyzetéből adódóan a csigolyákat és a csípőízületeket érinti elsősorban. A combcsont feje és a vápa belső felszíne maga az ízületi porc, amely lehetővé teszi, hogy a két csont felszíne egymáson sérülésmentesen csússzon. Az ízületet izmok és inak tartják stabilan [1, 2].

Az előrehaladott állapotú csípőízület-betegsé-

gek leghatékonyabb kezelési módja a teljes ízületi pótlás csípőimplantátummal. Ezek az implantátumok készülhetnek különböző anyagokból, és a beültetésük módja is eltérő lehet. A kor és a beteg életvitele fogja leginkább meghatározni azt, hogy az orvos milyen technikát és implantátumot választ a beteg számára [1, 2].

Abban az esetben, ha combcsonttörést szenvedett el, más eszköz szükséges a csont és az ízület helyreállításához. Ilyenkor csont rögzítő lemezt alkalmaznak. A lemezt csavarok segítségével rögzítik a törött csont részletekhez. Ebben az esetben a csavarozás módja lehet kompressziós, illetve semleges [3].

## 1.1. Az implantátumok károsodása

Az ortopédiai implantátumok várható élettartama akár 30 év is lehet, viszont a csípőimplantátumok esetében a vápabetét és a moduláris fej kopása, valamint az implantátum kilazulásának megelőzése vagy kezelése miatt ennél rövidebb idő után, 10–15 évente az implantátumok cseréje vagy más néven revíziója szükséges [4–7].

Az implantátumok a beültetést követően különféle hatásoknak vannak kitéve, mint például a mechanikai igénybevétel, súrlódás, de akár a műtéti beavatkozás során is lehetnek olyan tényezők, amelyek az implantátum élettartamát csökkentik. Ezekben az esetekben akár már néhány éven belül a páciens panaszokkal térhet vissza a kezelőorvoshoz. A csontsűrűség csökkenése is tényezőként hathat a protézis károsodására, mivel a csont szerkezete már nem képes az implantátum stabilitását megtartani [5].

A beültetés sikerességét befolyásolja a műtéti technika, hogy megfelelő szögben és mértékben történt-e a rögzítés. Magán az implantátumon és a műtéti beavatkozáson túl a beteg is fontos szerepet kap az implantátum állapotának a megőrzésében, be kell tartania a gyártó és az orvos által előírtakat [4, 6]. Vannak esetek, amikor a beteget ért baleset áll a károsodás hátterében, de akár a hosszabb ideig tartó, nagyobb mértékű terhelés is lehet kiváltó ok. Ilyen eset például az ellentétes csípő fájdalma, az ebből következő helytelen járásminta [7, 8].

A károsodási típusok általában a törés, kopás, lazulás és a ficam is [4–8]. Ezek közül a legsúlyosabb eset, amely a beteg életminőségét a leginkább befolyásolja, a törés. Annak kiderítésére, hogy mi állt a törés hátterében, a károsodott mintákon károsodásanalízist kell elvégezni.

## 1.2. Törött implantátumok károsodásanalízise

Mivel a károsodás a beteg életminőségének jelentős romlásával járhat, minden esetet érdemes kivizsgálni. A szakirodalomban is számos cikk közöl esettanulmányokat [4–8], de a csípőimplantátumok igénybevételeinek végeselemes modellezésével [9] is igyekeznek a témát minél pontosabban körbejárni. A legtöbb cikk az orvosi oldalt helyezi előtérbe, viszont a károsodott fém metallográfiai és korróziós tulajdonságait tárgyaló cikkeket is lehet találni [10, 11].

A BME Anyagtudomány és Technológia Tanszéken az elmúlt években több törött csípőimplantátum károsodásának kivizsgálását végezték el. Jelen kutatásunk alapjául is ezek a mérések szolgáltak,

és a szakirodalomban talált módszereket alkalmazva állítottunk össze egy vizsgálati protokollt a káresetek feltárására.

## 2. Módszerek

Kutatásunk célja két törött implantátum károsodáselemzésének elvégzése, a károsodás okának feltárása. Az egyik vizsgált implantátum egy csípőprotézis (1. ábra), amely a szári részén tört el, a másik eszköz pedig egy csont rögzítő lemez (2. ábra). Ez utóbbi esetében a rögzítőcsavarok is rendelkezésre álltak, amelyekeken ugyan törésnyomokat makroszkopikusan nem detektáltunk, de a káreset teljes körű kiértékelése érdekében ezeket is megvizsgáltuk.

### 2.1. Minta-előkészítés

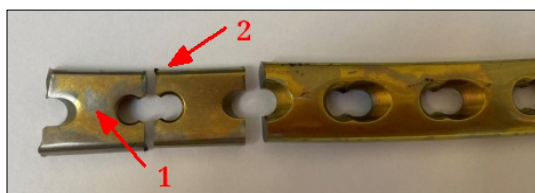
A károsodott implantátumokról a beérkezési állapotában makroszkopikus felvételeket készítettünk, ezt követte egy ultrahangos tisztítás. Ahhoz, hogy az implantátum töretfelületeit megfelelően tudjuk kivizsgálni, az implantátumokat feldaraboltuk, a törésvonaltól 10 mm távolságban. Hogy az anyag keménységét és szövetszerkezetét is vizsgálni tudjuk, a törésvonallal párhuzamosan további szeleteket vágunk ki (3. ábra).



