

ACTA MATERIALIA TRANSYLVANICA

Anyagtudományi Közlemények

5. évfolyam, 2022. 1. szám



ERDÉLYI MÚZEUM-EGYESÜLET
Kolozsvár
2022

A folyóirat megjelenését támogatta a Magyar Tudományos Akadémia, a Bethlen Gábor Alapkezelő Zrt., a Communitas Alapítvány és az EME Műszaki Tudományok Szakosztálya / The publication of this magazine was supported by the Hungarian Academy of Sciences, by the Bethlen Gábor Fund, by the Communitas Foundation 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, ELKH–BME Kompozittechnológiai Kutatócsoport, Budapest, Magyarország
 Prof. Dusza János, Institute of Materials Research of Slovak Academy of Sciences, Kassa, Szlovákia
 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

Lapszám szerkesztők / Editorial Board:

Dobránszky János, ELKH–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

Borítótér / Cover: Kőnczey Elemér

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

Copyright © a szerzők / the authors, EME/ TMS 2022

ISSN 2601-1883, ISSN-L 2601-1883

DOI: 10.33923/amt-2022-01

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>

Az Acta Materialia Transylvanica. Anyagtudományi Közlemények az Erdélyi Múzeum-Egyesület (EME) Műszaki Tudományok Szakosztályának folyóirata, amely az anyagtudományok területéről közlő 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 felvállalt 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 közzétesszük.

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

BÍRÓ Tamás, JUHÁSZ Zsombor, RENKÓ József Bálint.....	1
<i>CuE réz többtengelyű kovácsolásának szimulációja</i>	
<i>Simulation of CuE Copper Alloy in a Closed-Die Multi-Axial Forging Tool</i>	
Purnima CHAKRAVARTY, PÁL Gyula, BÁTORFI János Gy., Jurij J. SIDOR	6
<i>A diszlokációeloszlás becslése a minta középpontjában 1050-es alumíniumötvözet esetén</i>	
<i>Estimation of Dislocation Distribution at Mid Thickness for 1050 Al</i>	
FÁBIÁN Enikő Réka, CZIGÁNY Bence.....	10
<i>Sárgaréz lemez lézeres vágása</i>	
<i>Laser Cutting of Brass Sheet</i>	
HARTYÁNYI Máté, NAGY Roland, BARTHA László, PUSKÁS Sándor.....	14
<i>A folyóképességet módosító polimerek kiválasztási módszere a harmadlagos kőolaj-kitermelésben</i>	
<i>Selection Method of Flow Modifier Polymers for Chemical Enhanced Oil Recovery</i>	
MARÓTI János Endre, SZOVÁK Benedek, ORBULOV Imre Norbert	18
<i>Mátrixanyagokban erősített, kerámia gömbhéjjal töltött, szintaktikus fémhabok</i>	
<i>Reinforced Matrix Syntactic Foams Filled with Ceramic Hollow Spheres</i>	
MURGULY Zsófia, BODNÁR Ildikó.....	23
<i>Koagulálószer alkalmazási lehetőségeinek vizsgálata háztartási szürkevíz frakció esetén</i>	
<i>Investigation of the Application of Coagulants in Case of Domestic Greywater Fraction</i>	
RENKÓ József Bálint, SZABÓ Péter János.....	29
<i>A túlmaródás hatásának vizsgálata színes maratás során</i>	
<i>Investigation of the Effect of Over-Etching during Color Etching</i>	
SIMON Soma Csaba, VARBAI Balázs	35
<i>NSSC 2120-típusú, sovány duplex acél nagy hőbevitelű hegesztése</i>	
<i>High Heat Input Welding of NSSC 2120 Type Lean Duplex Steel</i>	

TÓTH Csenge, KOVÁCS Norbert Krisztián.....	39
--	----

Új gyártástechnológia kifejlesztése folytonosszál-erősítéses, hőre lágyuló polimer mátrixú kompozitokhoz

Development of a Novel Hybrid Manufacturing Technology for Continuous Fiber-Reinforced Thermo-Plastic Composites

VIRÁG Ábris Dávid, MOLNÁR Kolos	45
---------------------------------------	----

Cink-oxid nanorészecskékkel adalékolt PLA/PBS keverékek termogravimetriai és dinamikus mechanikai tulajdonságainak vizsgálata

Analysis of Thermogravimetric and Dynamic Mechanical Properties of PLA/PBS Blends Doped With Zinc Oxide Nanoparticles

CuE réz többtengelyű kovácsolásának szimulációja

Simulation of CuE Copper Alloy in a Closed-Die Multi-Axial Forging Tool

Bíró Tamás,¹ Juhász Zsombor,² Renkó József Bálint³

¹ Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Gépészmérnöki Kar, Anyagtudomány és Technológia Tanszék, Budapest, Magyarország, biro.tamas@edu.bme.hu

² Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Gépészmérnöki Kar, Anyagtudomány és Technológia Tanszék, Budapest, Magyarország, juhasz.zsombor@edu.bme.hu

³ Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Gépészmérnöki Kar, Anyagtudomány és Technológia Tanszék, Budapest, Magyarország, renko.jozsef@edu.bme.hu

Abstract

Two-way multi-axial forging was performed on a newly designed closed-die forging tool. The tool was operated on an MTS 810 material testing system. The connected computer recorded force and cross-head displacement as a function of time during operation. The sample material of the four-step forging experiment was CuE copper alloy. The plastic deformation was 0.8 per step, thus the rate of cumulative equivalent plastic strain was 3.2 by the end of the process. The speed of movement of the active tools during the whole test was 2 mm/min. Finite element simulation was performed with QForm3D software to investigate the force conditions of the process. The necessary flow curve was determined by Watts-Ford test. The force-displacement curves of the physical simulation were compared with the results of the finite element modelling.

Keywords: *multi-axial forging, finite element modeling, Watts-Ford test.*

Összefoglalás

Kétutas, többtengelyű kovácsolás megvalósítására és a lejátszódo mechanikai folyamatok vizsgálatára egy új tervezésű, zárt üregű, multiaxiális zömítőszerszám készült. A szerszám működtetése MTS 810 típusú anyagvizsgáló berendezéssel történt, amely az alakítási erőt és a keresztfej elmozdulását rögzítette az idő függvényében. A négy alakítási lépésből álló kísérlet alapanyaga lágyított állapotú CuE réz volt. A logaritmusos alakváltozás mértéke lépésenként 0,8 volt, így a kumulált, egyenértékű alakváltozás a folyamat végére 3,2-re adódott. Az aktív szerszámok mozgási sebessége a teljes vizsgálat alatt 2 mm/min volt. A folyamat erőviszonyainak vizsgálatára végelemes szimuláció készült QForm3D szoftverrel, amelyhez a szükséges folyásgörbe felvétele Watts–Ford-méréssel történt.

Kulcsszavak: *többtengelyű kovácsolás, végelemes modell, Watts–Ford-vizsgálat.*

1. Bevezetés

Az elmúlt években az ultrafinom- és nanoszemcsés anyagok témaköre az anyagtudomány igen népszerű és kutatott területévé nőtte ki magát [1]. Mindez a durvaszemcsés anyagokkal szemben felmutatott kedvezőbb mechanikai tulajdonságainak köszönhető, amely a megnövelt szilárdságban, nagyobb kifáradási határban, szívósságban,

valamint a szuperképlékeny-alakíthatóságban nyilvánulhat meg [2–3]. Ilyen anyagok előállítására több lehetőség is adott [4–6]. Azokat a gyártási eljárásokat, amelyek jelentős nyíró igénybevétellel járnak, intenzív képlékenyalakító (IKA) eljárásoknak nevezzük [7–9]. Az IKA egyik legkönnyebben szerszámozható változata a többtengelyű kovácsolás [10–11].

Munkánk előzményeként a kétutas, többtengelyű kovácsolással előállítható anyagok mechanikai tulajdonságainak vizsgálatára egy új tervezésű, zárt alakítóüregű szerszám készült. Célunk kettős volt. Elsőként lágyított állapotú réz alanyon akartuk megvizsgálni az új szerszámmal megvalósított, néglépéses alakítás terheléstörténetét, annak lefolyását az elmozdulás függvényében. Ezt követően végeeselemes modellezéssel rekonstruálni akartuk a korábban megvalósított fizikai szimulációt, majd megvizsgálni, hogy annak eredményei milyen mértékben vehetők össze a valós alakítások során tapasztaltakkal.

2. Kísérletek

2.1. A vizsgált anyag

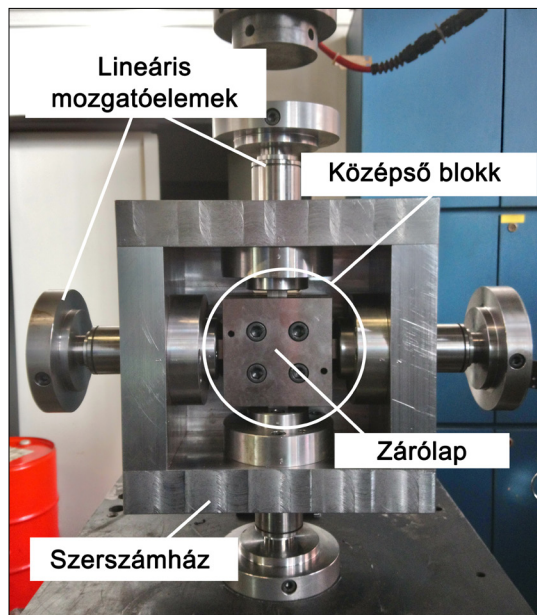
Annak érdekében, hogy az újonnan elkészült szerszám igénybevétele jól kontrollálható szinten tudjuk tartani, a vizsgálatokhoz választott próbatest anyaga ipari tisztaságú réz volt. A CuE anyagminőség kémiai összetételében az EDAX Z2 típusú SEM-EDS rendszer nem tudott számottevő mennyiségű szennyezőt kimutatni.

A $10 \times 10 \times 20$ mm befoglaló méretű próbatestek tömbi anyagból forgácsolással készültek. Az anyag ezt követően lágyító hőkezelésen esett át, így szüntetve meg az öregedésnek, valamint a vizsgálatokat megelőző, számunkra ismeretlen mértékű alakítástörténetnek a hatását [12]. Lágyításhoz a próbatesteket 950 °C-ra előmelegített kemencébe raktuk, majd 15 perc hõn tartást követően a darabokat vízben hûtöttük, így biztosítva a szükséges lehülési sebességet.

2.2. Az alakítószerszám

A fizikai szimulációkhoz használt szerszám, az 1. ábrán látható módon, három részből épül fel. Az első részegység a középső blokk. Ebben található az oldalfalakkal lezárt alakítóüreg, ahol a többtengelyű kovácsolás megvalósul. A második egység a szerszámház, amely keretbe foglalja a többi részegységet, valamint biztosítja az egyes alkatrészek egymáshoz viszonyított helyzetét.

A szerszám harmadik részegységét a lineáris mozgóelemek képezik, amelyek az alakításhoz szükséges szerszámmozgásokat biztosítják. Az idetartozó négy, önálló mozgásra is képes belyeget a szerszámház úgy kapcsolja össze, hogy az egymással szemben elhelyezkedők mindig együtt mozogjanak, de maximális elmozdulásuk legfeljebb 5-5 mm legyen. Egy alakítási lépés alatt tehát 10 mm a próbatest összenyomódása.



1. ábra. A zárt üregű, többtengelyű kovácsszerszám általános felépítése és főbb részei

A szerszámmozgás megvalósítására és az idő-elmozdulás-erő adatpárok rögzítésére MTS 810 típusú anyagvizsgáló berendezést használtunk. A gép maximális mérés határa 250 kN. Az alakítás során a keresztfej elmozdulási sebessége 4 mm/min volt, így az egyes szerszámok mozgási sebessége 2 mm/min-re adódott.

Mivel a súrlódás csökkentésével a szerszámokat érő terhelés is csökkenni fog, a munkadarab és a szerszámüreg megfelelő kenése elengedhetetlen [13]. Az alakításban részt vevő felületek a vizsgálat előtt cink-sztearát pasztával lettek bevonva. Az alakítóüreg zárt jellegéből következően a kenéshez, valamint a próbatest behelyezéséhez a zárólapot átmenetileg el kell távolítani, majd azt az alakítás előtt ismét rögzíteni kell.

Az alakítás végén a kiemelőtűskék beütésével a szerszám visszaáll kiindulási állapotába. A munkadarab geometriája ekkor megegyezik az eredetivel, ám az térben 90° -kal el van forgatva. A szerszám szimmetrikus kialakításából adódóan egy 90° -os forgatással a szerszám és a próbatest relatív helyzete az anyagvizsgáló berendezéshez képest visszaállítható a kezdeti állapotba, anélkül, hogy a szerszámüreget fel kellene nyitni. A szerszám elforgatása után a következő alakítási lépés következik, amelynek végén a kiemelőtűskéket beütve zárul egy alakítási ciklus.

2.3. Fizikai szimulációk

A mérések során két, egymást követő, kétutas alakítási ciklust valósítottunk meg a keresztfej elmozdulása és a kifejttet erő időbeni regisztrálása mellett. Ennek jellemző lépéseit a **2. ábra** szemlélteti.

Síkalakváltozást feltételezve a 10 mm-es próbatest összenyomódásával előidézett logaritmikus alakváltozás mértéke közelítőleg 0,80:

$$\varphi = \frac{2}{\sqrt{3}} \cdot \ln\left(\frac{H}{h}\right) = \frac{2}{\sqrt{3}} \cdot \ln\left(\frac{20}{10}\right) = 0,80, \quad (1)$$

ahol φ a logaritmikus alakváltozás, H a munkadarab kiindulási magassága, h pedig a munkadarab alakítás végén mért magassága [14].

A kumulált, egyenértékű, logaritmikus alakváltozást (φ_{kum}) ennek megfelelően az alakítási lépésekhez tartozó logaritmikus alakváltozások összegeként lehet számítani (2). A jelen tanulmányban vizsgált, 4 lépésből álló alakításnál ennek értéke 3,2-re adódik.

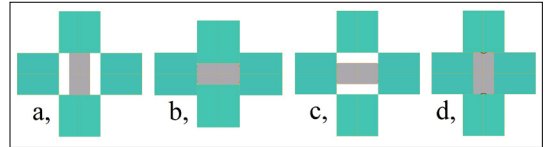
$$\varphi_{kum} = 4 \cdot \frac{2}{\sqrt{3}} \cdot \ln\left(\frac{20}{10}\right) = 3,2 \quad (2)$$

2.4. Végeselemes modellezés

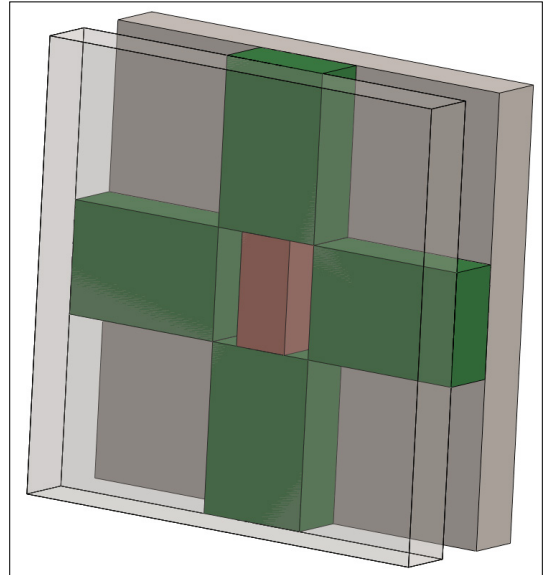
A többtengelyű kovácsolás során lejátszódó alakváltozási folyamatok reprodukálására végeselemes modell készült. A végeselemes modellezéshez QForm3D szoftvert használtunk, amelyben az alakítás pontosabb nyomon követhetőségének érdekében háromdimenziós modellt alkalmaztunk. A modellben a geometriához a szerszám és a munkadarab névleges méreteit, a szerszámmozgásokhoz pedig a fizikai szimulációkban mért elmozdulás-ideő adatsort használtuk. A szerszám elrendezéséből és a szerszámmozgások szimmetriájából adódóan elegendő nyolcadmodellt használni, amivel csökkenthető a maximális elemszám, ebből következően pedig a szükséges számítási kapacitás is [15]. Az összeállított modellt a **3. ábrán** látható.

A végeselemes hálót a szoftver az előzetes beállításoknak megfelelően automatikusan hozza létre, amit minden lépésben újragenerál. A próbatest és a szerszám kontaktzónájában hálófinomítást alkalmaztunk. A szimuláció során tetraederelemeket használtunk, amelyek száma a kezdeti hálózaskor 29 069-ra adódott. A szimuláció végére a folyamatos hálófinomítás következtében ez 33 748-ra növekedett.

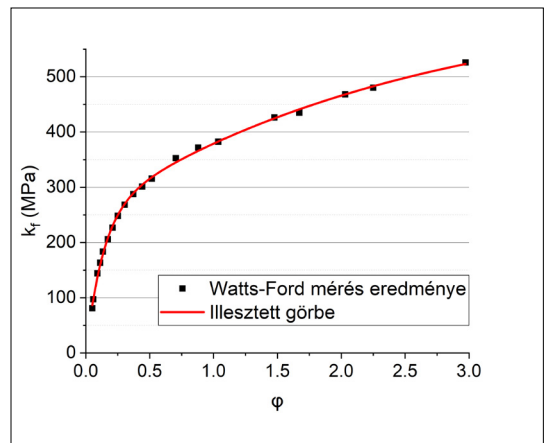
A számításokban használt folyásgörbét Watts-Ford-méréssel határoztuk meg, amit a munkadarabbal megegyező körülmények között előkészített próbatesten végeztünk [16]. Fontos kiemelni,



2. ábra. Egy alakítási ciklus sematikus ábrája a munkadarab (szürke) relatív helyzetét megtartva. Kiinduló helyzet (a), az első alakítás végállapota (b), az alaphelyzet ismételt felvétele (c), második alakítás végállapota (d)



3. ábra. A szimulációban használt háromdimenziós modellek



4. ábra. A Watts-Ford-mérés eredménye, valamint az adatsorra illesztett, majd a végeselemes modellben használt folyásgörbe

hogy itt a maximálisan megvalósított logaritmus alakváltozás mértéke 2,97 volt, így az ezen túli feszültség-alakváltozás értékpárokat a program az illesztett görbe alapján állította elő (4. ábra).

3. Eredmények és kiértékelésük

A fizikai szimuláció során mért terhelőerő-változást az elmozdulás függvényében az 5. ábra mutatja.