1. ábra. A vizsgált csípőimplantátum disztális vége



2. ábra. A vizsgált csont rögzítő lemez disztális vége



3. ábra. A csont rögzítő lemez disztális része a darabolást követően. A töretfelületet tartalmazó szelét 1-es, a metallográfiai és keménységmérési vizsgálatokhoz használt darab 2-es számmal jelölve

## 2.2. Fraktográfia

Fraktográfia alatt a töretfelületek elemzését értjük. Az eltávolított töretfelületekről sztereomikroszkóppal (Olympus SZX16) készítettünk felvételeket különböző nagyításokban. A kis nagyítás és az optikai mikroszkópokra jellemző kis mélységesség miatt ezekkel a vizsgálatokkal a törés pontos oka nem megállapítható.

A töretfelületekről ezután pásztázó elektronmikroszkóp (Zeiss EVO MA 10) segítségével készítettünk nagyobb nagyítású felvételeket. A töretfelületek peremét végigpásztázva, a felületről induló repedésvonalakat, valamint anyagfolytonossági hiányokat kerestünk, amelyek szerepet játszhattak a károsodásban.

## 2.3. Metallográfia

A metallográfiai vizsgálatok célja az implantátumanyag szövetszerkezetének elemzése. A mérések elvégzéséhez a minta-előkészítés során ismertetett módon eltávolított darabokat beágyaztuk, majd csiszoltuk és políroztuk. A polírozott felületekről fémmikroszkóppal készítettünk felvételeket, amelyen a jellegzetes mikroszerkezeti sajátosságok (kiválások) láthatók. A polírozott minták maratásával a szövetszerkezet is láthatóvá válik. A lemez és a rögzítőcsavar esetében Kroll-féle reagenst (92 mL H<sub>2</sub>O, 6 mL HNO<sub>3</sub>, 2 mL HF), a csípőimplantátum esetében pedig sósavat használtunk. A mikroszkópos képek segítségével megállapítható az átlagos szemcseméret és a szemcseszerkezet homogenitása is.

## 2.4. Anyagösszetétel-elemzés

Mind a töretfelületen, mind az elkészített csiszolatokon anyagösszetételi elemzést végeztünk energiadiszperzív röntgenspektrometriával (Edax Metek Elect Plus készülékkel). Az anyagösszetétel-vizsgálatokkal azonosítani tudjuk az implantátumok anyagát, valamint összehasonlíthatjuk az értékeket a szabványban előírtakkal. A korábbi vizsgálatok során azonosított kiválások és zárványok anyagösszetételét is elemezni tudjuk ezzel a módszerrel.

## 2.5. Keménységmérés

A jelenlegi kutatásban vizsgált káresetek kivizsgálásának utolsó lépése az implantátumanyag keménységvizsgálata. A metallográfiai vizsgálat-hoz elkészített próbatesteken HV1-es keménységmérést végeztünk (Bühler 1105 berendezéssel), a minták felületén kereszt- és hosszirányban, a minta széléről indulva 1 mm-es lépésközzel. A keménységeredmények szintén összevethetők

a szabványban előírtakkal, továbbá a teljes keresztmetszeten végzett méréssel az esetleges inhomogenitások is észrevehetőek.

## 3. Eredmények

### 3.1. Szemrevételezés és fraktográfia

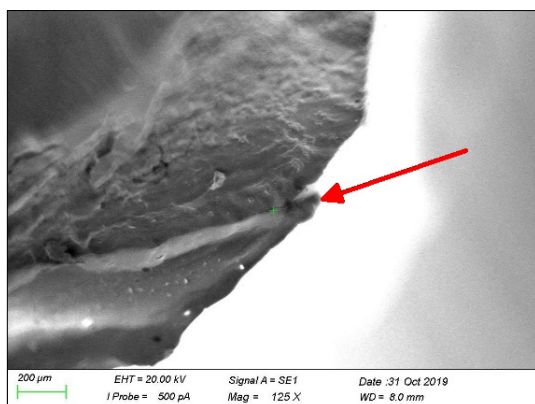
A szemrevételezés eredményeként jól láthatóak voltak az implantátumok felületein a kisebb-nagyobb felszíni karcolások, sérülések. Ezek feltehetően az eltávolítás során keletkeztek, és nem függenek össze a károsodással. A lemez esetében szembetűnő volt az eloxált rétegnek a kopása (2. 3. ábra).

A sztereomikroszkóppal végzett makrofraktográfiai vizsgálat eredményeként jól lehetett látni a fáradásos törés jellemzőit. A töretfelületen csontkérgi maradványok nem voltak beékelődve. A rögzítőlemez esetében a csavarmenetből kiinduló repedésvonalakat lehetett észrevenni (4. ábra). A száraz felületéből feltételezhető, hogy a törés egy hosszabb folyamat volt, a két szár nem egy időben tört el. A lemez egyik szárfelületén képlékeny alakváltozás látható, amely az anyag hosszabb ideig tartó egymáshoz ütődéséből származik, míg a másik szárrészen a fáradásos törésre jellemző repedésterjedés nem látható, sokkal inkább rideg törésre utal (5. ábra).

A protézis esetében a törésfelületen több repedést lehetett észrevenni, amelyek a felszínre futottak (6. ábra). Ebben az esetben is a fáradásos törés jellemzőit véltük felfedezni.