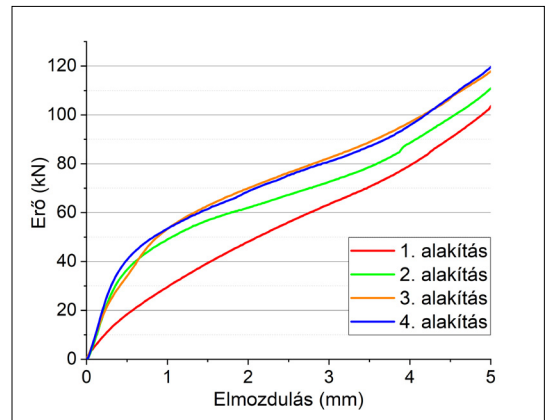
Az egyes alakítási lépéseken belül az erő monoton növekedett, az egyes alakítási lépések erőigénye pedig az alakítási lépések számával nőtt. Az első három lépés végén a lágyított állapotú réz munkadarab alakításakor mért terhelés növekedése közel azonos, 10 kN értékű volt. Ezt követően az erőnövekmény lecsökkent, a negyedik lépéshez már nem volt szükséges számottevően nagyobb terhelőerő. A lágyított állapotú réz diszlokációsűrűsége feltételezhetően a harmadik alakítási lépést követően már nem nő olyan mértékben, hogy az a terhelőerő, így az alakításhoz szükséges feszültség, jelentős növekedését okozza [17].

A végeelemes modell erő-elmozdulás görbéi hasonló tendenciát mutatnak a fizikai szimuláció eredményeivel (6. ábra).

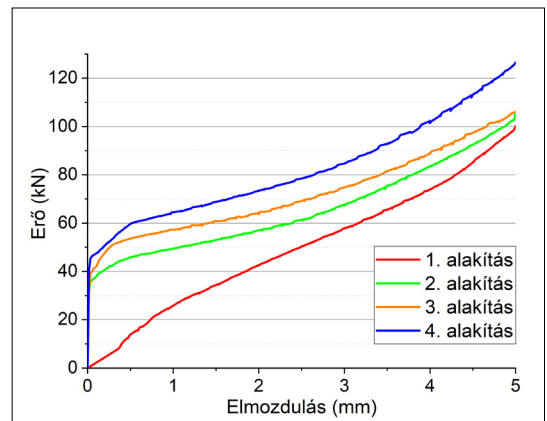
Az alakítási lépések előrehaladtával a terhelőerő itt is lépésről lépésre nő, továbbá adott lépésen belül tartja monoton növekvő jellegét. A fizikai szimulációval ellentétben az első három lépésnél a terhelőerő növekménye az alakítás végére körülbelül 5 kN. A negyedik alakítási lépés végére az alakítóerő drasztikus emelkedésnek indul. Ennek oka, hogy a Watts-Ford-vizsgálattal felvett görbét nem a teljes vizsgálati tartományon mértük; az utolsó lépés második felében az illesztett görbe feltehetően meredekebben emelkedett tovább a valóságnál.

A fizikai és végeelemes szimulációk görbéit egymásra illesztve a fizikai szimuláció görbéi adott alakítási lépésen belül kicsivel a végeelemes szimuláció görbéi alatt helyezkednek el (7. ábra).

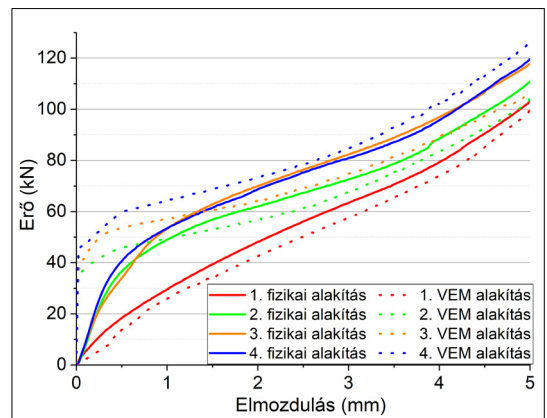
E tendencia alól képez kivételt a negyedik alakításhoz tartozó görbe, ahol a végeelemes modellel kapott erőértékek drasztikusan megugranak. Ez több okra is visszavezethető. Egyrészt feltételezhető, hogy a választott anyagmodell illesztőgörbéje nem lapul le olyan mértékben a vizsgált alakváltozási tartomány elhagyása után, mint az a valóságban történne. Másrészt az eltérés a próbatest anyagának alakítástörténetével is összefüggésben lehet. A vizsgálatokat ugyanis lágyító hőkezelés előzte meg, így az anyag alakváltozása



5. ábra. A fizikai szimulációval meghatározott erő-elmozdulás görbék



6. ábra. A végeelemes modellel meghatározott erő-elmozdulás görbék



7. ábra. A fizikai és végeelemes szimulációkkal meghatározott erő-elmozdulás görbék összehasonlítása

közeli izotrop állapotból indulhatott, és a kovácso-
lás során alakulhatott át anizotrop szerkezetűvé.
Ennek a makroszintű tulajdonságokra gyakorolt
hatása feltehetően a harmadik és negyedik alakítási
lépésnél érte el azt a mértéket, hogy az detek-
tálható legyen.

4. Következtetések

A többtengelyű kovácsozás vizsgálatára elké-
szült új, zárt üregű szerszámmal sikeres mérése-
ket valósítottunk meg. A vizsgált négy alakítási lé-
pést az alakítóüreg felnyitása nélkül valósítottuk
meg úgy, hogy az egyes lépések után a szerszámot
90°-kal elforgattuk. A kapott erő–elmozdulás gör-
béket vizsgálva látható, hogy a lágyított állapotú
réz alakításához a terhelőerő lépésről lépésre
nőtt. Ezeket a karakterisztikákat a folyamatról
készült végeelemes modell is alátámasztotta.
A végeelemes modell eltéréseit, főleg a negye-
dik alakítási lépés során tapasztaltakat, a fizikai
szimuláció és a Watts–Ford-mérés vizsgálati tar-
tományainak különbsége okozta. A végeelemes
modell jól közelítette a valóságot, ám az ered-
mény pontosságának javításához az alkalmazott
anyagmodell finomítására van szükség.

Köszönetnyilvánítás

Az Innovációs és Technológiai Minisztérium ÚNKP-
21-2-I-BME-218. kódszámú Új Nemzeti Kiválóság
Programjának a Nemzeti Kutatási, Fejlesztési és In-
novációs Alapból finanszírozott szakmai támogatá-
sával készült.

Az eredmények közzétételéhez anyagi hozzájárulást
nyújtott a Gépészmérnök-képzésért Alapítvány.

Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Huang Y., Langdon T. G.: *Advances in ultrafine-grained materials*. Materials Today, 16/3. (2013) 85–93.
<https://doi.org/10.1016/j.mattod.2013.03.004>
- [2] Valiev R. Z., Islamgaliev R. K., Alexandrov I. V.: *Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation*. Progress in Materials Science, 45. (2000) 103–189.
[https://doi.org/10.1016/S0079-6425\(99\)00007-9](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(99)00007-9)
- [3] Langdon T. G.: *The principles of grain refinement in equal-channel angular pressing*. Materials Science and Engineering A, 462. (2007) 3–11.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.02.473>
- [4] Segal V. M., Reznikov V. I., Drobyshchik A. E., Kopylov V. I.: *Plastic Working of Metals by Simple Shear*. Russian Metallurgy, 1. (1981) 99–105.
- [5] Toth L. S., Vu V. Q., Dhinwal S. S., Zhao Y., Massion R., Chen C., Davis C. F., Lowe T. C.: *The mechanics of High Pressure Compressive Shearing with application to ARMCO® steel*. Materials Characterization, 154. (2019) 127–137.
<https://doi.org/10.1016/j.matchar.2019.05.039>
- [6] Szabó P. J., Bereczki P., Verő B.: *The Effect of Multi-axial Forging on the Grain Refinement of Low Alloyed Steel*. Periodica Polytechnica Mechanical Engineering, 55/1. (2011) 63–66.
<https://doi.org/10.3311/pp.me.2011-1.09>
- [7] Huang Y., Langdon T. G.: *Advances in ultrafine-grained materials*. Materials Today, 16/3. (2013) 85–93.
<https://doi.org/10.1016/j.mattod.2013.03.004>
- [8] Jin X., Chena S., Rong L.: *Microstructure modification and mechanical property improvement of reduced activation ferritic/martensitic steel by severe plastic deformation*. Materials Science & Engineering A, 712. (2018) 97–107.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.11.095>
- [9] Sadasivan N., Balasubramanian M.: *Severe plastic deformation of tubular materials – Process methodology and its influence on mechanical properties – A review*. Materials Today: Proceedings, 46. (2021) 3460–3468.
<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.11.859>
- [10] Trivedi P., Nune K. C., Misra R. D. K., Goel S., Jayathanan R., Srinivasan A.: *Grain refinement to submicron regime in multiaxial forged Mg-2Zn2Gd alloy and relationship to mechanical properties*. Material Science and Engineering: A, 668. (2016) 59–65.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.05.050>
- [11] Naser T. S. B., Krállics G.: *The effect of multiple forging and cold rolling on bending and tensile behavior of Al 7075 alloy*. Materials Science Forum, 729. (2012) 464–469.
<http://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.729.464>
- [12] Chen X., Zhao G., Xu X., Wang Y.: *Effects of heat treatment on the microstructure, texture and mechanical property anisotropy of extruded 2196 Al Cu Li alloy*. Journal of Alloys and Compounds, 862. (2021) 158102.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.158102>
- [13] Wilson W. R. D.: *Friction and Lubrication in Bulk Metal-Forming Processes*. Journal of Applied Metalworking, 1. (1978) 7–19.
- [14] Valberg H. S.: *Applied Metal Forming*. Cambridge University Press, (2010) 53–76.
- [15] Zienkiewicz O. C., Taylor R. L.: *The Finite Element Method. Solid Mechanics*. 5. kiadás. Butterworth-Heinemann, Oxford, 2000. 1–21.
- [16] Watts A.B., Ford H.: *On the Basic Yield Stress for a Metal*. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, 169/1. (1955) 1141–1156.
- [17] Shakhova I., Yanushkevich Z., Fedorova I., Belyakov A., Kaibyshev R.: *Grain refinement in a Cu Cr Zr alloy during multidirectional forging*. Material Science and Engineering, 606. (2014) 380–389.

A diszlokációeloszlás becslése a minta középpontjában 1050-es alumíniumötvözet esetén

Estimation of Dislocation Distribution at Mid Thickness for 1050 Al

Purnima Chakravarty,^{1,2} Pál Gyula,^{1,2} Bátorfi János Gy.,^{1,2} Jurij J. Sidor¹

¹ Savaria Műszaki Intézet, Informatikai Kar, Eötvös Loránd Tudományegyetem, Szombathely, Magyarország; pc@inf.elte.hu (P.C.), pg@inf.elte.hu (P. Gy.), bj@inf.elte.hu (B. J. Gy.), js@inf.elte.hu (J.S)

² Fizika Doktori Iskola, Természettudományi Kar, Eötvös Loránd Tudományegyetem (ELTE), Budapest, Magyarország

Abstract

The current study reports three different techniques to estimate the distribution of dislocation density at the mid thickness of 1050 Al alloy. It is well known that the strain distribution is inhomogeneous through the thickness of rolled materials, which affects the evolution of dislocation density during the process of deformation. In this study, the number of dislocations is calculated experimentally using indentation technique in 46.8% cold rolled 1050 Al sheet and the result verified by two numerical methods.

Keywords: *dislocation density, microhardness, numerical models.*

Összefoglalás

Ezen tanulmány három különböző módszert mutat be 1050-es alumíniumötvözet esetében a minta középvonalában lévő diszlokációk sűrűségének a becsléséhez. Jól ismert az a tény, miszerint hengerelt anyagoknál a deformáció inhomogén módon alakul a keresztmetszet mentén, ami hatással van a diszlokációsűrűség változására a deformáció folyamán. Jelen munkában a diszlokációk mennyiségét kísérleti úton számoltuk ki keménységmérés segítségével 46,8%-os deformációjú hidegen hengerelt 1050-es alumíniumötvözetben, majd az eredményt kétféle numerikus módszerrel igazoltuk.

Kulcsszavak: *diszlokációsűrűség, mikrokeménység, numerikus modellek.*

1. Bevezetés

Az alumíniumötvözetek nagy szilárdság-súly aránnyal rendelkeznek, emiatt elterjedten használják azokat szerkezeti anyagként a repüléstechnikában, gyártásban, szállítmányozásban és a mobilkommunikációban, így téve lehetővé olyan termékek létrehozását, amik kis üzemanyag-fogyasztással és környezeti behatással rendelkeznek. Azonban a legnagyobb mennyiségű alumíniumot lemeztermékek formájában hasznosítják, amelyek számos hengerlési lépésen mennek keresztül [1]. Jól ismert, hogy a képlékeny alakváltozás növeli a lineáris rácshibák mennyiségét

az anyagban, így növelve a végtermék alakítási keménységét [1, 2]. A különféle alakváltozási technológiák hatására bekövetkező alakítási keményedés hatékony tanulmányozása érdekében fontos megbecsülni az anyagon belüli diszlokációsűrűséget (ρ) [2]. Másfelől viszont mikroszinten a deformációs mechanizmus inhomogén, ami heterogén diszlokációsűrűség-eloszlást okoz az anyagon belül [3]. Az inhomogén feszültségeloszlás a keresztmetszet mentén a vizsgált terület alakítási keményedését okozhatja [1–3], ami fontossá teszi a diszlokációeloszlás kiterjesztését a teljes keresztmetszetre.

A jelen tanulmányban a minta középvastagságában lévő diszlokációsűrűség számításához egy kísérleti módszert, az indentációs technikát, valamint két numerikus modellt, a Kubin–Estrin-(K–E) és a módosított K–E-modellt alkalmaztuk. Az indentációs technika alkalmazásakor a diszlokációsűrűség az anyag keménységéből számítható [4–5], az alábbi összefüggés felhasználásával:

$$\rho = \frac{1}{\alpha^3} \left(\frac{H_V}{3,06 M G b} \right)^2 \quad (1)$$

Az egyenletben (1), H_V jelöli a Vickers-keménységet, M a Taylor-faktort, G a nyírási modulust, b a Burgers-vektort és α a geometriai állandót.

Több modellezési módszer is létezik a diszlokációsűrűség számításához. Például a K–E-modellben a ρ teljes diszlokációsűrűséget a ρ_f álló és a ρ_m mozgó diszlokációsűrűségek összegeként vizsgálják. Mindkét tényező (ρ_f és ρ_m) az alkalmazott fajlagos nyúlás (ε) változó-függvényei [6]:

$$\frac{d\rho_m}{d\varepsilon} = C_1 - C_2\rho_m - C_3\rho_f^{\frac{1}{2}} \quad (2)$$

$$\frac{d\rho_f}{d\varepsilon} = C_2\rho_m + C_3\rho_f^{\frac{1}{2}} - C_4\rho_f \quad (3)$$

A (2) és (3) egyenletekben a C_1 és C_2 együtthatók jelentik a mobil diszlokációk sokszorozódását és elakadását, mivel az álló diszlokációkkal történő kölcsönhatás miatti lerögzítést a C_3 -paraméter jelképezi. A C_4 -paraméter a dinamikus megújulási tényező.

A K–E-modellt Csanádi és társai tovább egyszerűsítették azzal, hogy az álló- és mozgódiszlokációsűrűségeket összevonták, így csökkentve a modellparamétereket. A módosított K–E-modell az alábbi módon adható meg [7]:

$$\rho(\varepsilon) = \frac{2C_1}{C_4} - \left(\frac{2C_1}{C_4} - \rho_0 \right) \left(1 + \frac{C_4\varepsilon}{2} \right) \exp(-C_4\varepsilon) \quad (4)$$

Alumíniumötvözetek esetén az alábbi paraméterek érvényesek: $C_1 = 2,33 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ és $C_4 = 1,15$ [8].

A jelen kutatás célja a 46,8%-osan deformált 1050-es alumíniumlemez magjában összegyűlt diszlokációk mennyiségi karakterisztikájának a tanulmányozása, az előzőekben említett módszerek felhasználásával. Geometriailag a lemez magjának a közepes vastagság számít. A kapott eredményeket összehasonlítottuk, hogy így tanulmányozzuk az adott módszerek hatékonyságát 1050-es alumíniumötvözet esetén.

2. Anyag és módszer

A mostani vizsgálathoz az 1050-es alumíniumot választottuk kis ötvözőtartalma miatt (99,7% Al), ami így egy épp megfelelő alaprendszert szolgáltat az alumíniumötvözetek diszlokációsűrűségének a vizsgálatához. A vastagságcsökkentést laboratóriumi hengerművel végeztük, 150 mm hengertérővel. 46,8%-os vastagságcsökkentést alkalmaztunk egy lépcsőben, kenés nélküli szimmetrikus hengerléssel. A hideghengerlés előtt a mintát 550 °C-on hőkezeltük, hogy csökkentsük a gyártáskori termomechanikus folyamatok (TMP) hatását.

A hengerelt mintákat mechanikusan csiszoltuk, majd 1 és 3 μm gyémántrészecskéket tartalmazó Struers® DiaDuo szuszpenziókkal políroztuk. A keménységvizsgálatot Zwick/Roell® ZHV μ típusú Vickers mikrokeménység-mérővel végeztük. A mintát a transzverzális irányú síkjában (TD) vizsgáltuk, gyémánt formájú benyomódást okozva a vizsgált felületen, így mérve a keménységet.

A hengerlés után a minta végső vastagsága 1044,50 μm lett, ebből következően a fél vastagság 522,25 μm . A jelen vizsgálatban a vizsgált rész 348 μm -tól 522,25 μm -ig terjedt, ami a hengerelt lemez középvastagságának (magjának) tekinthető. A benyomatok készítésekor odafigyeltünk, hogy a vizsgált pontoknál a benyomódásokkor létrejövő deformációs övezetek ne érjenek egymásba.

3. Eredmények

3.1. Keménységmérési technikák

A vizsgált területen, a polírozott felületen keménységmérést végeztünk, 10 gf és 500 gf közötti terhelést alkalmazva. Továbbá a teljes diszlokációsűrűség számításához a nagy szórást mutató keménységértékeket elhanyagoltuk, hogy a keménység függését a terheléstől (ISE) kiküszöböljük, aminek hatására nagyobb keménység mérhető kis terhelés esetén [9]. A jelenlegi vizsgálathoz a 200 gf és 500 gf közötti terhelésekhez tartozó értékeket vettük figyelembe, amelyek az ISE-görbe telítési szakaszára esnek [4].

Az 1. összefüggésben szereplő α geometriai tényező értékét általában nagy alakváltozási tartományban állandó értékűnek feltételezik, azonban a diszlokációsűrűség pontosabb meghatározásához a következő, pontosabb összefüggést alkalmaztuk [4]:

$$\alpha \cong \frac{(1 - 0,5\nu)}{4\pi(1 - \nu)} \ln \left(\frac{\rho^{-0,5}}{b} \right) \quad (5)$$

ahol $\nu = 0,35$ az Al-ra jellemző Poisson-tényező.