### 3.2. Metallográfiai vizsgálat

A lemez metallográfiai vizsgálatával megállapítottuk, hogy finomszemcsés, homogén szemcseszerkezete van, és a finom kiválások eloszlása



4. ábra. A csont rögzítő lemez törésfelületei pásztázó elektronmikroszkóppal készített felvételen

egyenletesen diszperz (7. *ábra*). A lemezt rögzítő csavart is alávettük metallográfiai vizsgálatnak. A szemcseszerkezet megegyezett a lemez szerkezetével.

A csípőimplantátum szemcseszerkezete dendrites volt, amely a repedések terjedésének kedvezni képes (8. *ábra*). Az elektronmikroszkópos felvételeken megfigyeltük, hogy a repedésterjedési vonalak a dendritágak között futottak.

Anyagösszetétel szempontjából a rögzítőlemez és a hozzá tartozó csavar Ti-Al-Nb-ötvözetből, a csípőimplantátum pedig kobalt-króm ötvözetből készült.

A keménységmérés során nem kaptunk egyik implantátum esetében sem kiugró értékeket. A lemez esetében az értékek a 300 HV1 körüli tartományba estek. A mérések átlaga 300,5 HV1 volt, amely megfelel a vonatkozó szabvány (ISO 5832-11) értékének (32 HRC = 300 HV). A lemezhez tar-

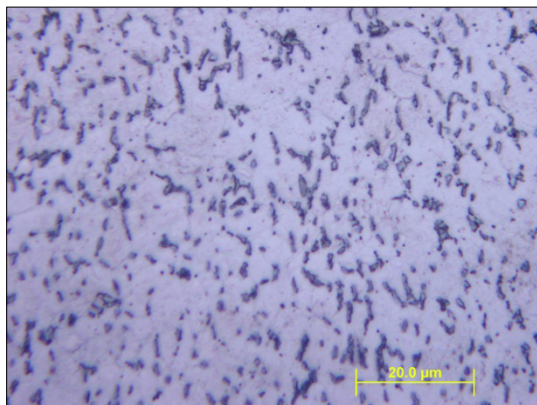
tozó csavar keménységértékei 305,6 és 316,9 HV1 értékek között mozogtak, átlaga 309,62 HV1 volt. A csípőprotézis értékei 303,2–348,9 HV1 értékek között voltak. Átlaga 327,75 HV1 volt, amely szintén megfelelt a szabványban (ISO 5832-4) előírt értéknek (33 HRC = 311 HV).

#### 4. Következtetések

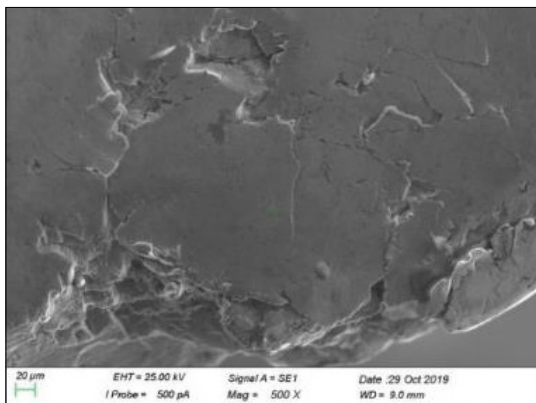
A rögzítőlemez esetében a törést elindító repedések a csavarfelületről származtak. A törétfelület fraktográfiai értékeléséből arra lehet következtetni, hogy a két része nem egy időben tört el, mivel az egyik száron nagymértékű képlékeny alakváltozást lehetett megfigyelni, ami betudható a törétfelületek repedésterjedés közbeni folyamatos egymásnak ütközésének. A törést kiváltó ok lehetett egy csontdarabka által kiváltott karcolás, de akár a csavar túlzott befestítése is. A csípőimplantátum esetében a törést kiváltó ok ismeretlen,



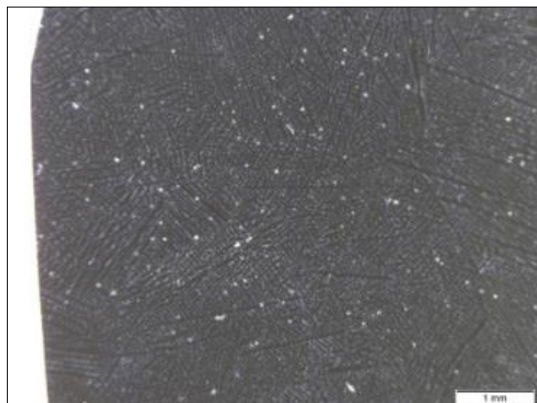
5. *ábra*. A csont rögzítő lemez törésfelületei sztereomikroszkóppal készített felvételen



7. *ábra*. A csont rögzítő lemez mikroszerkezete, polírozott állapotú csiszolaton, finom, diszperz kiválásokkal



6. *ábra*. A protézis törésfelülete elektronmikroszkóppal (jól láthatók a felszínre futó repedések)



8. *ábra*. A csípőimplantátum szárának dendrites szerkezete

de a fáradásos törési károsodás a legvalószínűbb. A felületen észlelt repedések a kiindulási pontjai lehetnek a törésnek. A műtéti beavatkozás közben is sérülhetett a felület, amely hosszú távon, az itt végbement repedésképződés utáni fáradásos repedésterjedéssel az implantátum törését okozta.

A vizsgált eszközök anyagösszetétele és keménysége megfelelt a szabványokban előírtaknak, viszont kutatásunk olyan tényezőket tárt fel (pl. a diszperz kiválások), amelyek jelentősen növelik az implantátum anyagának szilárdságát.

### Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Sargeant A. et al.: *Hip implants: Paper V. Physiological effects*. Materials & Design, 27/4. (2006) 287–307.  
<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2004.10.028>
- [2] Derar H. et al.: *Recent Patents and Designs on Hip Replacement Prostheses*. The Open Biomedical Engineering Journal, 9. (2015) 92–102.  
<https://doi.org/10.2174/1874120701509010092>
- [3] Krettek C. et al.: *Evolution of Minimally Invasive Plate Osteosynthesis (MIPO) in the femur*. International Journal of the Care of the Injured, 32/3. (2001) 14–23.  
[https://doi.org/10.1016/S0020-1383\(01\)00180-2](https://doi.org/10.1016/S0020-1383(01)00180-2)
- [4] Martens M. et al.: *Factors in the Mechanical Failure of the Femoral Component in Total Hip Prosthesis: Report of Six Fatigue Fractures of the Femoral Stern and Results of Experimental Loading Tests*. Acta Orthopaedica Scandinavica, 45/5. (1974) 693–710.  
<https://doi.org/10.3109/17453677408989679>
- [5] Carlsson A. S., et al.: *Fracture of the femoral prosthesis in total hip replacement according to Charnley*. Acta Orthopaedica Scandinavica, 48/6. (1977) 650–655.  
<https://doi.org/10.3109/17453677708994812>
- [6] Collins D. K. et al.: *Femoral stem failure in total hip replacement*. Journal of Bone and Joint Surgery A, 69/8. (1977) 1033–1041.
- [7] Wilson L. F. et al.: *Fracture of the femoral stem of the ring TCH hip prosthesis*. Journal of Bone and Joint Surgery B, 74/5. (1992) 725–728.  
<https://doi.org/10.1302/0301-620X.74B5.1527122>
- [8] Lizano-Diez X. et al.: *Fracture of the femoral component after a lightning strike injury: A case report*. Acta Orthopaedica et Traumatologica Turcica, 51/1. (2017) 84–87.  
<https://doi.org/10.1016/j.aott.2015.04.001>
- [9] Srimongkol S.: *A review of mathematical modeling in total hip replacement*. International Mathematical Forum, 7/52. (2012) 2561–2569.
- [10] Godec M.: *Material failure of an AISI 316L stainless steel hip prosthesis*. Materiali in Tehnologije, 45/2. (2011) 85–90.  
<http://mit.imt.si/izvodi/mit112/godec.pdf>
- [11] Collier J. P. et al.: *Corrosion between the components of modular femoral hip prostheses*. Journal of Bone and Joint Surgery B, 74/4. (1992) 511–517.  
<https://doi.org/10.1302/0301-620X.74B4.1624507>

# A hőkezelés hatása duplex acél hegesztési varratának szövetszerkezetére

## Effect of heat treatment on the microstructure of duplex stainless steel welds

Tolnai Ferenc,<sup>1</sup> Varbai Balázs<sup>2</sup>

*Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Anyagtudomány és Technológia Tanszék, Budapest, Magyarország*

<sup>1</sup> [ferenctolnai1@gmail.com](mailto:ferenctolnai1@gmail.com)

<sup>2</sup> [varbai@eik.bme.hu](mailto:varbai@eik.bme.hu)

### Abstract

Duplex stainless steels (DSS) are gaining in popularity due to their characteristic features, excellent mechanical properties, and corrosion resistance. The microstructure of DSSs consists of ferrite up to 50 %, and the rest is built up from austenite. The ferritic microstructure can cause chromium-nitride precipitation because the nitrogen solubility in the ferrite phase is very low below 700 °C. Our research showed that electrochemical etching is an acceptable process for revealing chromium-nitrides. Additionally, our research points out that chromium-nitride acts as a secondary austenite nucleation site.

**Keywords:** *heat treatment, duplex stainless steels, austenite, electrochemical etching, nitrogen.*

### Összefoglalás

A duplex acélok szövetszerkezete általában 50% ferritből, a fennmaradó rész pedig ausztenitből épül fel. A ferrit fázisban 700 °C alatt jelentősen csökken az ötvözőként használt nitrogén oldhatósága, ami króm-nitrid-kiválásokat okoz. Kutatásaink során azt találtuk, hogy elektrokémiai maratással kimutathatók a króm-nitrid-kiválások. További eredményként azt kaptuk, hogy a nitridkiválások a szekunder ausztenit nukleációs helyeként működnek.

**Kulcsszavak:** *hőkezelés, duplex acél, ausztenit, ferrit, elektrokémiai maratás.*

### 1. Bevezetés

A duplex korrózióálló acélok a korrózióálló acélok családján belül nagy szilárdságú alternatívát nyújtanak a tervezőmérnökök számára. A duplex acélok hegesztése azonban rendkívüli figyelmet és a technológiai változók pontos betartását igényli a számos lehetséges nemegyensúlyi átalakulás lehetősége miatt [1, 2]. A megfelelő, 1:1-es ausztenit ( $\gamma$ ) per ferrit ( $\delta$ ) fázisarány és ötvözőtartalom megtartása érdekében a duplex acélok hegesztéséhez általában nikkellel túlvöztött hozaganyag vagy nitrogéntartalmú védőgáz ajánlott [3–4].