Az α tényező értékét az (5) összefüggés felhasználásával határoztuk meg, úgy, hogy az összefüggésben szereplő ρ értékét a különböző ε alakváltozásokhoz a 4. összefüggésből számítottuk ki. A közelítő számítással meghatározott $\rho(\varepsilon)$ értékekhez tartozó α paramétert a vastagságredukció széles tartományához az **1. ábra** tartalmazza. Az α alakváltozástól való függéséből megállapítottuk, hogy a geometriai paraméter értéke a redukció növelésével 0,5-ös érték körül telítődést mutat. Az α értéke 0,63 valódi alakváltozással deformált minta esetén 0,5756, amint az az **1. ábrán** látható.

Az M Taylor tényező (**1. táblázat**) meghatározása visszaszórtelektron-diffrakcióval (EBSD) meghatározott textúratérkép alapján történt. A b Burgers-vektor és G csúsztató rugalmassági modulus értéke alumíniumötvözetek esetén 0,2865 nm, illetve 26 GPa. Az (1) összefüggéssel meghatározott diszlokációsűrűség értéke $1,7 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$, a számítás részleteit az **1. táblázat** tartalmazza.

3.2. Numerikus modellek

A Kubin és Estrin által kidolgozott numerikus közelítésben [6] szereplő C_1 , C_2 , C_3 és C_4 modell paraméterek értékei alumíniumötvözetekre: $C_1 = 2,33 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$, $C_2 = 1,1$, $C_3 = 4 \times 10^5 \text{ 1/m}$, $C_4 = 1,2$ [8]. Az alumíniumötvözetekre K-E- és módosított K-E-modellekkel számított diszlokációsűrűség-értékeket a (2)–(4). összefüggésekkel számolva a **2. ábrán** tartalmazza.

A **2. ábra** elemzésével nyilvánvalóvá vált, hogy a K-E- és a módosított K-E-összefüggésekkel számított $\rho(\varepsilon)$ értékek közel megegyeznek, továbbá a K-E-modell alkalmazásával az álló és a mozgó diszlokációk értéke is meghatározható. A teljes diszlokációsűrűség értékét az alakváltozások széles tartományában főként a mozgó diszlokációk száma határozza meg, mint az a **2. ábrán** látható. Hasonlóan igaz az $\varepsilon = 0,63$ vizsgált alakváltozásra is.

A három különböző technikából számolt diszlokációsűrűségek a **2. táblázat**ban láthatók.

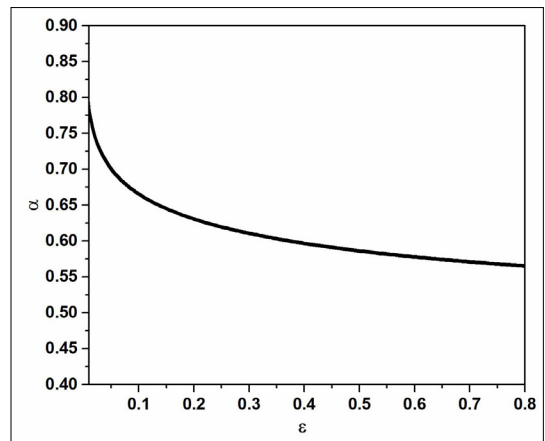
A **2. táblázat** megmutatja, hogy mind a K-E-, mind a módosított K-E-modellből számolt diszlokációsűrűség értéke teljesen megegyezik a 46,8%-ban deformált 1050 Al-lemez középvezetékénél, azonban a mért érték kissé nagyobb, mint a modellekkel előre jelzett érték. Ez az eltérés magyarázható további fázisok jelenlétével a vizsgált alumíniumanyagban, ami befolyásolja az anyag keményedését is, ezért a vizsgált ötvözet keményége valamivel nagyobb a szinalumíniumhoz viszonyítva. Másik ok lehet, amiért a numerikus kö-

1. táblázat. A keménységmérési adatokból számított diszlokációsűrűség-érték

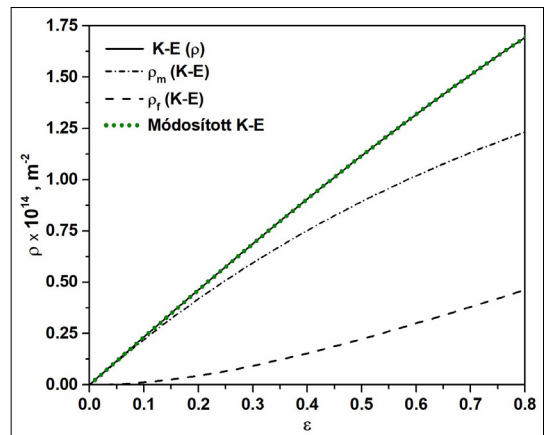
ε	α	M	Átlagos HV (Pa)	$\rho \text{ (m}^{-2}\text{)}$
0,63	0,5756	3,16	$4,11 \times 10^8$	$1,7 \times 10^{14} \pm 0,06$

2. táblázat. Három különböző technikával számított diszlokációsűrűség-értékek ($\rho \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$)

ε	Keménységmérés	K-E	Módosított K-E
0,63	$1,7 \pm 0,06$	1,4	1,4



1. ábra. Alakváltozástól az 5. összefüggéssel meghatározott α értékek



2. ábra. A K-E- [6] és módosított K-E-modellel [7] számított diszlokációsűrűségek növekedése az alakváltozások egy tartományában

zelítések értéke valamivel kisebb a mértéknél, hogy a diszlokáció között komplex kölcsönhatások alakulnak ki, ami az alkalmazott modellel nem vehető teljességgel figyelembe.

4. Következtetések

A jelen vizsgálat világosan megmutatja, hogy a mikrokeménységmérési módszer képes megfelelő értékeket szolgáltatni a diszlokációsűrűség-értékre, ami a plasztikus deformáció következtében kialakul. Az Al 1050 anyagra a becsült diszlokációsűrűség-érték jó egyezést mutat az elméleti úton meghatározott értékkel. A keménységmérési technika lehetővé teszi a diszlokációsűrűség eloszlásának vizsgálatát a deformált anyag vastagsága mentén.

A Kubin–Estrin-modell jó közelítést ad a mozgó és az álló diszlokációk értékére, amelyek különböző deformációkhoz tartozó keményedésekért felelősek. Másik oldalról, a módosított K–E-modell egy egyszerű és hatékony közelítés a diszlokációsűrűségre. Megmutattuk, hogy az alkalmazott modellezési technikák alulbecsülik a diszlokációk sűrűségét, valószínűleg a diszlokációk közötti kölcsönhatások komplexitása miatt, amiket ezekkel a numerikus közelítésekkel nem lehet figyelembe venni.

Köszönetnyilvánítás

A bemutatott kutatás a TKP2021-NVA-29. számú projekt részeként az Innovációs és Technológiai Minisztérium Nemzeti Kutatási Fejlesztési és Innovációs Alapból nyújtott támogatással, a TKP2021-NVA pályázati program finanszírozásában valósult meg.

Szakirodalmi hivatkozások

[1] Humphreys F. J., Humphreys F. J., Rohrer G. S., Rollett A. D., Rollett A. D.: *Recrystallization and related annealing phenomena*, Third edition. Amsterdam Oxford Cambridge, MA: Elsevier, 2017.

- [2] Callister W. D., Callister W. D.: *Fundamentals of materials science and engineering: an interactive text*. New York: Wiley, 2001.
- [3] Csontos A. A., Starke E. A.: *The effect of inhomogeneous plastic deformation on the ductility and fracture behavior of age hardenable aluminium alloys*. International Journal of Plasticity, 21/6. (2005) 1097–1118.
<https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2004.03.003>
- [4] Sidor J. J., Chakravarty P., Bátorfi J. Gy., Nagy P., Xie Q., Gubicza J.: *Assessment of Dislocation Density by Various Techniques in Cold Rolled 1050 Aluminum Alloy*. Metals, 11/10. (2021) 1571.
<https://doi.org/10.3390/met11101571>
- [5] Taheri M., Weiland H., Rollett A.: *A method of measuring stored energy macroscopically using statistically stored dislocations in commercial purity aluminum*. Metallurgical and Materials Transactions A, 37/1. (2006) 19–25.
<https://doi.org/10.1007/s11661-006-0148-1>
- [6] Kubin L. P., Estrin Y.: *Evolution of dislocation densities and the critical conditions for the Portevin-Le Châtelier effect*. Acta Metallurgica et Materialia, 38/5. (1990) 697–708.
[https://doi.org/10.1016/0956-7151\(90\)90021-8](https://doi.org/10.1016/0956-7151(90)90021-8)
- [7] Csanádi T., Chinh N. Q., Gubicza J., Langdon T. G.: *Plastic behavior of fcc metals over a wide range of strain: Macroscopic and microscopic descriptions and their relationship*. Acta Materialia, 59/6. (2011) 2385–2391.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2010.12.034>
- [8] Csanádi T., Chinh N. Q., Gubicza J., Vörös G., Langdon T. G.: *Characterization of stress–strain relationships in Al over a wide range of testing temperatures*. International Journal of Plasticity, 54. (2014) 178–192.
<https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2013.08.014>
- [9] Nix W. D., Gao H.: *Indentation size effects in crystalline materials: A law for strain gradient plasticity*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 46/3. (1998) 411–425.
[https://doi.org/10.1016/S0022-5096\(97\)00086-0](https://doi.org/10.1016/S0022-5096(97)00086-0)

Sárgaréz lemez lézeres vágása

Laser Cutting of Brass Sheet

Fábián Enikő Réka,¹ Czigány Bence²

¹ Óbudai Egyetem, Bánki Donát Gépész és Biztonságtechnikai Mérnöki Kar. Anyag- és Gyártástudományi Intézet, Budapest, Magyarország, fabian.reka@bgk.uni-obuda.hu

² Bay Zoltán Alkalmazott Kutatási Közhasznú Nonprofit Kft. Budapest, Magyarország, czbence997@gmail.com

Abstract

Laser cutting of copper-based alloy sheets is very difficult due to their high reflectivity, which can be modified with graphitization. The optimal parameters for a 2.5 mm thick brass sheet were determined by examining the laser beam parameter variations and the laser cut kerfs. The best characteristics of kerfs were obtained when the surface was graphitized, the laser frequency was 200 Hz, the applied laser speed was 1400 mm/min on 2500 W power and the focal point was under the surface by 0.8 mm. The applied working gas was nitrogen.

Keywords: *brass, laser cutting, kerf.*

Összefoglalás

A rézötvözetek lézeres vágása kihívást jelent ezen anyagokon a lézertérny jelentős visszaverődése miatt. A CO₂ lézeres vágás paramétereinek hatástanulmányát sárgaréz lemezekon végeztük. A technológiai beállítások változtatásainak eredményeül kapott vágási rések tanulmányozása alapján választottuk ki a legmegfelelőbb beállításokat. A 2,5 mm vastagságú sárgaréz lemezen a legszebb vágási felületet grafitral bevont felületnél kaptuk, amikor a fókuszolt helyzete 0,8 mm-re volt a lemezfelület alatt, a lézerteljesítmény 2500 W, az impulzusfrekvencia 200 Hz és a haladási sebesség 1400 mm/min volt. Az alkalmazott munkagáz minden esetben nitrogén volt.

Kulcsszavak: *sárgaréz, lézeres vágás, vágási rés.*

1. Bevezetés

A gépgyártó iparban jelenleg használt lézeres megmunkálások közül a fémes és nemfémes anyagok lézeres vágása széles körben elterjedt [1–5]. A lézer a precíz működés, a rövid megmunkálási idő és a kis megmunkálási költség miatt jelentős előnyöket kínál a hagyományos technikákkal szemben. A vastag szelvények lézeres vágásakor lejátszódó fizikai folyamatok bonyolultak, és jelentősen befolyásolják a végtermék minőségét. A lézeres vágáskor alkalmazott technológiai beállítások, különösen a lézerteljesítmény, a fókuszáló lencse beállítása, a haladási sebesség, a munkagáz és annak nyomása befolyásolják a vágási szakasz fizikai folyamatait [6, 7]. A technológiai beállítások szabályozásával a jobb vágási minőség elérése a cél. Következésképpen a lézeres vágási

folyamatot befolyásoló technológiai beállítások vizsgálata szükséges a végtermék minőségének javítása érdekében.

Az ötvözetlen és az erősen ötvözött, rozsdamentes acélok lézeres vágását sokan tanulmányozták [8, 9]. Uslan [9] úgy találta, hogy CO₂-lézeres vágáskor a lézerteljesítmény változása a vágási folyamat során a vágási rés szélességi méretének jelentős változását eredményezi, amely kisebb lézerteljesítményeknél erőteljesebb. Az irodalmi adatok azt mutatják [10], hogy ausztenites acéloknál a munkadarab vastagságának növekedésével nő a vágási rés mérete, a hőhatásövezet mérete, azonban az impulzusfrekvenciának a növelésével a kialakuló vágási rés mérete nem lineárisan változik [10]. Vékony lemezeknél a kis frekvencia hozta a legnagyobb résszélességet [10].

A rézötvözetek csoportjába tartozó fémek vágása nehezebb, mint a korrózióálló acéloké, a matéria nagy hővezető képessége és nagy hőkapacitási együtthatója miatt. A folyamat előkészítésénél figyelembe kell venni, hogy a réz lézeres vágása annál nehezebb, minél vastagabb a lemez [11, 12]. A rézötvözetek nagy fényvisszaverő képessége bizonyos követelményeket támaszt a berendezésekkel szemben. Daurello és társai [12] szerint a rézlemez lézeres hegesztése a lézeres besugárzás alatt növesztett oxid rétegeinek (CuO és Cu₂O) átfedésével lehetséges. Ezek a kísérleti eredmények [12] (a lézersugárzás rézfelületi abszorpciójának növelése) a rézlemez vágásánál is alkalmazhatók. A réz és más fényvisszaverő fémek fényvisszaverő képessége csökken, amikor a fém felmelegszik, és meredeken csökken, amint az anyag megolvad [13]. A fókusztávolság (a fókuszpont és a vágandó munkadarab felső felületének távolsága) szintén befolyásolja a vágás eredményét. A szakirodalom szerint a maximális vágási sebesség akkor érhető el, ha a lézersugár fókuszfoltja vékony lemezek esetén a lemez felületén, vastag lemezeknél a lemeztavastagság körülbelül egyharmadával a felület alatt helyezkedik el [6]. A fókuszpontnak a munkadarab feletti helyzetét általában pozitív fókusztávolságnak, a fókuszpontnak a munkadarab alatti helyzetét általában negatív fókusztávolságnak nevezik. A vágási rés szélessége a fókuszpont helyzetétől függ [13, 14]. A fókuszpozíció megváltoztatása a foltméret változását jelenti a lemez felületén és annak belsejében. Ha a fókusztávolság nagyobb, a folt vastagabbá, a rés pedig egyre szélesebbé válik, ami viszont hatással van a hevített felületre, a rés méretére és a képződő olvadék távozási kapacitására. A rézlemez átlukasztásakor és vágásakor jellemzően nagy nyomású oxigént használnak vágógázként a folyamat megbízhatóságának növelése érdekében, mivel oxigén használata esetén a felületen a réz-oxid képződése csökkenti a sugárzás-visszaverő képességet. Sárgaréz esetében a nitrogén vágógáz jól működik [13]. Megközelítő útmutatásként a teljesítmény beállítása érdekében a szakirodalomban különböző rézlemezvastagságokra különböző, minimálisan szükséges csúcsteljesítményeket adnak meg [13].

2. Kísérleti adatok

A kísérletünk során sárgaréz lemezek vágását végeztük Trump TLF 5000 turbó CO₂-lézerrel. A vágási sebesség, a frekvencia és a fókuszfolt helyzetek hatását tanulmányoztuk. Az első kísérletsorhoz a fókuszfolt helyzetét 0,8 mm-re a felület alá állítottuk be. A szakirodalmi adatok alapján [13] 2,5 mm-es lemeztavastagsághoz 2500 W teljesítményt állítottunk be. Munkagázként nitrogént használtunk. Néhány vágási beállítást grafitozott felületen is kipróbáltunk, csökkentve a felület reflexióját.

Sikeresnek neveztük azokat a vágásokat, ahol a teljes átvágás megtörtént (egyenletes rés látható a lézerfej felületén ellentétes oldalon elhelyezkedő felületen). Amennyiben a bevitt energia kevésnek bizonyult, a megolvadt sárgaréz mennyisége visszaáramlott a lemezfelületre. Az alkalmazott technológiai adatokat az 1. táblázatban láthatjuk.

Sikeresnek neveztük azokat a vágásokat, ahol a teljes átvágás megtörtént (egyenletes rés látható a lézerfej felületén ellentétes oldalon elhelyezkedő felületen). Amennyiben a bevitt energia kevésnek bizonyult, a megolvadt sárgaréz mennyisége visszaáramlott a lemezfelületre. Az alkalmazott technológiai adatokat az 1. táblázatban láthatjuk.

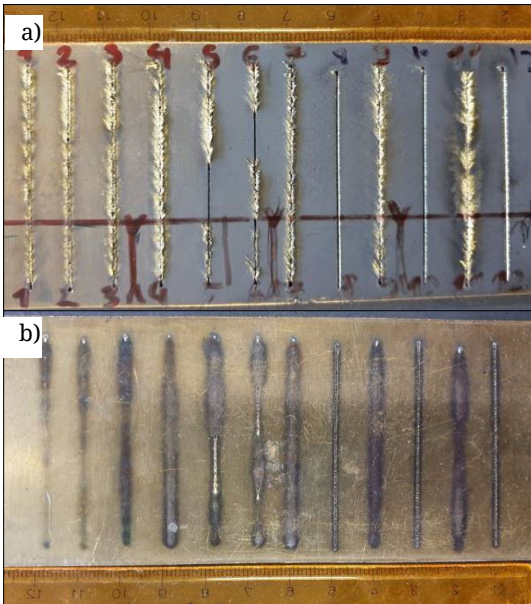
1. táblázat. Alkalmazott technológiai adatok

Sorszám	f (Hz)	v (mm/min)	Fókusz (mm)	Grafit	Sikeres
1	600	2250	-0,8	nem	nem
2	600	2000	-0,8	nem	nem
3	600	1800	-0,8	nem	nem
4	600	1600	-0,8	nem	nem
5	600	1400	-0,8	nem	részleges
6	200	1400	-0,8	nem	részleges
7	200	1400	-2	nem	nem
8	200	1400	-0,8	igen	igen
9	200	1600	-0,8	igen	nem
10	200	1200	-0,8	igen	igen
11	200	1500	-0,8	igen	nem
12	200	1000	-0,8	igen	igen

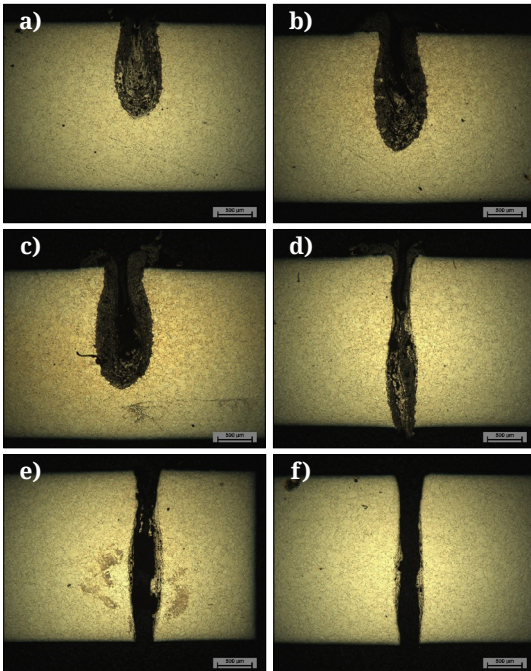
A vágási rések alakját, a vágási rés közelében látható szövetszerkezet jellegét a vágási végektől 25 mm-re vágott keresztirányú metszetekből készített metallográfiai csiszolatokon tanulmányoztuk polírozott és maratott állapotban, Neophot 2, illetve Olympus DSX fénymikroszkópokkal. Marószerként ammónium-peroxo-diszulfát 10%-os oldatát használtuk.

3. Kísérleti eredmények

Szemrevételezés során (1. ábra) megfigyelhető volt, hogy a 2,5 mm-es sárgaréz lemez 1400 mm/perc-nél nagyobb vágási sebesség esetén nem vágódott át a teljes lemeztavastagság, az olvadt anyag megjelenik a lemez felületén. Az 1400 mm/perc vágási sebesség mellett a vágás sikeressége a többi technológiai adattól függ. Amennyiben a fókuszpontot a lemez alsó oldalára helyeztük (7. vágás), a 6. vágási vonalhoz hasonló paraméte-



1. ábra. A vágási beállítások hatása $d = 2,5$ mm lemeznél, $P = 2500$ W. a) felülnézet b) alulnézet

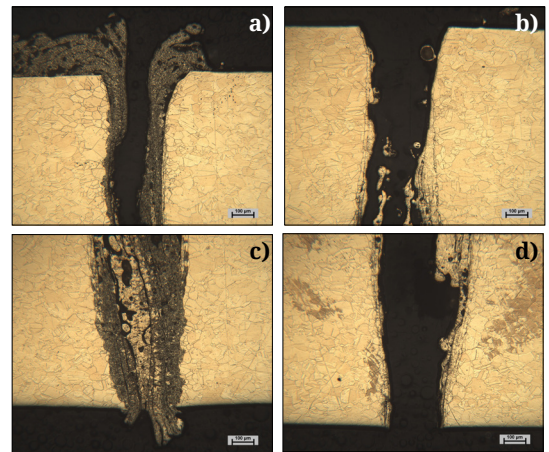


2. ábra. A vágási rés megjelenése a metallográfai csiszolatokon $f_p = -0,8$ mm
 a) $f = 600$ Hz, $v = 2000$ mm/min,
 b) $f = 600$ Hz, $v = 1800$ mm/min,
 c) $f = 600$ Hz, $v = 1600$ mm/min,
 d) $f = 600$ Hz, $v = 1400$ mm/min,
 e) $f = 200$ Hz, $v = 1400$ mm/min,
 f) $f = 200$ Hz, $v = 1400$ mm/min, grafitozott.

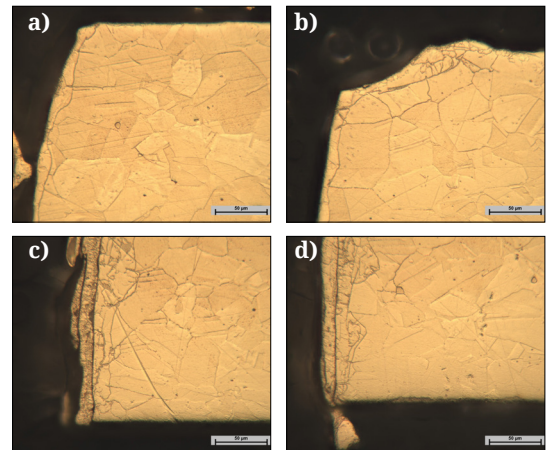
rekkel ($f_p = -0,8$, $f = 200$ Hz, $v = 1400$ mm/min) sok olvadt anyag kerül vissza a felületre, a vágás nem volt sikeres. A teljes lemezvastagságon átmenő vágási rés 1000 – 1400 mm/min vágási sebességgel volt lehetséges, amikor a fókuszpont a lemezvastagság $1/3$ részénél volt (**1–2. ábra**), különösen, ha a fényreflexiót grafitos festékekkel csökkentettük.

A keresztmetszeten látható, hogy a vágási sebesség csökkenésével az olvadt zóna egyre mélyebb lett (**2. ábra**) akkor is, ha nem volt sikeres a vágás. A maradt mintákon látszik, hogy az olvadt anyag és a salak a résen belül marad, ha a frekvencia nagy volt (**2–3. ábra**).

A frekvenciacsökkentés kevesebb maradék anyagot eredményez a rés felületén (**3–4. ábra**).



3. ábra. A frekvencia hatása a vágási résben maradó anyagmennyiségre, $v = 1400$ mm/min, $f_p = -0,8$ mm, grafit nélkül
 (a, c) $f = 600$ Hz (b, d) $f = 200$ Hz



4. ábra. Olvadt zóna megjelenése a vágási élen, $v = 1400$ mm/min, $f_p = -0,8$ mm $f = 200$ Hz
 (a, c) grafit nélkül, (b, d) grafittal

A grafitozott sárgaréz lemez vágásakor kisebb mennyiségű újraolvadt anyag figyelhető meg a vágási élen (4. ábra), és emiatt kisebb ezen a felületen az érdessége (4. ábra c, d). A grafitos festés mellett, hogy az erős fényvisszaverődés csökkentése révén védi a lézerberendezést, a vágási él felületi minőségét is javította.

A vágási sebesség csökkentése a vágási rést szélesíti, de egyenletesebb lesz a vágott felület (5. ábra), a vágási élen viszont több megolvadt anyag maradt (6. ábra).

4. Következtetés

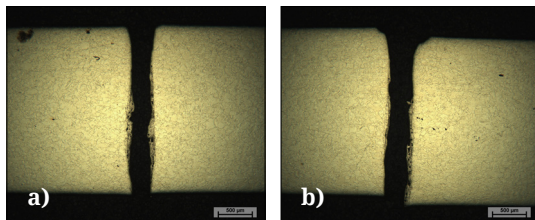
A 2,5 mm vastagságú sárgaréz lemezt átvágni CO₂-lézerrel, 2500 W lézerteljesítményen, grafitos felületnél, 1000–1400 mm/min közé eső vágási sebességgel sikerült, amikor a frekvencia 200 Hz és a fókusz síkja –0,8 mm volt.

Köszönetnyilvánítás

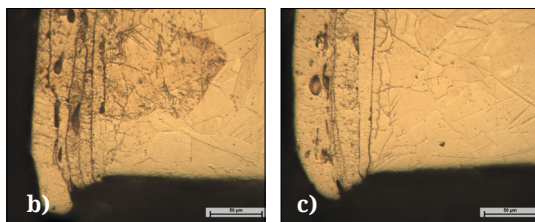
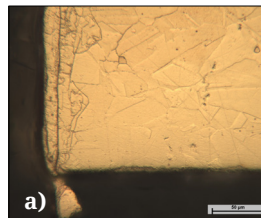
A szerzők köszönetet kívánnak mondani a Magyar Államnak, a Nemzeti Kutatási, Fejlesztési és Innovációs Hivatalnak, valamint az Európai Uniónak a 2020-1.1.2-PIACI-KFI-2020-00081. számú projekt támogatásáért.

Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Astashchenko V. I., Zapadnova N. N., Mukhamet-zianova G. F., Shafigullina A. N.: *Key concepts for production of high-quality parts*. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 240. (2017), v No 012007. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/240/1/012007>
- [2] Teregulov N. G., Sokolov B. K., Matveeva V. S.: *Quality of the processed surface during laser cutting and its control*. Kumertau Aviation Industrial Enterprise Institute, 2007.
- [3] Ronald D. Schaeffer: *Fundamentals of Laser Micromachining*. CRC Press. USA, 2012. 25.
- [4] John Powell: *CO₂ Laser Cutting*. Springer. USA, 1993.
- [5] Narendra B. Dahotre, Sandip P. Harimkar: *Laser Fabrication and Machining of Materials*. Springer. USA, 2008. 193–196.
- [6] Ion J.: *Laser Processing of Engineering Materials: Principles, Procedure and Industrial Application* eBook ISBN: 9780080492803. 2005. 347–369.
- [7] Bahman Zohuri: *Thermal Effects of High Power Laser Energy on Materials*. Springer. USA, 2016. 1.
- [8] Yilbas B. S.: *Laser cutting of thick sheet metals: Effects of cutting parameters on kerf size variations*. Journal of Materials Processing Technology (2008) 285–290. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2007.11.265>
- [9] Uslan I.: *CO₂ laser cutting: kerf width variation during cutting*. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engi-



5. ábra. A vágási sebesség hatása a vágott résre, $f_p = -0,8$ mm, $f = 200$ Hz, a) $v = 1400$ mm/min b) $v = 1000$ mm/min



6. ábra. A vágási sebesség hatása a vágási résre $f_p = -0,8$ mm $f = 200$ Hz a) $v = 1400$ mm/min b) $v = 1200$ mm/min c) $v = 1000$ mm/min

- neering Manufacture, 219. (2005) 571–577. <https://doi.org/10.1243/095440505X32508>
- [10] Keles O., Oner U.: *Laser Cutting Process: Influence of Workpiece Thickness and Laser Pulse Frequency on the Cut Quality*. Arabian Journal for Science and Engineering, 37. (2012) 2277–2286. <https://doi.org/10.1007/s13369-012-0306-2>
 - [11] Daurelio G., M. Dell' Erba, Cento L.: *Cutting Copper Sheets by CO₂ laser*. Lasers & Applications, 5/3. (1986) 59–64.
 - [12] Daurelio G., M. Giorelo G.: *Experimental techniques to cut and weld copper by laser. A review*. Materials and Manufacturing Processes, 6/4. (1991) 577–603. <https://doi.org/10.1080/10426919108934791>
 - [13] Valentin P. Gapontsev: *How to Laser Cut Copper and Other Reflective Metals*. Ph.D thesis, EU, 2021. <https://lasersystems.ipgphotonics.com/resources/blog/how-to-laser-cut-copper-and-other-reflective-metal>
 - [14] The focal point position effect on split. <https://www.xtlaser.com/optimal-laser-equipment-bunny>

A folyóképességet módosító polimerek kiválasztási módszere a harmadlagos kőolaj-kitermelésben

Selection Method of Flow Modifier Polymers for Chemical Enhanced Oil Recovery

Hartyányi Máté,¹ Nagy Roland,² Bartha László,³ Puskás Sándor⁴

¹ Pannon Egyetem, Veszprém, Magyarország, hartyanyi.mate@mk.uni-pannon.hu

² Pannon Egyetem, Veszprém, Magyarország, nroland@almos.uni-pannon.hu

³ Pannon Egyetem, Veszprém, Magyarország, bartha@almos.uni-pannon.hu

⁴ MOL Nyrt, Algyő, Magyarország, spuskas@mol.hu

Abstract

Chemically enhanced oil recovery methods can provide a solution to increase oil recovery. Of these, surfactant- polymer flooding is common. Efficient selection of polymers and surfactants is essential for a successful EOR project. Detailed selection of polymers is a lengthy task that involves a number of studies. Our goal is to create a fast polymer selection method based on which the most promising polymer can be selected.

Keywords: *polymer selection, dynamic viscosity, hydrodynamic diameter, enhanced oil recovery.*

Összefoglalás

A kőolajmező olajkihozatalának növelésére megoldást adhatnak a harmadlagos kőolaj-kitermelési módszerek. Ezek közül elterjedtek a polimer-tenzides, elárasztásos műveletek. A polimerek és a tenzidek hatékony kiválasztása elengedhetetlen a sikeres harmadlagos kitermelési projekt kivitelezéséhez. A polimerek részletes szelekciója általában hosszadalmas feladat, ami számos vizsgálatot foglal magában. Célunk egy olyan laboratóriumi, gyors polimerszelekciós módszer megalkotása, amely alapján kiválasztható a várhatóan legígéretesebb polimertípus. A polimerek oldhatóságának, az oldatok dinamikai viszkozitásának és a polimerek oldatbeli hidrodinamikai átmérőjének vizsgálatával kiválasztottuk a potenciálisan legjobb polimert.

Kulcsszavak: *polimerszelekció, dinamikai viszkozítás, hidrodinamikai átmérő, harmadlagos olajkitermelés.*

1. Bevezetés

A kőolaj-kitermelés fokozására 20-30 éve alkalmaznak polimereket [1]. A harmadlagos kőolaj-kitermelési módszerek közül elterjedt a vízdoldható polimerek felhasználása. A polimeres elárasztás révén ugyanis a beinjektált fluidum viszkozitásának megnövelésével csökken a relatív mobilitás és fokozható az olajkihozatal [2, 3]. E kőolaj-kitermelési módszert gyakran alkalmazzák tenzides elárasztással együtt [4]. Az ehhez felhasználandó polimerek és a tenzidek hatékony szelekciója elengedhetetlen a sikeres harmadlagos kitermelési (EOR) projekt kivitelezéséhez. Ezen célokra hasz-

nált polimereknek számos változata ismeretes [5, 6]. A polimergyártók általában javaslatokat tesznek potenciálisan alkalmazható polimertermékekre, azonban azok száma így is jelentős. A minőségi szelekciójuk hosszadalmas kutatómunkát jelentő feladat, ami számos vizsgálatot foglal magában [7, 8]. E folyamat végén kiválasztandók a leghatékonyabb polimerek, amelyekkel együtt folytatható a tenzidek szelekciója.

Célunk egy olyan gyors, polimerszelekciós módszer megalkotása volt, amellyel kiválaszthatók a célnak várhatóan legjobban megfelelő polimertermékek. Ez alapján már a részletesebb polimerszelekciós eljárás befejezése előtt megkezdhető a

tenzidek szelekciója is, és ezáltal a vizsgálatokhoz szükséges idő csökkenthető, azonban nem célunk a polimerek teljes körű vizsgálatának elhagyása.

2. Felhasznált anyagok

A vizsgálatokhoz a különböző viszkozitásnövelő polimereket (2.2. alfejezet) szintetikusan előállított modell rétegvízben (2.1. alfejezet) oldottuk. A polimereket 1 g/L koncentrációban adtuk a rétegvízhez, majd mágneses keverő segítségével az oldatokat zárt edényben, laboratóriumi hőmérsékleten, 8 órán keresztül kevertettük. A keverési idő letelte után az oldatokat 16 órán keresztül tároltuk.

2.1. Rétegvíz

A vizsgálatokhoz szintetikus rétegvizet használtunk, melyet a felhasználás előtt frissen készítettünk el. Ennek a szintetikus rétegvíznek az összetételét az **1. táblázat** tartalmazza.

1. táblázat. A vizsgálatokhoz használt szintetikus rétegvíz sók szerinti összetétele

Felhasznált só	Koncentráció, g/L
NaCl	0,5
CaCl ₂	0,2
NaHCO ₃	2,6
CH ₃ COONa	2,6
Összes sótartalom	5,9

A vizsgálatokhoz felhasznált sók mindegyike kristályvízmentes, analitikai tisztaságú vegyszer volt.

2.2. Polimerek és oldatok

Munkánk során a gyakorlatban általánosan használt, molekulaszervezetükben hasonló poli-akrilamid és akrilnitril-terc-butilszulfonát kopolimer szintetikus polimer vizes oldatait vizsgáltuk. A vizsgált polimerek granulátum formában álltak rendelkezésre. A fontosabb tulajdonságokat a **2. táblázat**ban foglaltuk össze.

2. táblázat. A vizsgált polimerek és azok fontosabb tulajdonságai [9]

Polimer jele	Átlagos molekulatömeg	Anionos jelleg
FP AN125VLM	nagyon kicsi	közepes
FP AN125	közepes	közepes
FP AN125SH	nagy	közepes
FP AN125VHM	nagyon nagy	közepes

A felhasznált polimerek között azok átlagos molekulatömegében volt eltérés.

3. Vizsgálati módszerek

A polimeroldatok jellemzésére vizsgáltuk az oldhatóságukat, mértük a dinamikai viszkozitást, és elvégeztük a hidrodinamikai átmérő meghatározását.

3.1. Az oldhatóság vizsgálata

Az oldhatóságot egyrészt szemrevételezéssel vizsgáltuk. Annak érdekében, hogy fizikai megnyilvánulást tudjunk rendelni hozzá, ezért spektrofotometriás módszerrel az oldat fényáteresztő képességét (transzmittanciáját) mértük Avantes gyártmányú spektrofotométerrel. A vizsgálatokat 520 nm hullámhosszú fényvel végeztük; 100%-nak vettük, ha a fényt teljes mértékben átengedte az oldat, és 0%-nak, amikor a besugárzott fény nem jutott át az 1 cm-es mérőcellában levő oldaton.

3.2. A viszkozitás mérése

A vizsgálataink során az oldatok dinamikai viszkozitásának mérésére Anton Paar gyártmányú, VM 3000 Stabinger Viscometer típusú, automata viszkozimétert használtunk. A viszkozitás mérése rotációs elven működik. A készülék a vizsgálatokat állandó 100 1/s nyírési sebességgel végzi, és ez alapján határozza meg a dinamikai viszkozitást.

3.3. A hidrodinamikai átmérő meghatározása

A vizsgálataink során az oldatban levő polimer hidrodinamikai átmérőjének mérésére Malvern Nano ZS típusú berendezést használtunk. A méréseket 25 °C hőmérsékleten végeztük.

4. Eredmények

4.1. A polimerek oldhatósága

A polimerek oldhatósága az alkalmazhatóságuknak egyik kulcskritériuma, ezért ezt a tulajdonságot szelekciós feltételnek tekintettük. Azt a polimert, amelyik nem oldható teljes mértékben, kizártuk a további vizsgálatokból. Az eredményeket a **3. táblázat**ban foglaltuk össze.

A vizsgált polimerek mindegyike oldódott az alkalmazott rétegvízben. Nem tapasztaltunk zavarosodást vagy kiválást, ezért mindegyiket alkalmasnak találtuk további vizsgálatokra.

3. táblázat. A vizsgálatokhoz felhasznált polimerek oldhatóságvizsgálatának eredményei

Polimer jele	Transzmittancia, %	Küllem
FP AN125VLM	100	transzparens
FP AN125	100	transzparens
FP AN125SH	100	transzparens
FP AN125VHM	100	transzparens

4.2. A polimeroldatok dinamikai viszkozitása

A polimeroldatok 80 °C hőmérsékleten mért dinamikai viszkozitás adatait a **4. táblázat**ban foglaltuk össze.