A duplex acélokat nitrogénnel (N) is ötvözik, mivel a N ausztenitképző, és jobban oldódik az ausztenitben, mint a ferritben [5]. Ezért, amikor a delta-ferrites szövetszerkezetű acél 1100 °C-ról hűl, a delta-ferrit nitrogénben túltelítetté válik, ami króm-nitrid-kiválásokat eredményez ( $\text{Cr}_2\text{N}$ ). A kémiai összetétel, a hűlési sebesség és a ferritszemcsék mérete olyan tényezők, amelyek meghatározzák, hogy mely kiválások jelennek meg. A nitrogéntartalmú védőgáznak is nagy szerepe van az ausztenit fázis kialakulásának megkönnyítésében, így kevesebb nitrogén marad a ferrit fázisban, és kevesebb  $\text{Cr}_2\text{N}$  képződik.

A szekunder ausztenit ( $\gamma_2$ ) gyorsan kialakul különböző hőmérséklettől függő mechanizmusok révén [6]. 600 és 800 °C közötti hőmérsékleten, ahol a diffúzió gyorsabb, Widmannstätten típusú ausztenitzemcsék alakulnak ki [6]. Bár a  $\gamma_2$ -fázis N-tartalma nagyobb, mint a ferrité, a Cr- és Ni-tartalma lényegében a ferritből képződött ausztenité alatt marad [6]. A 700–900 °C hőmérsékleti tartományban jelenik meg a  $\gamma_2$  egy másik változata, a  $\delta/\gamma$  fázishatáron, amely Cr-tartalmát tekintve szegényebb [6]. Jelen kutatásunkban a króm-nitrid és a szekunder ausztenit fázisok kialakulását vizsgáltuk, hozaganyag nélkül végzett TIG-hegesztés és a hegesztést követő hőkezelés esetén.

## 2. Anyagok és kísérleti módszerek

### 2.1. Felhasznált alapanyagok

A felhasznált alapanyag a volfrámelektrodás ívhegesztéshez (TIG-hegesztés) és a hőkezeléshez egyaránt hagyományos, X2CrNiMoN22-5-3 (1.4462) duplex acél volt, 6 mm vastagságú lemez formájában. A gyártó által megadott kémiai összetétel az **1. táblázat**ban látható.

**1. táblázat.** Az 1.4462 acél kémiai összetétele a gyártó adatlapja alapján (%).

Cr	Ni	Mn	Mo	N	C
22,21	5,76	1,36	3,14	0,164	0,02
Si	Cu	S	P	Fe	
0,38	0,30	0,001	0,027	bal.	

### 2.2. TIG-hegesztési és hőkezelési kísérletek

Az egysoros tompakötéseket TIG-hegesztéssel készítettük el 200×50×6 mm-es mintákon, PA (vízszintes) helyzetben, egy egyedi hegesztőautomatával, hozaganyag nélkül. Háromféle ívenergiát alkalmaztunk: 0,25 kJ/mm, 0,84 kJ/mm és 1,57 kJ/mm. Ezek az ívenergiák a duplex acélok ívhegesztéséhez ajánlott 0,5–2,5 kJ/mm tartományba [7] esnek. Az ívenergiát a hőbevitelhez hasonlóan számítottuk, de a termikus határfok 1,0 volt. Védőgázként tisztá argont (Ar) vagy 6% nitrogéntartalmú védőgázkeveréket (Ar+6N<sub>2</sub>) használtunk. A hegesztési folyamat során használt volfrámelektroda 2% tórium-oxid adalékolású volt, 3,2 mm átmérőben, 40°-os kúpszöggel. A hegesztőautomata az ívhosszt állandó 2 mm-en tartotta minden esetben. A védőgáz áramlási sebessége minden esetben 10 L/min volt. A hőkezelést sóolvadékban (50% NaCl + 50% KCl) végeztük 800 °C hőmérsékleten

10 percig. A hőkezelést csak az argon védőgázzal hegesztett kötéseknel végeztük el. A hőkezelési hőmérséklet és időtartam kiválasztásának oka az volt, hogy megfigyeljük a  $\gamma_2$  fázis kialakulását a ferrites szövetszerkezetben.

## 2.3. Kiértékelési módszerek

### 2.3.1. Metallográfiai vizsgálat

A metallográfiai vizsgálatra szánt mintákat gyémántkoronggal vágtuk, állandó hűtés mellett, a hegesztett varratból. Vágás után a mintákat 4000-es finomságú csiszolópapíron csiszoltuk, majd 3 µm-es gyémántszuszpenzióval políroztuk. Az ausztenit és ferrit fázisok kimutatására metallográfiai [8] vagy mágneses [9] vizsgálatok alkalmazhatók. Az ausztenit és ferrit fázisok kimutatására Beraha-2 marószert (85 mL H<sub>2</sub>O + 15 mL HCl + 1 g K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) használtunk, amely színes maratásra alkalmas. A maratott csiszolatokról készített felvételeken a ferrit sötéten jelenik meg, az ausztenit pedig világos marad. A lehetséges Cr<sub>2</sub>N-kiválás kimutatása érdekében elektrokémiai maratást végeztünk az MSZ EN ISO 17781:2017 szabvány szerint. A hegesztett mintákat 15%-os oxálsavban marattuk, 10 V feszültség mellett, 10 másodpercig, amely maratási eljárás az említett szabvány szerint alkalmas a nitridkiválás kimutatására. Az oxálsavas maratást külföldi kutatók sikeresen alkalmazták korábban a ferritben lévő karbid- és nitridkiválás kimutatására [10, 11], ezért mi is ezt az elektrokémiai maratási eljárást alkalmaztuk. A szövetszerkezet vizsgálatát Olympus PMG-3 optikai mikroszkóppal végeztük. A ferrittartalom mérését a maratott mintákról mikroszkóppal készített szövetszerkezeti képeken végeztük el, képelemző szoftverrel, területválasztáson alapuló módszerrel.

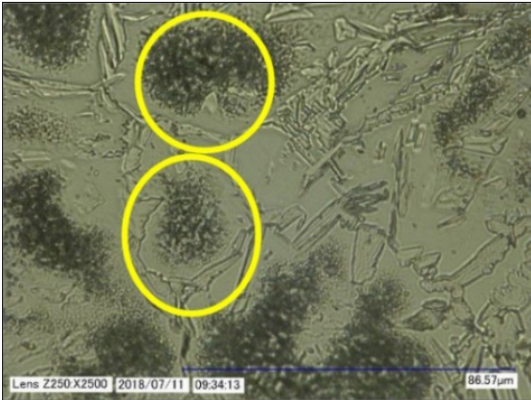
## 3. Eredmények és értékelésük

### 3.1. A szövetszerkezet az elektrokémiai maratás után

Az **1. ábrán** az oxálsavas elektrokémiai maratást követő szövetszerkezeti felvétel látható a 0,25 kJ/mm ívenergiával és argon védőgázzal hegesztett minta hőhatásövezetéről. Az ábrát elemezve látható, hogy az oxálsavas elektrokémiai maratás valóban alkalmas a ferritzemcsén belül elhelyezkedő kiválás kimutatására, melyek valószínűsíthetően króm-nitridek.

Az oxálsavas elektrokémiai maratást követő felvételeken látható szövetszerkezet a külföldi szakirodalomban található eredményekkel

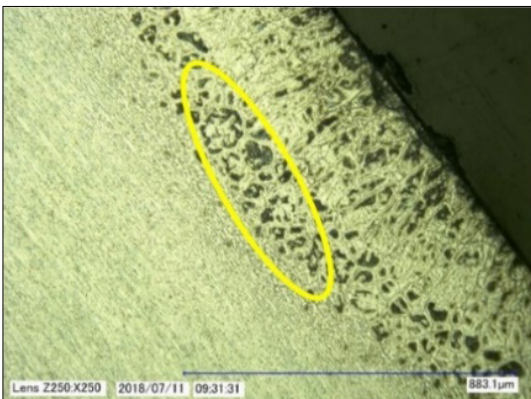




**1. ábra.** Lehetséges króm-nitrid-kiválások a ferrit-szemcsék belsejében, a hőhatásövezetben. Az ívenergia 0,25 kJ/mm, a védőgáz argon volt

[12–14] hasonló képet mutat. A hivatkozott szakirodalmak ezeket a fázisokat króm-nitridként azonosították, ezért valószínűsíthetően a mi esetünkben is a nitridkiválásokat tette láthatóvá az alkalmazott elektrokémiai maratás. A maratást követő szövetszerkezet-vizsgálat alapján a króm-nitrid-kiválások legnagyobb mennyiségben a legkisebb ívenergiával hegesztett minták esetében keletkeztek, beleértve mindkét alkalmazott védőgázt. Ezek a nitridkiválások a ferrit fázisban, a szemcsék belsejében, valamint nagymértékben a hőhatásövezetben voltak jelen (2. ábra).

Az oxálsavas elektrokémiai maratás viszont oldja a króm-nitrid-kiválásokat, így az összetételük pontos mérésére jelen kutatásunk során nem volt lehetőségünk.



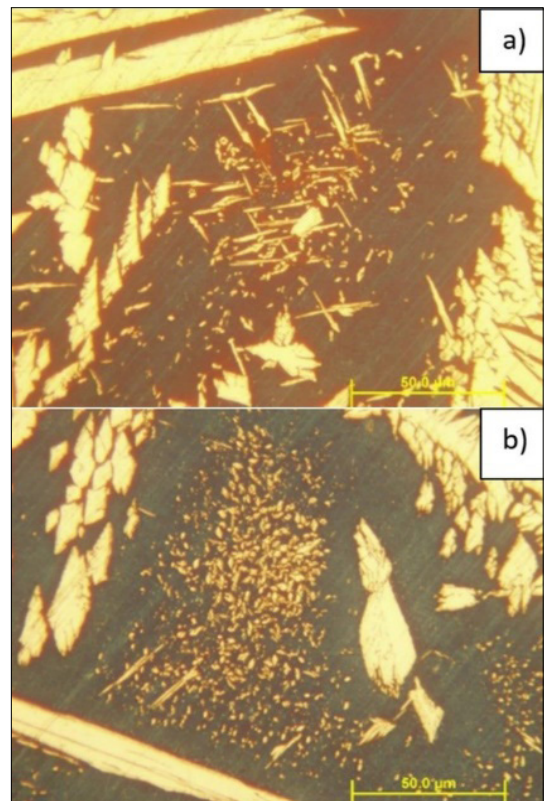
**2. ábra.** Lehetséges króm-nitrid-kiválások a ferrit-szemcsék belsejében, a hőhatásövezetben. Az ívenergia 0,25 kJ/mm, a védőgáz argon volt