4. táblázat. A vizsgált polimeroldatok dinamikai viszkozitása 80 °C hőmérsékleten

Polimer jele	Dinamikai viszkozitás (80 °C), mPa·s	Rangsor
FP AN125VLM	1,58	Nincs rangsorolva
FP AN125	2,52	3
FP AN125SH	2,88	2
FP AN125VHM	4,09	1

A 80 °C hőmérsékleten mért értékek közül a legnagyobb dinamikai viszkozitást értékeltük a legjobb eredménynek. Továbbá feltételként határoztuk meg, hogy a polimeroldat dinamikai viszkozitása nagyobb legyen, mint a kőolaj 80 °C hőmérsékleten mért értéke, ami 2,43 mPa·s. Ez utóbbi alapján a Fp AN125VLM nem felelt meg a kritériumnak.

4.3. A polimerek hidrodinamikai átmérője

A polimerek oldatbeli hidrodinamikai átmérőjének vizsgálati eredményeit az **5. táblázat**ban foglaltuk össze.

5. táblázat. A vizsgálatokhoz felhasznált polimerek oldatbeli hidrodinamikai átmérője

Polimer jele	Hidrodinamikai átmérő, nm
FP AN125	385,9
FP AN125SH	420,8
FP AN125VHM	777,7

A tárolóba besajtolt polimerek oldatának át kell jutnia a porózus közetben. A polimerek oldatbeli hidrodinamikai átmérője a kőolajtároló közetnek pórustorka és a polimer kiszűrődése közti kapcsolatot számos tanulmányban vizsgálták [10]. Elsőként Oort és munkatársai [11] fogal-

mazták meg az „1/3:1/7 szabályt, amely szerint a polimer hidrodinamikai átmérője, ha meghaladja a pórustorok átmérőjének 1/7-ét, akkor a pórusokban csapdázódni fog, és polimervesztéshez vezet. A vizsgálatoknál alapul szolgáló kőolajmező esetén az átlagos pórustorok-átmérő 5 µm volt. Ezért a maximális hidrodinamikai átmérőt 714,2-nm-nek vettük, és amelyik polimer esetén ez az érték nagyobb volt (FP AN125VHM), azt kizártuk a vizsgálati sorból.

4.4. Összesített értékelés

A polimerek vizsgálata során elsőként az oldhatóságot vizsgáltuk meg. Ez alapján a polimerek mindegyike megfelelt a követelményeknek. Ezt követően az oldatok dinamikai viszkozitását vizsgáltuk meg, ahol kritériumnak vettük, hogy a polimeroldat dinamikai viszkozitása nagyobb legyen a kőolaj dinamikai viszkozitásánál. A polimerek feladata a dinamikai viszkozitás növelése, ezért rangsort állítottunk fel az eredmények alapján. Ezt követően vizsgáltuk a polimerek oldatbeli hidrodinamikai átmérőjét, ahol kritériumnak támasztottuk, hogy az kisebb legyen az átlagos pórustorok-átmérő 1/7-énél. A vizsgálatokat és a kritériumokat a **6. táblázat**ban foglaltuk össze.

6. táblázat. Vizsgálatok és kritériumok

Vizsgálat	Kritérium
Oldhatóság	Teljes oldódás, transzparens oldat
Dinamikai viszkozitás	Nagyobb a kőolaj viszkozitásánál, lehető legnagyobb viszkozitásnövelő hatás
Hidrodinamikai átmérő	Kisebb, mint 1/7 pórustorok-átmérő

A kritériumrendszer alapján a szelekció végén két polimert találtunk alkalmasnak. Ezek az FP AN125 és az FP AN125SH jelű polimerek voltak. A dinamikai viszkozitás adatok alapján az utóbbit tartjuk előnyösebbnek. E két polimerrel (tenzidekkel alkalmazva) kizsűrítési vizsgálatokat is végeztek a Miskolci Egyetem Alkalmazott Földtudományi Kutatóintézetében.

7. táblázat. Polimer-tenzid együttesen végzett kizsűrítési vizsgálatok eredményei

Polimer jele	Többletolaj-kihozatal, %
FP AN125	26,6
FP AN125SH	31,9

Az eredmények alapján az általunk is előnyösebbnek ítélt polimerrel (FP AN125SH) végzett vizsgálatok esetén több mint 5%-kal nagyobb olajkihozatal volt elérhető.

A kidolgozott polimerkiválasztási módszert alkalmasnak találtuk egy előzetes, gyors döntés meghozatalára, amellyel kiválasztható az a polimer, amelyik a leghatékonyabb lehet a cEOR-célokra, valamint tenzidekkel együtt végzett további vizsgálatokhoz.

Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Mohd T. T., Taib N. M., Adzmi A. F., Ab Lah N. N., Sauki A., Jaafar M. Z.: *Evaluation of polymer properties for potential selection in enhanced oil recovery*. Chemical Engineering Transactions, 65. (2018) 343–348.
<https://doi.org/10.3303/CET1865058>
- [2] Mandal A., Verma J.: *Potential effective criteria for selection of polymer in enhanced oil recovery*. Petroleum Science and Technology, 40/7. (2022) 879–892.
<https://doi.org/10.1080/10916466.2021.2007951>
- [3] Sorbie K. S.: *Polymer-improved oil recovery*. 1. kiadás. Springer Science & Business Media, New York, 1991. 1–4.
- [4] Mahajan S., Yadav H., Rellegadla S. et al.: *Polymers for enhanced oil recovery: fundamentals and selection criteria revisited*. Applied Microbiology and Biotechnology, 105. (2021) 8073–8090.
<https://doi.org/10.1007/s00253-021-11618-y>
- [5] Shaw D. J.: *Introduction to colloid surface chemistry*. 4. kiadás, Butterworths-Heinemann, Oxford, 1992.
- [6] McCormick C. L.: *Structural Design of Water-Soluble Copolymers*. In: Water-Soluble Polymers, ACS Symposium Series, Foreword: Synthesis, Solution Properties, and Applications. (Szerk.: Shalby W.S., McCormick C.L., Butler G.B.). American Chemical Society, Washington DC, 1991. 2–25.
- [7] Levitt D., Pope G. A.: *Selection and screening of polymers for enhanced-oil recovery*. In: SPE symposium on improved oil recovery. Society of Petroleum Engineer, 2008, January.
- [8] Rellegadla S., Prajapat G., Agrawal A.: *Polymers for enhanced oil recovery: fundamentals and selection criteria*. Applied Microbiology and Biotechnology, 101/10. (2017) 4387–4402.
<https://doi.org/10.1007/s00253-017-8307-4>
- [9] <https://www.snf.us/wp-content/uploads/2014/08/EOR-Oil-30-Years-of-EOR1.pdf> (letöltve: 2020. október 18.).
- [10] Guo Hu.: *How to select polymer molecular weight and concentration to avoid blocking in polymer flooding?* In: SPE Symposium: Production Enhancement and Cost Optimisation. Kuala Lumpur, Malaysia, 2017.
<https://doi.org/10.2118/189255-MS>
- [11] van Oort E., Van Velzen J. F. G., Leerlooijer K.: *Impairment by suspended solids invasion: testing and prediction*. SPE Production & Facilities, 8/3. (1993) 178–184.
<https://doi.org/10.2118/23822-PA>

Mátrixanyagukban erősített, kerámia gömbhéjjal töltött, szintaktikus fémhabok

Reinforced Matrix Syntactic Foams Filled with Ceramic Hollow Spheres

Maróti János Endre,^{1, 2,a} Szovák Benedek,^{2,b} Orbulov Imre Norbert^{1, 2,c}

¹ MTA-BME Lendület Kompozit Fémhabok Kutatócsoport, Budapest, Magyarország

² Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Gépészmérnöki Kar, Anyagtudomány és Technológia Tanszék, Budapest, Magyarország

^a maroti.janos.endre@gpk.bme.hu, ^b szovak.benedek@edu.bme.hu, ^c orbulov.imre.norbert@gpk.bme.hu

Abstract

Metal matrix syntactic foams are cellular materials in which the matrix is metal and within that matrix are non-metallic cells formed by filler material. These materials have low density, and besides that, they have high compressive strength and energy absorption. The main goal was to improve these properties by reinforcing the matrix with ceramic grains. During the experiment, molten A356 aluminium (7Si-0,3Mg) was infiltrated between the mixture of the filler and the reinforcement material. The specimens were produced with low-pressure infiltration. Different reinforcement materials were used: aluminium-oxide with three different grain sizes and colour designations and one type of silicon carbide. After heat-treatment, standardised compression tests were executed on the specimens. The results were compared to the results of the non-reinforced samples.

Keywords: *syntactic metal foam, reinforcement in matrix material, compression test.*

Összefoglalás

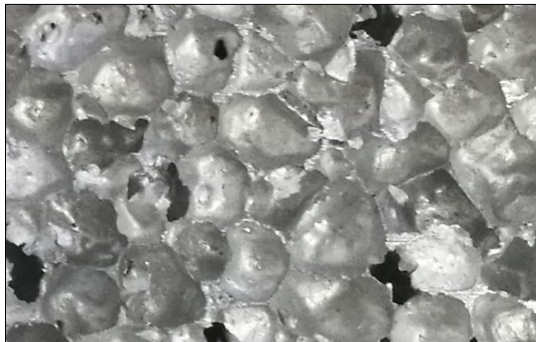
A szintaktikus fémhabok olyan cellás szerkezetű anyagok, amelyekben a mátrixanyag fém, és ebben a befoglaló anyagban találhatóak töltőanyag bejuttatásával kialakított cellák. Ezek az anyagok kis sűrűségük mellett jó törőszilárdsággal és energiaelnyelő képességgel rendelkeznek. Ezen tulajdonságok javítását céloztuk meg a kutatás során kerámia erősítőanyag mátrixanyagba való bejuttatásával. A kísérletek során C795 alumínium-oxid kerámia gömbhéj töltőanyag és kerámia erősítőanyag keveréke közé infiltráltunk A356 alumínium-ötvözet (7Si-0,3Mg) olvadékot. A gyártást kisnyomásos infiltrációs öntéssel végeztük. Több eltérő erősítőanyagot vizsgáltunk, három eltérő szemcseméretű alumínium-oxidot és egy típusú szilícium-karbidot. A mintákat hőkezeltük, majd szabványos zömítővizsgálatnak vetettük alá. A mérések során kapott eredményeket az erősítetlen minták eredményeivel hasonlítottuk össze.

Kulcsszavak: *szintaktikus fémhab, mátrixanyagában erősítés fémhab, zömítővizsgálat.*

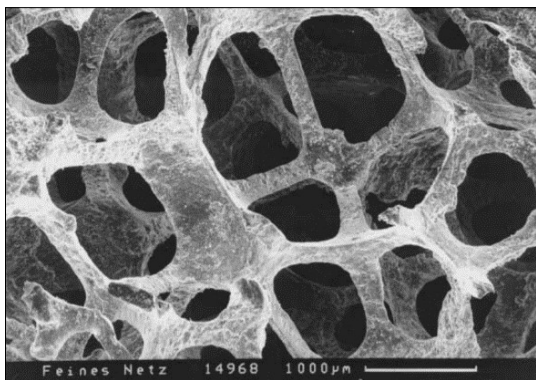
1. Bevezetés

Napjainkban mérnöki felhasználási területen egyre jobban teret nyernek a porózus, cellás szerkezetű anyagok, ezek egyik csoportja a mi kutatásunk témája: a fémhabok. Térnyerésüket kis sűrűségüknek, nagy energiaelnyelő képességüknek és szilárdságuknak köszönhetik.

A fémhabokat szerkezetük alapján két csoportra oszthatjuk: nyílt és zárt cellás anyagokra. A különbség a két csoport között, mint az a nevékből is következik, hogy az anyagban található cellák mennyire különböznek el egymástól. A zárt cellás habok (1. ábra) esetén az egyes üregek teljesen elhatárolódnak egymástól, míg nyílt cellás habok



1. ábra. Zárt cellás fémhabról készült felvétel



2. ábra. Nyílt cellás fémhabról készült felvétel [1]

(2. ábra) esetén az egymás melletti cellák között nincs anyaghatár, az anyaghiányos területek összeérnek.

A korábban említett tulajdonságok további javítására, illetve a felhasználási terület által indokolt lokális módosítására többféle módszert is kidolgoztak. E habokat az angol nyelvű szakirodalom funkcionális fémhabnak nevezi, ahol a cél a fémhab előbb említett előnyei mellett általában a szerkezetből adódó előnyök kialakítása. Erre példa a csővel körülvelet, fémhabalapú kompozitok gyártása, amely szerkezetek ellenállnak a hajlító igénybevételnek is [2], illetve a töltőanyag eloszlásának és mennyiségének változtatása a fémhab különböző részein előre meghatározott módon [3–5].

A szilárdsági tulajdonságok változtathatóak továbbá azonos anyagú, de eltérő méretű, illetve eltérő fajtájú töltőanyagok keverékének alkalmazásával. A szilárdsági tulajdonságok változtathatók azonos anyagú, de eltérő méretű töltőanyagok alkalmazásával vagy különböző anyagú töltőanyagok keverésével [6–8]. Nem erősített habok esetén ez a gyártási paraméterek változtatásával érhető el [9].

Kutatásunk fő célja egy új kutatási terület vizsgálata, a mátrixanyagában erősített szintaktikus fémhabok gyártása és fejlesztése, valamint mechanikai tulajdonságaik feltérképezése kvázisztaktikus zömítővizsgálattal.

Kerámia nano- és mikrorészecskéket sikeresen alkalmaztak tömör kompozitok esetén [10–12]. Esetünkben a nano-, illetve mikromérettartomány-beli erősítőanyag alkalmazása nem lehetséges, mivel az infiltrálás közben rosszul keveredne a milliméteres mérettartományú töltőanyaggal, és az olvadék leszorítaná a minta aljára. Ettől függetlenül a kerámiaszemcsék tulajdonságait figyelembe véve azt a hipotézist állítottuk fel, hogy a 0,1–1 mm mérettartomány-beli szemcseméretű erősítőanyag is javítani fogja a vizsgált mechanikai tulajdonságokat.

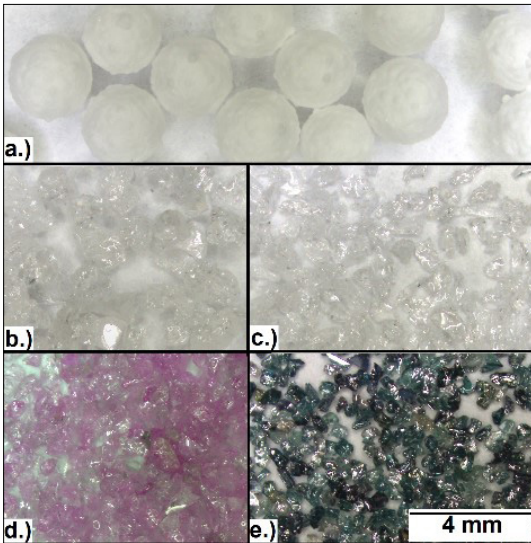
2. Anyagok és módszerek

2.1. Felhasznált anyagok

Kutatásunk során A356 alumíniumötvözet (7Si-0,3Mg) mátrixanyagot használtunk. Töltőanyagként a Hollomet GmbH által forgalmazott Globocer® kerámia gömbhéjat alkalmaztunk. A kerámia gömbhéjak anyaga C795 jelölésű alumínium-oxid, átmérője $2,29 \pm 0,16$ mm [13, 14]. A gömbhéj üreges belseje adja majd a fémhab porozitását. Az erősítőanyag szerepét a Granit Csiszolószerszámgyártó Kft.-től beszerzett, csiszolóanyagként forgalmazott Al_2O_3 - és SiC-szemcsék töltötték be. A töltőanyagról és az erősítőanyagokról készült sztereomikroszkópos felvételek a 3. ábrán láthatók. Az erősítőanyagok névleges méretét a gyártó által megadott szitasor alapján tudjuk, amely egy intervallumot ad meg, a pontos méret meghatározásának érdekében a készített mikroszkópos felvételeket értékeltük ki, az eredményeket az 1. táblázat tartalmazza.

1. táblázat. Az erősítőanyagok átlagos szemcseméretei

Erősítő anyag	Névleges méret (mm)	Mért méret (mm)
FS 18 Al_2O_3	FS 18 (1 mm – 1,4 mm)	1,20±0,21
FS 40 Al_2O_3	FS 40 (0,4 mm – 0,7 mm)	0,63±0,09
FS 46 Al_2O_3	FS 46 (0,35 mm – 0,6 mm)	0,51±0,08
FS 46 SiC	FS 46 (0,35 mm – 0,6 mm)	0,45±0,09



3. ábra. Töltőanyag (a), FS 18 Al_2O_3 (b), FS 40 Al_2O_3 (c), FS 46 Al_2O_3 (d), és FS 46 SiC (e) sztereomikroszkóp felvétele

2.2. Vizsgálati próbatetek gyártása

Minden vizsgált minta esetén 20% térfogatrésznyi erősítőanyagot alkalmaztunk. Az erősítőanyagot és a töltőanyagot kézi keveréssel elegyítettük, amíg szemrevételezés alapján megállapítottuk, hogy megfelelő mértékben eloszlott az erősítőanyag a töltőanyag közt.

A felhasznált $40 \times 50 \times 240$ mm befoglaló méretű öntőminták belső felületét grafitlakkal kezeltük az öntvény eltávolításának megkönnyítése végett, ehhez grafitzsprét használtunk. A minta gázatlanító furatát alumínium-oxid paplannal tömítettük, amely lehetővé teszi az öntés során a töltőanyag közé rekedt levegő távozását, de megakadályozza az olvadékkiváramlást.

A keveréket öntőmintába való betöltése után felül acélhálóval rögzítettük. Ez azért szükséges, mivel a töltőanyag olvadékhoz viszonyított kis sűrűsége miatt felúszna annak tetejére, ami inhomogenitási problémákat okozna. Ezután a betöltött öntőmintákat kemencében előhevítettük 600 °C-ra, és ezen a hőmérsékleten 1 órán át hőn tartottuk.

Az A356 (7Si-0,3Mg) mátrixanyagot indukciós kemencében olvasztottuk meg, és kis viszkozitású olvadékállapotig hevítettük. A kemence kikapcsolása után az olvadék-hőmérsékletet digitális hőmérővel mérve 840 °C-on az olvadékot beöntöttük az öntőmintába. Ezt követően ráhelyeztük a gázbevezető pipát, ezzel együtt rögzítettük a megfogó keretben, végül ráengedtük az argon-

gázt 5 bar nyomáson. Ez átréselte az olvadékot a keverékünk között.

A mintákat levegőn hűtöttük le, a tömböket vágótárcsával vágtuk ki az egyszer használatos öntőmintákból. Az egyes tömbökből 4-4 darab, $30 \times 30 \times 40$ mm befoglaló méretű próbatestet munkáltunk ki zömítés, illetve 10 mm vastag mintákat mikroszerkezeti vizsgálat céljára.