### 3.2. A szövetszerkezet megváltozása a hőkezelés hatására

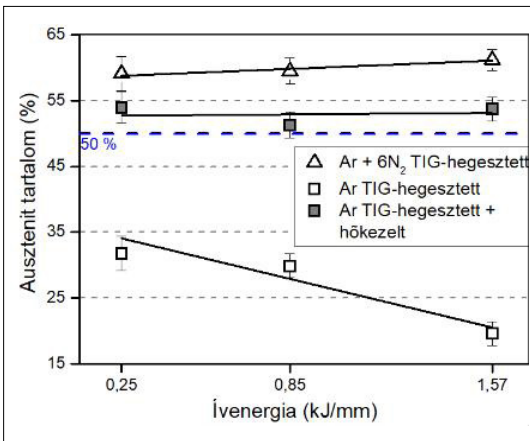
A hőkezelési kísérletet azért végeztük el, hogy a szekunder ausztenit kialakulását elérjük. A 3. ábrából látható, hogy az alkalmazott hőkezelés az ausztenittartalom növekedését eredményezte mind a varratfémbe, mind a hőhatásövezetben. Ennek oka a szekunder ausztenit-kiválások megjelenése a ferritszemcsékben az előzőleg megfigyelt nitridkiválások helyén. Látható az is, hogy a szekunder ausztenit kialakulása a ferritszemcsék belsejében indult meg.

Ami az ausztenit arányának változását illeti (4. ábra), megfigyelhető, hogy az ausztenit mennyisége a növekvő ívenergiával csökken a TIG-hegesztett minták esetében, amennyiben védőgázként tiszta argont alkalmaztunk.

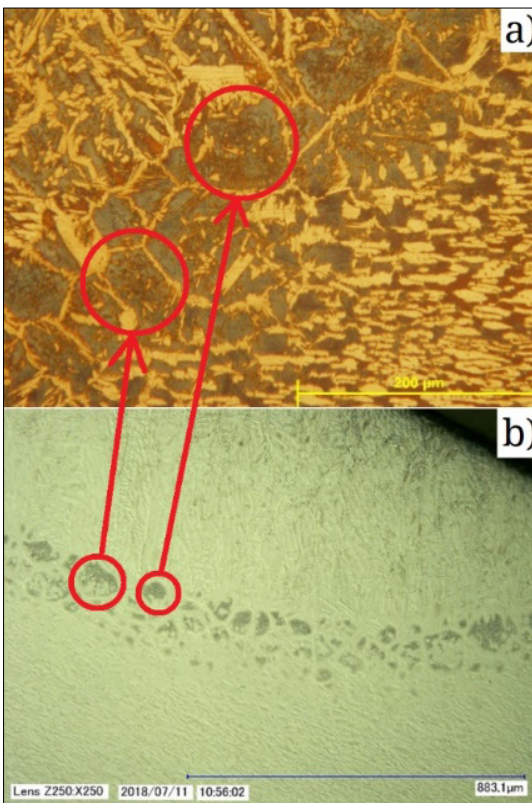
A védőgázhoz 6% nitrogén hozzáadása növelte a varratfém ausztenittartalmát, mivel a nitrogén erős ausztenitképző. Ebben az esetben a varratfém ausztenittartalma ~10%-kal haladja meg az alapanyag ~50%-os ausztenittartalmát.



**3. ábra.** Az argonnal és a legkisebb ívenergiával hegesztett minta szövetszerkezeti felvétele a hőkezelés után; (a) varratfém és (b) hőhatásövezet



4. ábra. A varratfém ausztenittartalmának változása az ívenergia függvényében, mindkét védőgázzal hegesztett minta és az utólagos hőkezelés esetén



5. ábra. Az argonnal és a legkisebb ívenergiával hegesztett minta hőhatásövezetének szövetszerkezeti felvételei. A szekunder ausztenit és a króm-nitrid-kiválások közötti kapcsolat látható a hőkezelés előtti felvételen (b) és a színes maratással készült felvételen, a hőkezelés után (a)

Az argon védőgázzal hegesztett minta hőkezelése után az ausztenittartalom szintén ~ 50%-ra növekedett. Az ausztenittartalom növekedése a ferritszemcsékben lezajló  $\gamma_2$  kialakulásának eredménye, amely fázisban a hőkezelés előtt jelen lévő  $\text{Cr}_2\text{N}$ -kiválások a másodlagos ausztenit kialakulásának nukleációs helyeként működnek. Mivel a szekunder ausztenit aránya a hőkezelés miatt nagy, arra következtethetünk, hogy a  $\gamma_2$  nagyon fontos szerepet játszik a valós, többsoros varratkialakítások esetében is, ahol az előzőleg hegesztett varratsorok újrahevülése során jelentősen növelheti a varratfém ausztenittartalmát [9].

Összevetve a színes maratással (5. ábra a) és az elektrokémiai maratással kapott eredményeket (5. ábra b), megállapítható, hogy a króm-nitrid-kiválások a szekunder ausztenitképződéséhez vezetnek a ferritessé vált hőhatásövezetben, amely megfigyelés egyezik más kutatók eredményeivel [14].

A szekunder ausztenit kialakulása a hőhatásövezetben és a varratfémekben duplex acélok többsoros hegesztése során is létrejöhethet, mely eredményeképpen az ausztenittartalom jelentősen növekedhet [15].