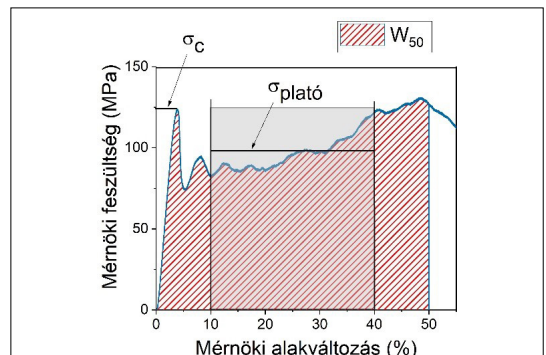
A mintákat T6-os, kiválásos keményítő hőkezelésnek vetettük alá szilárdságnövelés céljából. Első lépésként 300 °C/óra sebességgel hevítettük 535 °C-ra, ezen a hőmérsékleten 4 órán át hőn tartottuk, majd vízben hűtöttük, ezzel homogenizálva a munkadarabokat. Második lépésként 200 °C/óra sebességgel hevítettük 150 °C-ig, 15 órán át hőn tartottuk, majd vízben hűtöttük [15], ez szolgált mesterséges öregítésként.

2.3. Mérési módszerek

A mikroszerkezeti vizsgálatra szánt mintákat csiszoltuk (P60-P4000 csiszolópapírral) és políroztuk (3 μ m-es és 1 μ m-es szemcse nagyságú gyémántszuszpenzió), majd fémmikroszkópon és sztereomikroszkópon vizsgálatot végeztünk.

A kimunkált próbatesteket ISO 13314:2011 [16] szerinti szabványos zömítővizsgálatnak vetettük alá a mechanikai tulajdonságok meghatározására. A kvázisztatikus zömítővizsgálatot MTS 810 univerzális, hidraulikus anyagvizsgáló gépen végeztük 250 kN-os erőmérő cellával. A vizsgálat 4 mm/perc keresztfej-elmozdulási sebességgel legalább 50% alakváltozásig tartott. A súrlódás csökkentése érdekében $0,3$ mm vastagságú Kolofole-nylon fóliát helyeztünk a nyomószerszám és a próbatest érintkező felületei közé.

A zömítővizsgálat során kapott erő-keresztfej-elmozdulás adatpárok felhasználásával mérnöki feszültség-mérnöki alakváltozás görbéket ábrázoltunk (4. ábra), amelyeken vizsgáltuk a



4. ábra. A vizsgált mechanikai tulajdonságok értelmezése

törőszilárdságot (σ_c), ami a zömítőgörbe első lokális maximuma, a platófeszültséget ($\sigma_{\text{plató}}$), amit a 10% és 40% alakváltozás közti átlagos feszültségértékként határoztunk meg, és az 50%-os alakváltozásig elnyelt energiát (W_{50}), amely a görbe alatti terület az említett 50% alakváltozási határig.

3. Eredmények

A mikroszerkezeti vizsgálatok során megállapítottuk, hogy a mátrix és a töltőanyag, illetve a mátrix és az erősítőanyag közt megfelelő kapcsolat alakul ki infiltrálás során, nagyméretű porozitási és felületi kiválási hibák nem jöttek létre (5. ábra).

A minták előkészítése során abba a problémába ütköztünk, hogy csiszolás során a nagy keménységű erősítő- és töltőanyag kifordított szemcséket a csiszolópapírból.

Az erősített minták vizsgálata során kapott görbéket összehasonlítva az erősítetlen minta görbéjével láthatjuk, hogy az erősítőanyag minden esetben növelte a törőszilárdságot. A platótartományban azonban az erősítetlen szintaktikus fémhab görbéje monoton növekedő jelleget mutat az erősítettekével ellentétben (6. ábra).

A vizsgálatok eredményeit táblázatos formában foglaltuk össze (2. táblázat).

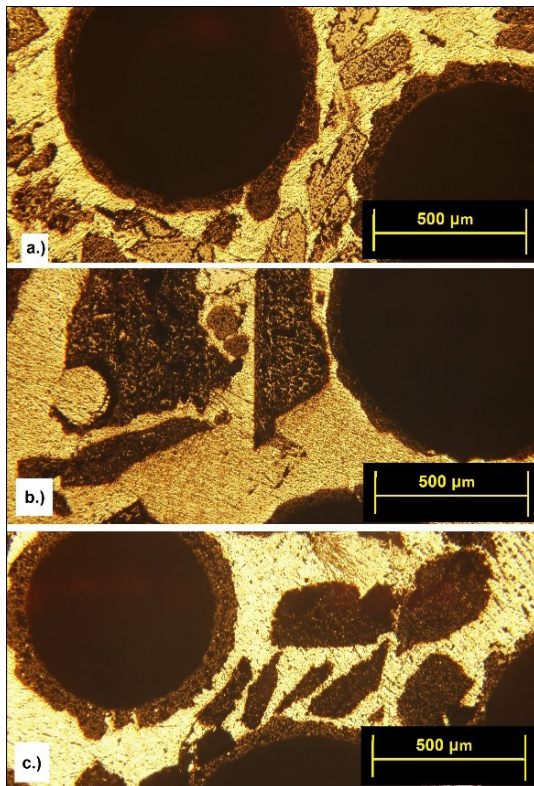
2. táblázat. A vizsgált tulajdonságok átlagértékei

	Sűrűség (g/cm ³)	σ_c (MPa)	W_{50} (J/cm ³)
Erősítetlen	1,65±0,02	108,24±6,49	44,50±2,49
FS 46 SiC	1,78±0,06	124,94±4,61	39,50±4,65
FS 40 Al ₂ O ₃	1,85±0,08	133,11±2,67	41,23±2,13
FS 46 Al ₂ O ₃	1,79±0,08	116,42±9,83	36,42±4,20
FS 18 Al ₂ O ₃	1,88±0,07	133,76±7,79	43,90±3,21

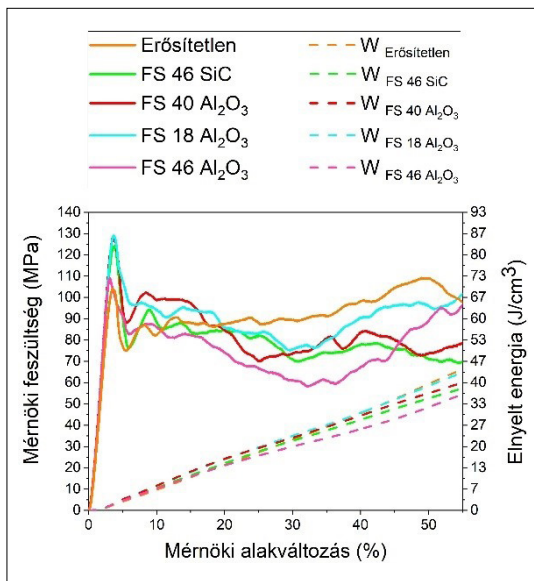
A görbék kiértékelése során azt az eredményt kaptuk, hogy az erősített minták a rugalmas alakváltozási szakaszban több energiát képesek elnyelni, mint az erősítetlen, mivel nagyobb feszültségértékeket érnek el. A legtöbb energiát az erősítetlen minta nyelte el az 50% alakváltozási határig, mivel az erősítőanyag adagolásával ridegebbé vált az anyag, ebből kifolyólag a képlékeny alakváltozási szakaszban kevesebb energiát képes elnyelni.

4. Következtetések

A kutatásunk során kapott eredményekből az alábbi következtetésekre jutottunk:



5. ábra. A kialakult szerkezet FS 46 SiC (a), FS 18 Al₂O₃ (b) és FS 40 Al₂O₃ (c) erősítőanyag alkalmazása esetén (fém-mikroszkópi felvétel)



6. ábra. Az egyes próbatetek mérnöki feszültség–mérnöki alakváltozás és elnyelt energia–mérnöki alakváltozás görbéi

- Az infiltrálás alkalmas eljárás mátrixanyagában erősített szintaktikus fémhabok gyártására, az erősítőanyag megfelelő mértékben, egyenletesen eloszlik a töltőanyag között.
- Megfelelő szerkezet alakul ki, nem jelentkeznek határfelületi kiválások vagy porozitási hibák.
- Nem minden esetben érdemes erősítőanyagot alkalmazni:
 - A kerámia töltőanyag önmagában jó mechanikai tulajdonságokat biztosít.
 - Elsősorban a törőszilárdság növelésére alkalmas az erősítőanyag, átlagosan több mint 17%-kal növeltük a törőszilárdságot.
 - Az általunk használt erősítőanyagok közül az FS 18 Al₂O₃ érte el a legnagyobb szilárdságot.

Köszönetnyilvánítás

A bemutatott kutatás a BME-NVA-02. számú projekt részeként az Innovációs és Technológiai Minisztérium Nemzeti Kutatási Fejlesztési és Innovációs Alapból nyújtott támogatással, a TKP2021 pályázati program finanszírozásában valósult meg, valamint a kutatást támogatta az NKFIH Alap (TKP2020 IES, tsz.: BME-IE-NAT; TKP2020 NC, tsz.: BME-NCS) az Innovációs és Technológiai Minisztérium vezetése alatt. Ezt a munkát részben az Országos Tudományos Kutatási Alapprogramok támogatta az OTKA-FK_21 138505 támogatási szerződés keretében.

Szakirodalmi hivatkozások

- [1] J. Banhart: *Manufacture, characterization and application of cellular metals and metal foams*. Progress in Materials Science, 46/6. (2001) 559–632. [https://doi.org/10.1016/S0079-6425\(00\)00002-5](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(00)00002-5)
- [2] Kincses D. B., Károly D., Bukor Cs.: *Production and testing of syntactic metal foams with graded filler volume*. Materials Today: Proceedings, 45. (2021) 4225–4228. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.12.163>
- [3] Kemény A., Leveles B., Kincses D. B., Károly D.: *Manufacturing and Investigation of In Situ and Ex Situ Produced Aluminum Matrix Foam-Filled Tubes*. Advanced Engineering Materials, 24/1. (2022) 2100365. <https://doi.org/10.1002/adem.202100365>
- [4] Kincses D. B., Kemény A., Leveles B., Károly D.: *Csővel körülölelt fémhabalapú kompozitok gyártása, hőkezelése és vizsgálata*. Acta Materialia Transylvanica, 4/2. (2021) 93–96. <https://doi.org/10.33923/amt-2021-02-07>
- [5] Movahedi N., Conway S., Belova I. V., Murch G. E., Fiedler T.: *Influence of particle arrangement on the compression of functionally graded metal syntactic foams*. Materials Science and Engineering: A, 764. (2019) <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138242>
- [6] Kemény A., Leveles B., Bubonyi T., Orbulov I. N.: *Effect of particle size and volume ratio of hollow spheres on the mechanical properties of bimodal composite metal foams*. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 140. (2021) <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2020.106152>
- [7] Orbulov I. N., Dobránszky J.: *Producing metal matrix syntactic foams by pressure infiltration*. Periodica Polytechnica Mechanical Engineering, 52/1. (2008) 35–42. <https://doi.org/10.3311/pp.me.2008-1.06>
- [8] Muhammad A. N., Gábora A., Mankovits T.: *Influence of the Manufacturing Parameters on the Compressive Properties of Closed Cell Aluminium Foams*. Periodica Polytechnica Mechanical Engineering, 64/2. (2020) 172–178. <https://doi.org/10.3311/PPme.16195>
- [9] Zamanai N. A. B. N., Iqbal A. K. M. A., Nuruzaman D. M.: *Fabrication and characterization of Al₂O₃ nanoparticle reinforced aluminium matrix composite via powder metallurgy*. Materials Today: Proceedings, 29/1. (2020) 190–195. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.05.541>
- [10] Sivananthan S., Ravi K., Samuel C. S. J.: *Effect of SiC particles reinforcement on mechanical properties of aluminium 6061 alloy processed using stir casting route*. Materials Today: Proceedings, 21/1. (2020), 968–970. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.09.068>
- [11] Zaiemyekheh Z., Liaghata G. H., Ahmadi H., Khan M. K., Razmakhah O.: *Effect of strain rate on deformation behavior of aluminum matrix composites with Al₂O₃ nanoparticles*. Materials Science & Engineering: A, 753. (2019), 276–284. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.03.052>
- [12] Dhanashekar M., Loganathan P., Ayyanar S., Mohan S. R., Sathish T.: *Mechanical and wear behaviour of AA6061/SiC composites fabricated by powder metallurgy method*. Materials Today: Proceedings, 21/1. (2020), 1008–1012. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.10.052>
- [13] ASM Handbook. Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials; ASM International: Materials Park, OH, USA, 1995; Volume 2.
- [14] Szlancsik A., Katona B., Kemény A.: *On the Filler Materials of Metal Matrix Syntactic Foams*. Materials, 12/12. (2019), 2023. <https://doi.org/10.3390/ma12122023>
- [15] Peng J., Tang X., He J. Xu D.: *Effect of heat treatment on microstructure and tensile properties of A356 alloys*. Trans. Nonferrous Met. Soc. China 21. (2011) 1950–1956. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(11\)60955-2](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(11)60955-2)
- [16] ISO 13314:2011 – Mechanical testing of metals – Ductility testing – Compression test for porous and cellular metals. ISO133122011 – Mech. Test. Met. – Ductility Test. – Compression Test Porous Cell. Met. 2011.

Koagulálószeres alkalmazási lehetőségeinek vizsgálata háztartási szürkevíz frakció esetén

Investigation of the Application of Coagulants in case of Domestic Greywater Fraction

Murguly Zsófia,¹ Bodnár Ildikó²

Debreceni Egyetem, Műszaki Kar, Környezetmérnöki Tanszék, Debrecen, Magyarország

¹ murgulyzsofia999@gmail.com

² bodnari@eng.unideb.hu

Abstract

During our research work, we examined the removal of contaminants from synthetically produced bathing waters using different coagulants and studied the efficiency and the mechanism of coagulation-flocculation processes in detail. In our work, we performed experiments with two different types of coagulants (iron(III) chloride and polyelectrolyte) and compared their efficiencies. The zeta potential and its change were monitored as a qualifying parameter while other water quality parameters were also analyzed. In our experiments, a newly acquired flocculator device was also used to study the coagulation-flocculation processes of larger volume samples. The main goal of our research is to promote the sustainable management of drinking water quality and to study the bathing water reuse possibilities.

Keywords: *synthetic greywater, iron(III) chloride, polyelectrolyte, reuse.*

Összefoglalás

Kutatómunkánk során a szintetikusan előállított fürdővizek esetében vizsgáltuk a szennyezőanyagok eltávolítását különböző koagulálószeresek segítségével, és részletesen tanulmányoztuk a kicsapási-pelyhesítési kezelés mechanizmusát, határfokát. Munkánk során két különböző típusú kezelőszerrel [vas(III)-kloriddal és egy polielektrolit típusú kezelőszerrel] végeztünk kísérleteket, és ezek határfokát hasonlítottuk össze. Minősítő paraméterként elsősorban az ún. zéta-potenciált és annak változását követtük nyomon a többi vízminőségi paraméter analízisével. Kísérleteinkben egy újonnan beszerzett, ún. flokkulátort is használtunk a nagyobb térfogatú minták kicsapási-pelyhesítési folyamatainak tanulmányozására. Kutatásunk kiemelt célja a fenntartható vízgazdálkodás elősegítése, az elhasznált fürdővíz újrahasznosítási lehetőségeinek vizsgálata, kísérleti tanulmányozása, modellezése.

Kulcsszavak: *szintetikus fürdővíz, vas(III)-klorid, polielektrolit, újrahasználat.*

1. Bevezetés

Az Európai Víz Charta első pontja alapján „Víz nélkül nincs élet!”, azaz a víz mint életközeg létfontosságú. Napjainkban globális problémát jelent a megfelelő mennyiségű és minőségű ivóvíz biztosítása. A Föld lakosságának egy része sajnos nem jut hozzá a szükséges napi ivóvízmennyiségéhez. Fontos tehát, hogy megfelelően gazdál-

kodjunk a vízzel, óvjuk eme éltető kincset, pl. az éghajlatváltozás viszontagságaival szemben. A háztartásokban a különféle tevékenységek – például a mosogatás, zuhanyozás, mosás, takarítás – során keletkező, úgynevezett szürkevíz frakció hatékony alternatív forrás lehet, elsősorban ivóvízminőséget nem igénylő tevékenységekre, például WC-öblítésre vagy akár öntözésre.

2. Általánosságban a szűrkevízről

Az elmúlt évtizedekben – elsősorban a fejlődő országokban – a figyelem középpontjába került a szűrkevíz-hasznosítás, mint a vízhiány egyik kezelési megoldása, azóta ennek a frakciónak a hasznosítása napjainkban világviszonylatban is dinamikusan fejlődik. A szűrkevíz a háztartásokban keletkező használt víz, amely mosogatásból, fürdésből, mosásból, zuhanyzásból, kézmosásból és felmosásból származik. Vagyis az a szennyvíz, amely a háztartásban keletkezik, és nem tartalmazza a WC öblítésére használt vizet. A szakirodalom a szűrkevíz frakciókat két nagy csoportba sorolja: nagy szennyezőanyag-tartalmú és kis szennyezőanyag-tartalmú szűrkevíz frakciókat megnevezve. Ez utóbbi csoporthoz főként a fürdőszobai és kézmosásból származó szűrkevizek tartoznak. Ezek főként szappant, sampont, testápolási termékeket tartalmaznak, valamint a tisztálkodási folyamat során az emberi bőrről és hajról leoldódó zsírokat, olajokat vagy akár széklet- és vizeletnyomokat is [1–3].

Magyarországon jelenleg az egy főre jutó napi vízfogyasztás 97,8–100 L/fő körül alakul [4]. Ennek következtében elmondható, hogy általában a háztartásokból származó szűrkevíz a teljes szennyvíz-áram kb. 65–70%-a. Továbbá a kevésbé terhelt frakció a teljes szűrkevíz mennyiség 50%-át is jelentheti. Mindezek alapján a nevezett frakciók újrahasználatában nagy potenciál rejlik. Általánosságban elmondható, hogy a zuhanyzási, fürdési és kézmosási tevékenységből keletkezik tehát a legtöbb szűrkevíz, hiszen az ember szinte minden nap tisztálkodik valamilyen formában. Természetesen ennek jellemzői és mennyisége szintén több tényezőtől függ [3].

Kutatómunkánk e szűrkevízfrakció potenciális hasznosítására fókuszál, mely során kémiai vízkezeléssel igyekeztünk a főbb szennyezők mennyiségét csökkenteni. Koagulálószerként vas(III)-kloridot és egy polielektrolit típusú kezelőszert vizsgáltunk. Tanulmányoztuk a két kezelőszert hatásfokát, illetve egy ún. flokkulátor berendezés segítségével hatékonyan követtük a pelyhesedési folyamatokat.

3. Anyag és módszertan

A szűrkevízminták vizsgálatait a Debreceni Egyetem Műszaki Kar Környezetmérnöki Tanszékéhez tartozó vízminőségvédelmi laboratóriumban végeztük el. A tanszéki kutatócsoport vizsgálati eredményei alapján egy állandó összetételű, ivóvízalapú, szintetikus fürdővizet készítettünk

modellvízként. Célunk az volt, hogy a tisztálkodási folyamat révén az ivóvíz minőségű vízbe jutó komponensek adagolásával modellezzük a fürdővízfrakciót, és tanulmányozzuk a hozzáadott különböző koagulálószer hatását. Minden vizsgálat sorozatnál frissen elkészített, azonos összetételű, szintetikus fürdővizet használtunk.

A minták összetételének jellemzésére elsősorban ún. nem specifikus fizikai és kémiai paraméterek meghatározását végeztük el. A mérések a pH, a zéta-potenciál, a fajlagos elektromos vezetőképesség, a zavarosság, a biológiai oxigénigény (BOI₅), az összes szerves széntartalom (T/DOC) és ANA-detergenstartalom meghatározására fókuszáltak. A pH méréséhez WTW Sentix 41-3 pH-mérő elektródát, a zéta-potenciálhoz, illetve a fajlagos villamos vezetőképességhez a Zetasizer Nano Z készüléket, a BOI₅ esetén Oxi-Top IS 12 manometrikus mérőüvegeket, az összes szerves széntartalom mérésére pedig Shimadzu TOC-VCN típusú készüléket használtunk. Az ANA-detergenstartalom meghatározására az ISO 2271:1989 szabványt alkalmaztuk [5–7].

A fürdővíz négy alkotó (tusfürdő, sampon, kukoricacsíra-olaj és növényi tápanyag-koncentrátum) felhasználásával készült, 40 °C-os ivóvízben feloldva. A koagulálás során kezdetben kezelőszereként vas(III)-kloridot használtunk, melyet 25 g/l-es törzsoldat formájában, különböző térfogatban adagoltunk a vízmintákhoz. 100 ml-es részleteket pipettáztunk ki főzőpohárba a szűrkevízből. A kezelés célja a nem ülepezhető, kolloid részecskék eltávolítása, továbbá az oldott szennyezők oldatlanná alakítása volt. Folyamatosan mértük az ún. zéta-potenciál változását, és a mért értékek alapján megállapítottuk az optimális vegyszermennyiséget 0±5 mV közötti zéta-potenciál elérésével. A mérési folyamatok során minden mintarészlet esetében 5 perc gyors keverést alkalmaztunk, mely elősegítette a koagulálószer hatékony elkeveredését 300 1/min fordulatszámon. Majd ezt követően 25–50 1/min fordulatszámon 15 perc lassú keverést használtunk a pelyhesítési folyamatok támogatására. Az ezt követő 10–15 perces ülepedési idő alkalmazásával hatékony elválasztást valósítottunk meg, a felsőbb, tisztább folyadék rétegből vett minta zéta-potenciál-értékét követtük.

Kutatómunkánk során egy másik kezelőszerezrel is végeztünk vizsgálatokat; ez egy ún. polielektrolit (ACEFLOC 80902) alapú kezelőszert volt. Az előzőekben kifejtett kezelőszertre hasonlóan a vízmintákhoz különböző térfogat egységekben adagoltuk, 1 g/l törzsoldat formájában. Az optimá-

lis vegyszerdózis megállapítására a szintetikusan előállított szűrkevízmintából szintén 100 ml-es térfogatrészeket kezeltünk.

4. Következtetések

4.1. A szűrkevíz minőségi jellemzői

Az anyag és módszer fejezetben megadott módszer alapján állítottuk össze a szintetikus szűrkevízmintákat 4 alkotóból (tusfürdőből, samponból, kukoricacsira-olajból és növényi tápanyagforrásból). A munkánk során az így nyert modellvíz minőségi adatait összehasonlítottuk a szakirodalomban elérhető és a Debreceni Egyetem Műszaki Kar Környezetmérnöki Tanszékén működő Víz/szennyvízhasznosítás Kutatócsoport vizsgálatainak eredményével. A csoport korábban részletesen elemezte az Észak-Alföldi Régió háztartásaiban keletkezett szűrkevizet és azok minőségi és mennyiségi paramétereit. 30 különböző háztartást jelöltek ki a vizsgálatokra, melyek között szerepeltek lakások, sorházi lakások és családi házak. Ennek a kutatásnak és még számos külföldi szakirodalomnak a felhasználásával tudtuk lehatárolni a vizsgálandó frakció, a fürdővízminták minőségi jellemzőit [8].

Az 1. táblázat tartalmazza a fürdővizekre mint szűrkevizekre a nemzetközi szakirodalomban elérhető minőségi paramétereket, a kutatócsoport által meghatározott adatokat, valamint az általunk mért nyers szűrkevízminták vizsgálati eredményeit.

1. táblázat. Fürdővizek minőségének összehasonlítása

Paraméterek	Nemzetközi adatok [3]	Hazai adatok [8]	Saját adatok
pH	7,3–7,5	6,73–7,95	7,82±0,29
Fajlagos elektromos vezetőképesség (mS/cm)	0,014–0,89	0,412–0,610	1,21±0,563
Zéta-potenciál (mV)	–	0,00–(–33,00)	–17,01±0,32
Zavarosság NTU	84,8–375,0	2,3–84,0	21,49±15,28
BOI ₅ (mg/L)	40,2–424	6,67–253,3	100,67±8,14
DOC (mg/L)	–	7,71–87,76	65,80±25,09
ANA-detergens (mg/L)	14,9–61*	0,01–4,18*	14,25±6,12

*MBAS-paraméter, mely nagyon hasonló az ANA-értékekhez, de más mérési megoldással méri

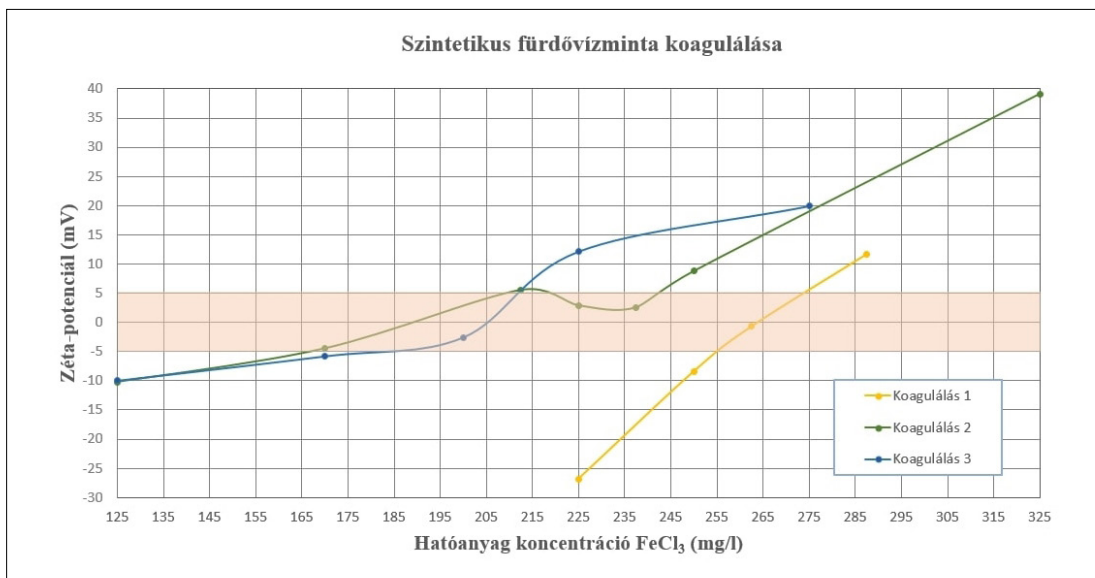
A vizsgálatainkhoz készített, szintetikus fürdővíz összetétele nagyon hasonló a valós fürdővízmintákéhoz. A modell fürdővíz pH-értéke megegyezik a régióban mért valós fürdővízadatokkal. A fajlagos elektromos vezetőképesség és a zéta-potenciál-értékek adott esetben mutatnak eltéréseket, az esetlegesen nagyobb értékeket okozhatja a különböző ionok jelenléte, amelyek megtalálhatók a más márkájú samponban vagy a tusfürdőben. Változó szennyeződések, elhalt hámsejtek, hajszálak befolyásolhatják a BOI₅-, TOC-, illetve a zavarosság-értékeket.

4.2. A vas(III)-kloriddal végzett kezelések értékelése

A 2. táblázat a vas-kloriddal végzett három párhuzamos kezelési sorozat eredményeit mutatja, valamint a koaguláció eredményességének bemutatására az 1. ábra alapján az adagolt vegyszermennyiség függvényében ábrázoltuk a zéta-potenciál változását.

2. táblázat. Vas(III)-kloriddal való kezelés 100 ml-es fürdővízminta-részekre

	Kezelőszert, törszoldatból adott térfogat (ml)	pH	Fajl. el. vezetőképesség (mS/cm)	Zéta-potenciál (mV)	SD/Zéta-potenciál	Zavarosság (NTU)
1.	0,90	6,39	0,98	–8,38	0,295	9,07
	1,00	6,09	1,01	–0,70	0,156	7,67
	1,05	5,64	1,05	11,70	0,058	9,61
	1,15	5,81	1,05	12,10	0,407	19,45
2.	0,50	6,47	0,96	–10,2	0,416	4,75
	0,70	6,06	0,99	–4,56	0,133	3,09
	0,85	5,77	1,04	5,54	0,111	4,94
	0,90	5,55	1,03	2,91	0,745	5,33
	0,95	5,59	1,02	2,55	0,182	4,63
	1,00	5,43	1,06	8,76	0,322	5,25
3.	1,30	3,33	1,31	39,10	0,140	64,76
	0,50	6,48	0,95	–10,0	0,494	5,11
	0,70	6,09	0,99	–5,82	0,444	16,24
	0,80	6,02	0,98	–2,60	0,193	5,82
	0,90	5,44	1,04	12,10	0,404	7,51
	1,10	5,11	1,02	19,90	0,808	18,54



1. ábra. Optimális vegyszermennyiség meghatározása vas(III)-klorid esetén

Megállapítottuk, hogy a vas-klorid hatékony kezelőszer, mely alkalmazása során az optimális kezelőszer-mennyiség 170–213 mg/l között mozgott. Így értük el a kívánt 0 ± 5 mV zéta-potenciál-értéket. A kezelési folyamat során a pehelyképződés intenzív volt, a lassú keverési lépés alkalmazása segítette a hatékony pehelyképződési folyamatokat, a szennyeződések jobb ülepedési tulajdonságait. A zéta-potenciál-mérés igazolta, hogy a nagyon negatív kiindulási érték a kicsapatási-pelyhesítési folyamatban pozitív irányba mozdult el. Az ideálisnak tekinthető 0 ± 5 mV tartományban pedig a vizsgált rendszer igazoltan destabilis lesz, azaz a szennyezőanyagok kiülepedhetők, eltávolíthatóak a vízmintából. A vizsgált oldatok pH-ja a hozzáadott vegyszer mennyiségétől függően változott: ahogy nőtt a vegyszerdózis, úgy csökkent az oldat pH-ja. A zavarosságértékek szintén csökkenő tendenciát mutattak, ahogy közeledtünk az optimális tartomány felé, hiszen ha megfelelő mennyiségű koagulálószer van egy adott szűrkevízmintában, a szükséges ülepedési idő használatával, vizuálisan is tisztult, kezelt vizet kapunk. Az elektromosvezetőképesség a kezelőszer túladagolásával arányosan növekedett, hasonlóan a zavarosság értékéhez.

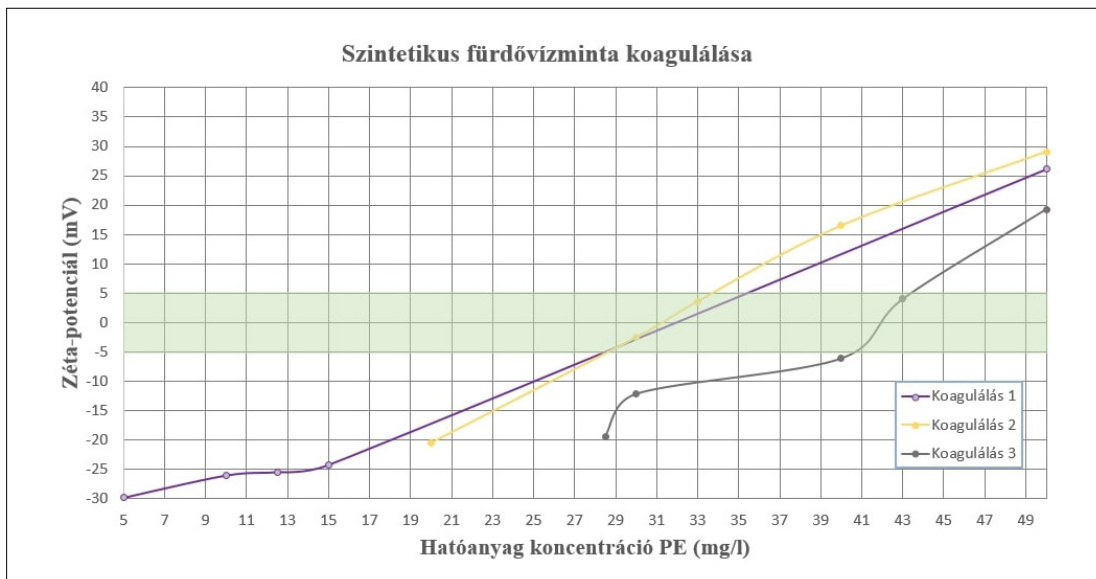
4.3. Polielektrolit típusú kezelőszerrel végzett kezelések értékelése

A **3. táblázat**ban összefoglaltuk, hogy milyen mérési eredményeket kaptunk az elvégzett 3 párhuzamos kezelési sorozat alapján.

3. táblázat. Polielektrolittal való koaguláció 100 ml-es mintarészleteken

	Kezelőszer, törzsoldatból adott térfogat (ml)	pH	Fajl. el. vezetőképesség (mS/cm)	Zéta-potenciál (mV)	SD/Zéta-potenciál	Zavarosság (NTU)
1.	0,50	8,35	0,85	-29,90	0,985	31,95
	1,00	8,43	0,84	-26,10	0,252	23,59
	1,25	8,40	0,86	-25,50	0,919	21,83
	1,50	8,39	0,86	-24,30	0,436	13,91
	5,00	8,36	0,78	26,10	0,819	31,50
2.	2,00	8,34	0,85	-20,50	0,651	31,72
	3,00	8,31	0,83	-2,52	0,267	61,99
	3,30	8,25	0,80	3,60	1,500	71,30
	4,00	8,30	0,78	16,50	0,656	66,13
	5,00	8,31	0,81	29,10	0,379	79,73
3.	2,85	8,19	0,84	-19,40	0,351	8,87
	3,00	8,01	0,84	-12,20	0,100	10,22
	4,00	8,28	0,85	-6,15	0,648	4,26
	4,30	8,35	0,86	3,98	0,260	3,33
	5,00	8,28	0,88	19,30	0,889	94,97

Megállapítottuk, hogy a polielektrolit típusú kezelőszer alkalmazása során az optimális dózis



2. ábra. Optimális vegyszermennyiség polielektrolit törzsoldatból

33–43 mg/l között mozgott, azaz ebből a kezelőszerebről lényegesen kevesebb szükséges 1 liter szintetikus fürdővíz eredményes kezeléséhez. Ennél a kísérletsorozatnál is intenzív és látványos volt a pehelyképződés, valamint a lassú kevertetés alkalmazása a hatékonyabb pehelyképződést, majd a jobb ülephetőséget segítette. A **2. ábra** az optimális polielektrolit (PE) mennyiség alakulását szemlélteti a zéta-potenciál-értékek függvényében.

A kezelőszere adagolásának további előnye, hogy nem tolja el a pH-t a savas tartományba. A zavarosságértékek az optimális tartományhoz közeledve csökkentek. A vezetőképességi adatok a kezelőszere túladagolásával arányosan sem növekedtek kiugró mértékben, hasonlóan a zavarosság értékéhez. Azaz ez a kezelőszere jó alapja lehet később nagyobb térfogatú szűrkevízminták kezelésének. Mindezek alapján célszerű a kezelés körülményeinek további tanulmányozása.

4.4. Léptéknövelés, utókezelés, a minőségi mutatók alakulása

Kiseb térfogatban a kezelendő víz 100 ml-es részletein, mágneses keverővel segítve határoztuk meg az optimális vegyszermennyiségeket, míg nagyobb léptékben egy flokkulátor berendezés volt segítségünkre. Léptéknövelés során, kezdetben 500 ml-es mintarészlettel dolgoztunk. A kivett vizsgálandó mintarészleteket 300 1/min fordulaton kevertettük a szükséges többszörös dózissal, mindkét vegyszer esetében.

Megállapítottuk, hogy nagyobb térfogatban is jól teljesítettek a kezelőszerek, a korábban megállapított optimum elegendő volt a hatékony szennyezőanyag-eltávolításhoz, azaz a léptéknövelés alapján is jól kezelhető a vizsgált szűrkevízfrakció. Kísérleteink során teszteltük a koagulációs-flokkulációs körülményeket is, és megállapítottuk, hogy a vegyszerbekeverést követően egy adott ideig történő lassú kevertetés egyértelműen javítja a nagyobb flokkulumok képződését, így célszerű ennek az alkalmazása a jobb minőségű kezelt víz előállítására.

Az 500 ml-es mintákra vonatkozó tapasztalatok alapján 1, 2, 3, és 4 liter mintán is elvégeztük a kísérleteinket. Nagyobb térfogatú minták esetén a kémiai kezelést követően egyszerű kvarchomok szűrőn áramoltattuk át a mintát, a kiülepedett szennyezők eltávolítására. Mindezek alapján a **4–5. táblázat**okban összegezzük a kezeletlen és a koagulációs-szűrési megoldásokkal kezelt vízminták minőségi jellemzőiben lévő eltéréseket, jellemezve így a kezelési hatásokokat.

A táblázatok jól szemléltetik, hogy bár néhány jellemzőben eltérő adatokat produkált a két kezelőszere, de a szűrési utókezelést használva, gyakorlatilag hasonló minőségű kezelt vizet kaptunk. A BOI_5 -, illetve a DOC-értékek, valamint a kezelt vízre vonatkozó zavarosságadatok csökkenő értékei igazolják a hatékony kezelést, mely a nemzeti minőségi ajánlásoknak is megfelel.