#### 4. Összefoglalás

Kutatásaink során hagyományos duplex acél TIG-hegesztését végeztük el tiszta argon és nitrogéntartalmú gázkeverék használatával. A tiszta argonnal hegesztett mintákat sófúrdós hőkezeléssel utóhőkezeltük. Vizsgáltuk az oxálsavas elektrokémiai maratás alkalmazhatóságát a króm-nitrid-kiválások kimutatására. Ezen felül megvizsgáltuk, hogy ezek a kiválások hogyan alakulnak át másodlagos ausztenitté a hőkezelés során. Eredményeink alapján kijelenthetjük, hogy az oxálsavas elektrokémiai maratás megfelelő módszer a króm-nitrid-kiválások kimutatására. A króm-nitrid-kiválások a hőhatásövezetben voltak láthatók, hőkezelés után pedig másodlagos ausztenitszemcsék képződtek a nitridkiválások helyén, amelyek növelték a varratfém ausztenittartalmát.

#### Köszönetnyilvánítás

Jelen cikk az Emberi Erőforrások Minisztériuma NTP-SZKOLL-19-066 kódszámú Nemzeti Tehetség Program pályázatának támogatásával valósult meg.

#### Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Uzonyi S., Asztalos L., Dobránszky J.: Duplex korrozóálló acél durvalemezek hegesztése. Műszaki Tudományos Közlemények, 3. (2015) 315–318. <https://doi.org/10.33895/mtk-2015.03.71>

- [2] Pálfi N., Berecz T., Fazakas É., Fábrián E. R.: *Mikroszerkezeti változások 900 °C-on hõn tartott, majd alakított SAF 2507 típusú duplex korrózióálló acélban*. In OGÉT 2017: XXV. Nemzetközi Gépészeti Konferencia. 25<sup>th</sup> International Conference on Mechanical Engineering. Kolozsvár, Románia. 2017. 303–306.
- [3] Fábrián E. R., Dobránszky J., Csizmazia J.: *Duplex acéllemezek lézersugaras hegesztésekor bekövetkező változások*. Műszaki tudományos közlemények, 5. (2016) 141–144.  
<https://doi.org/10.33895/mtk-2016.05>
- [4] Sándor T.: *Korszerű duplex korrózióálló acélok hegeszthetőségi kérdései*. In: 25. Jubileumi Hegesztési Konferencia. Budapest, Magyarország. 2010. 19–21.
- [5] Westin E. M., Johansson M. M., Pettersson R. F. A.: *Effect of nitrogen-containing shielding and backing gas on the pitting corrosion resistance of welded lean duplex stainless steel LDX 2101® (EN 1.4162, UNS S32101)*. Welding in the World, 57/4. (2013) 467–476.
- [6] Gunn R. N.: *Duplex stainless steels: microstructure, properties and applications*. 1. kiadás. Abington Publishing, Abington, 1997. 30–41.
- [7] Karlsson L.: *Welding Duplex Stainless Steels – a Review of Current Recommendations*. Welding in the World, 56/05/06. (2012) 1–17.
- [8] Lőrinc Zs.: *NAS329J3L duplex acél lézersugaras felületkezelése*. In: Fiatal Műszakiak Tudományos Ülésszaka XIX. Nemzetközi Tudományos Konferencia. Kolozsvár, Románia. 2014. 277–280.  
<https://doi.org/10.36243/fmtu-2014.062>
- [9] Bögre B., Mészáros I.: *Problems of Ferrite Content Determination*. Periodica Polytechnica Mechanical Engineering, 64/2. (2020) 150–158.  
<https://doi.org/10.3311/PPme.15022>
- [10] Nelson D. E., Baeslack W. A., Lippold J. C.: *Characterization of the weld structure in a duplex stainless steel using color metallography*. Metallography, 18/3. (1985) 215–225.  
[https://doi.org/10.1016/0026-0800\(85\)90043-6](https://doi.org/10.1016/0026-0800(85)90043-6)
- [11] Putz A., Hosseini V. A., Westin E. M., Enzinger N.: *Microstructure investigation of duplex stainless steel welds using arc heat treatment technique*. Welding in the World, 64. (2020) 1135–1147.  
<https://doi.org/10.1007/s40194-020-00906-2>
- [12] Pettersson N., Pettersson R. F. A., Wessman S.: *Precipitation of Chromium Nitrides in the Super Duplex Stainless Steel 2507*. Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science, 46/3. (2015) 1062–1072.  
<https://doi.org/10.1007/s11661-014-2718-y>
- [13] Liao J.: *Nitride precipitation in weld HAZs of a duplex stainless steel*. ISIJ International, 41/5. (2001) 460–467.  
<https://doi.org/10.2355/isijinternational.41.460>
- [14] Ramirez A. J., Lippold J. C., Brandi S. D.: *The relationship between chromium nitride and secondary austenite precipitation in duplex stainless steels*. Metallurgical and Materials Transactions A, 34/8. (2003) 1575–1597.  
<https://doi.org/10.1007/s11661-003-0304-9>
- [15] Pickle T., Henry N., Morriss P., Tennis L., Wagner D., Baumer R. E.: *Root Pass Microstructure in Super Duplex Stainless Steel Multipass Welds*. Welding Journal, 98/5. (2019) 123–134.  
<https://doi.org/10.29391/2019.98.010>