4. táblázat. Vas-kloriddal kezelt, valamint szűrt minták vízminőségi jellemzői

FeCl ₃	Nyers minta	Kezelt minta	Szűrt minta
pH	8,04	5,26	7,22
Fajlagos elektromos vezetőképesség (mS/cm)	0,853	1,07	0,672
Zéta-potenciál (mV)	-25,56	-4,76	-12,35
Zavarosság NTU	10,02	3,93	0,20
BOI ₅ (mg/l)	150	35	6
DOC (mg/l)	47,67	27,82	4,43

5. táblázat. Polielektrolittal kezelt, valamint szűrt minták vízminőségi jellemzői

PE	Nyers minta	Kezelt minta	Szűrt minta
pH	7,92	8,15	7,83
Fajlagos elektromos vezetőképesség (mS/cm)	0,946	0,925	0,754
Zéta-potenciál (mV)	-30,50	4,38	-4,57
Zavarosság NTU	54,05	6,33	0,17
BOI ₅ (mg/l)	195	30	1,5
DOC (mg/l)	48,31	25,85	3,44

5. Összefoglalás

Megállapítottuk, hogy a szürkevizek kezelésére mindkét kezelőszer eredményesen használható. A vas-klorid olcsó és hatékony kezelőszer, de alkalmazása csökkenti a kezelt víz pH-ját, ami későbbi közömbösítést kívánhat meg. A polielektrolit típusú kezelőszer kisebb dózisban is hatékony, nem csökkenti a minta pH-értékét, de a kezelőszer beszerzési költsége alapján drágább megoldás. Mindezek alapján a fenntartható vízgazdálkodás támogatására célszerű tovább vizsgálni a kezelési lehetőségeket és azok esetleges újabb kombinációit.

Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Kalmár F.: *Fenntartható energetika megújuló energiaforrások optimalizált integrálásával*. Akadémiai Kiadó, Budapest, 2014.
- [2] Szabolcsik A., Bodnár I.: *A háztartásokban keletkező szürkevizek anion tartalmának meghatározása ionkromatográf segítségével*. Debreceni Műszaki Közlemények, Debrecen, 2014. [letöltve: 2021. október 18.]
https://dea.lib.unideb.hu/dea/bitstream/handle/2437/212000/file_up_szabolcsik.pdf?sequence=1

- [3] Dilip M. Ghaitidak & Kunwar D. Yadav: „Characteristics and treatment of greywater – A review. Environmental Science and Pollution Research, 20/5. (2013) 2795–2809.
<https://doi.org/10.1007/s11356-013-1533-0>
- [4] Magyar Víziközmű Szövetség: Tájékoztató adat átlagfogyasztásról. 2019.
https://www.maviz.org/tajekoztato_adat_atlagfogyasztasrol
- [5] Bodnár Il.: *Vízgazdálkodás- és vízminőség védelem*. II. c. tantárgy oktatási segédlete. Környezetmérnöki Tanszék, DE-MK, Debrecen, 2018.
- [6] Bodnár I.: *Oktatási segédlet a Környezetmérnöki mérés-technika és monitoring II. című tantárgy laboratóriumi gyakorlatához nappali és levelező tagozatos, környezetmérnök szakos hallgatók számára*. DE-MK, Környezet- és Vegyészmérnöki Tanszék, 2004–2015.
- [7] ISO 2271:1989 szabvány: Felületaktív anyagok – Detergensok – Az anion aktív anyagok meghatározása kézi vagy mechanikus közvetlen kétfázisú titrálási eljárással, 1989.
- [8] Bodnar I., Szabolcsik A., Baranyai E., Uveges A., Boros N.: *Qualitative Characterization of the Household Greywater in Northern Great Plain Region of Hungary*. Environmental Engineering and Management Journal, 13/11. (2014) 2717–2724.

A túlmaródás hatásának vizsgálata színes maratás során

Investigation of the Effect of Over-Etching During Color Etching

Renkó József Bálint,¹ Szabó Péter János²

¹ Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Gépészmérnöki kar, Anyagtudomány és Technológia Tanszék, Budapest, Magyarország, renko.jozsef@edu.bme.hu

² Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Gépészmérnöki kar, Anyagtudomány és Technológia Tanszék, Budapest, Magyarország, szpj@eik.bme.hu

Abstract

During color etching, the examined grain structure undergoes a continuous, cyclic color change. This phenomenon is accompanied by a continuous loss of light intensity reflected from the surface. If the etching process is not stopped in time, the surface will be over etched. As a result, the separability of the individual grains will be greatly damaged, which can lead to a significant loss of information. It was investigated how to determine the moment of over-etching for each grain. During the in-situ observation of the etching, the time at which a particle can be considered over etched was determined by measuring the luminance normalized to the initial state.

Keywords: *color etching, metallography, Beraha I, microscopy, luminance, intensity, in-situ, steel.*

Összefoglalás

A metallográfiában használatos színes maratás során a vizsgált szövetszerkezet folyamatos, ciklikus színváltozáson megy keresztül. Ez a színváltozás egy folyamatos fényintenzitás-vesztéssel jár együtt. Ha a maratást nem állítjuk meg időben, a szemcsék túlmaródnak. Ennek hatására a szövetszerkezet egyes elemeinek elkülöníthetősége nagymértékben romlik, ami jelentős információvesztéssel járhat. Munkánk során azt vizsgáltuk, hogyan lehet meghatározni a túlmaródás pillanatát az egyes szemcsékre vonatkoztatva. A maratás in-situ megfigyelése közben a kiindulási állapotra normált lumineszcenciában mérve meghatároztuk, mikortól tekinthető egy szemcse túlmarottnak.

Kulcsszavak: *színes maratás, metallográfia, Beraha I, mikroszkópia, lumineszcencia, intenzitás, acél.*

1. Bevezetés

A maratás a metallográfiai vizsgálatokat megelőző, széles körben alkalmazott előhívó módszer [1, 2]. Az előkészítést követően a síkra polírozott minta felületén ugyanis legtöbb esetben még nem különíthetők el az egyes fázisok és szövetelemek. Ezek láthatóvá tételére különböző kémiai és színes marószerek használata szükséges [3, 4].

Hatásmechanizmusuk alapján ezek a marószerek többféleképpen szolgáltathatnak információt az optikai mikroszkópos metallográfiai vizsgálatokhoz. Az alkalmazott marószerek reakciókészsége legtöbbször szelektív, így azok csak bizonyos

fázisokból képesek kémiai reakciót kiváltani [5]. Ennek következtében a jelen lévő fázisok elkülöníthetővé, részarányuk meghatározhatóvá válik (1. ábra).

A marószerek adott fázison belül különböző sebességgel képesek reakcióba lépni az egyes szemcsékkel, szemcsehatárokkal. A szemcsehatárokon az atomok rendezetlensége következtében a marószerek gyorsabban lejátszódó kémiai reakciót tud kiváltani, mint a szemcséken belül, ezt kihasználva pedig az anyag polikristályos szerkezete láthatóvá válik. A krisztallitok a szemcsehatároknál lassabban, de szintén megmaródnak [6, 7].

A színes marószerek ez utóbbi mechanizmus kihasználására építenek. A különböző orientációjú szemcsék ugyanis más és más sebességgel maródnak meg. Eközben a felületükön egy átlátszó csapadékréteg képződik, amely vastagságától függően interferál a beérkező fényvel. Ez pedig az interferenciakritériumban meghatározott színt fogja adni. Polikristályos anyag különböző orientációjú szemcséi így adott ideig marva más és más színűek lesznek [8, 9].

A réteg növekedésével és a folyamat előrehaladtával azonban a megfigyelhető színváltozás mértéke egyre kisebb lesz, míg a felület túl nem maródik. Ettől a ponttól kezdve már nem detektálható számottevő színváltozás, sőt, az egyes kristallitok elkülöníthetősége is drasztikus mértékben romlik.

Mivel a metallográfiai vizsgálatok előkészítésének kiemelten fontos eleme a maratás, így a megfelelő változók megválasztása elengedhetetlen, ha a minta felületéről a lehető legtöbb információt szeretnénk kinyerni. Kutatásunk ezért arra irányult, hogy ferrites acél színes maratásának in situ megfigyelésével meghatározzuk, milyen körülmények mellett következik be a túlmaradás, és hogy ez milyen kapcsolatban van a minta felületéről visszavert fény intenzitásával.

2. Kísérletek

2.1. Felhasznált anyagok és előkészítés

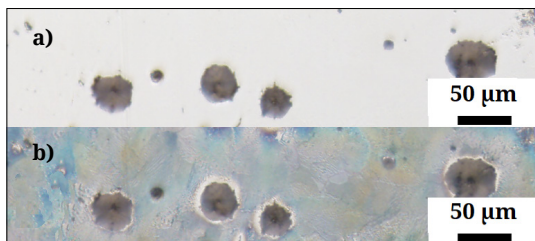
A vizsgálandó anyag DC01 ferrites acél volt, amelynek kémiai összetételét egy PMI-Master Sort típusú optikai emissziós spektrométerrel határoztuk meg. Ennek eredménye az 1. táblázatban látható.

A beágyazott minta felületét csiszolással, majd polírozással készítettük elő. A mintát előkészítés után azonnal meg kellett marni, minimalizálva ezzel a felület oxidációjának mértékét [10].

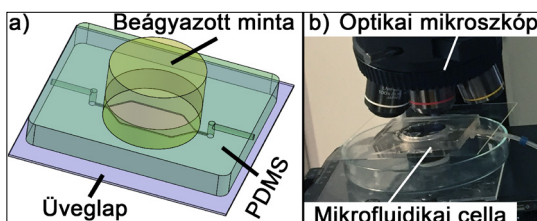
A vizsgált DC01 acél ferrites fázisának megmarásához Beraha I marószert használtunk, ami 3 g $K_2S_2O_5$, 10 g $Na_2S_2O_3$, valamint 100 ml desztillált víz oldata [11].

2.2. Mikrofluidikai cella

A színes maratás in-situ rögzítésére egy olyan zárt csatornarendszer kialakítására volt szükség, amelyben biztosított a marószert szabályozott, lamináris áramlása. Erre a célra a 2a. ábrán látható mikrofluidikai cellát használtuk. Maga a cella térhálósított polidimetil-sziloxánból (PDMS) és egy ahhoz kémiai úton rögzített üveglapból áll [12]. A kettő között kialakított csatornarendszert maga a vizsgálandó minta zárja le. Így a cellát a mik-



1. ábra. Szelektív maródás gömbgrafitos öntöttvasnál. A kiindulási állapothoz (a) képet a Beraha I marószert csak a ferrittel lépett reakcióba, a grafitnal nem (b)



2. ábra. A színes maratás során használt mikrofluidikai cella felépítése (a), valamint a mérési összeállítás (b)

1. táblázat. A vizsgált DC01 ferrites acél tömegszázalékos kémiai összetétele

Fe	C	Mn	Cr	Mo
98,9	0,092	0,616	0,081	0,013
Ni	Al	Co	Cu	Nb
0,034	0,064	0,017	0,118	0,065

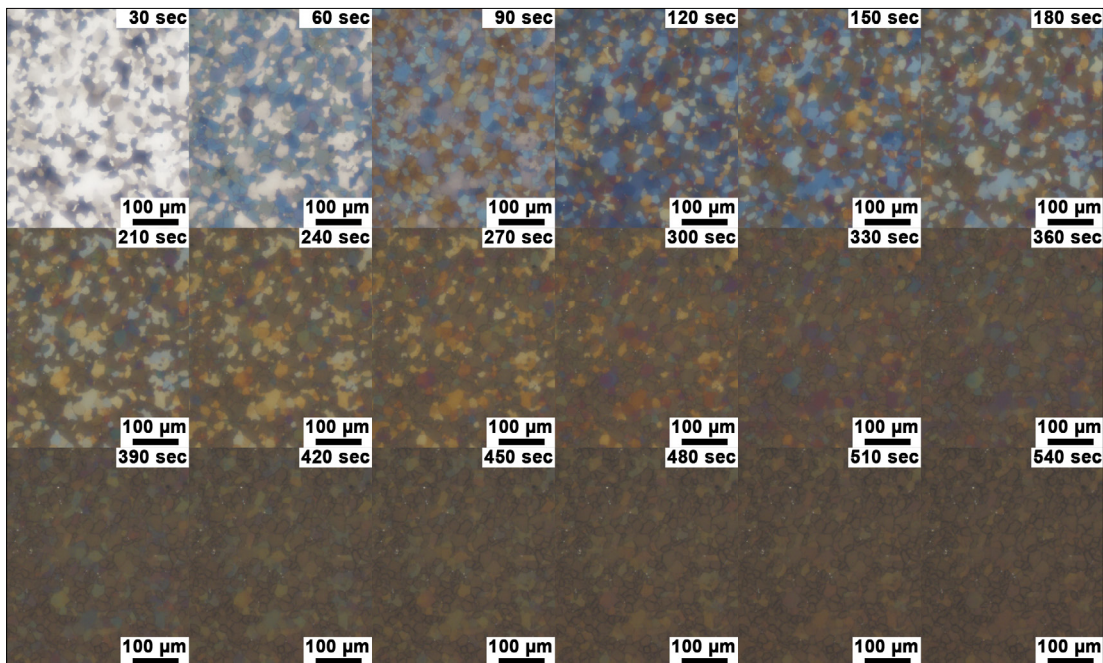
roszkóp objektívje alá helyezve lehetőség nyílik a maratás teljes folyamatának nyomon követésére (2b. ábra).

A mikroszkópos felvételek elkészítéséhez Olympus BX51 típusú optikai mikroszkópot használtunk. A vizsgálatok alatt a marószert adagolását fecskendőpumpa biztosította, amelynek adagolási sebessége volt. A vizsgálatok klimatizált laborban történtek, ahol a hőmérséklet 21 °C volt.

3. Eredmények és kiértékelésük

3.1. Színes maratás

Annak érdekében, hogy a felület biztosan túlmaradjon, a maratás teljes időtartama 9 perc volt. A kiértékeléshez a maratásról készült videóból 5 másodpercenként képernyőmentés készült, kezdve a marószert beérkezéséig. Mivel a rétegpérelés folyamata relatíve lassú, így ez a mintavételi gyakoriság elegendő a szükséges karakterisztikák felvételére. A maratás előrehaladtát a 3. ábra mutatja.



3. ábra. DC01 acél színes maratása Beraha-I marószerral 30 másodpercenként rögzítve

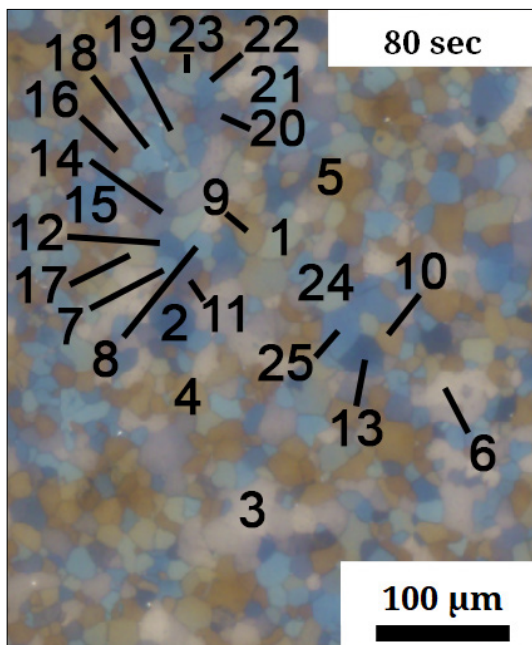
3.2. Túlmaródás idejének meghatározása

A vizsgált területen ezt követően kijelöltünk 25 szemcsét, amelyeknek a színváltozását képről képre, az idő múlásának függvényében elemeztük (4. ábra). Az elemzés két részből állt.

Először a kiválasztott szemcséken vizuális analízist végezve meghatároztuk, hogy azok melyik időpillanatban maródnak túl. A túlmaródás pillanatát az alábbiak szerint definiáltuk: ha egy szemcse színe az egymást követő 5, 10 vagy 15 másodpercen belül nem változik olyan mértékben, hogy a különbség szabad szemmel észlelhető legyen, akkor a szemcse túlmaródott. A vizsgált időtartományban (540 s) a 25 szemcséből kettő kivételével (3. és 6.) minden szemcse túlmaródott. Szemcsékként a túlmaródás eléréséhez szükséges időt a 2. táblázat tartalmazza.

3.3. Intenzitásgörbék

A vizsgálat második részében az egyes szemcsék adott pillanatban mért, RGB-ben kifejezett színét (R = red, piros; G = green, zöld; B = blue, kék) határoztuk meg úgy, hogy a szemcséhez tartozó képpontok színét átlagoltuk [9]. A szín- és fényintenzitás számos tényező együttes, komplex függvénye, így két felvétel összehasonlíthatósága a fényviszonyok legkisebb változására is bizonytalanná válhat. Ennek elkerülésére a különböző

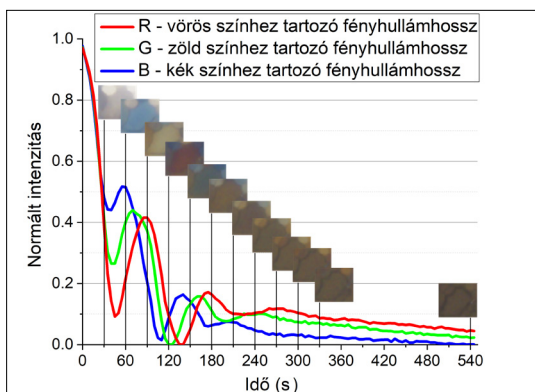


4. ábra. A vizsgálatokhoz kijelölt 25 szemcse

hullámhosszú fényintenzitásokat minden esetben normálva, a kiindulási állapothoz viszonyítva vettük fel. A normált görbék intenzitása minden esetben 1-ből indul, értékészletük pedig [0, 1] tartományon mozog.

2. táblázat. Az első minimum és a túlmaródás pillanatáig eltelt idő vizuális analízis alapján, valamint az ekkor mért normált lumineszcenciák értéke

#	Idő (s)	Norm. lum. az első minimum elérésekor	Idő (s)	Norm. lum. a túlmaródás pillanatában
1	45	0,257	250	0,088
2	70	0,072	345	0,052
3	120	0,107	Nincs tartományban	
4	35	0,289	195	0,122
5	35	0,236	200	0,101
6	130	0,000	Nincs tartományban	
7	65	0,294	345	0,070
8	55	0,269	310	0,076
9	35	0,176	200	0,115
10	40	0,320	200	0,101
11	85	0,114	480	0,023
12	65	0,143	350	0,059
13	70	0,055	385	0,047
14	95	0,213	465	0,030
15	70	0,231	385	0,038
16	35	0,33	205	0,134
17	45	0,375	215	0,131
18	55	0,286	320	0,061
19	45	0,232	220	0,113
20	90	0,157	460	0,023
21	55	0,334	315	0,048
22	65	0,257	380	0,040
23	45	0,235	250	0,096
24	45	0,085	270	0,079
25	65	0,230	370	0,060



5. ábra. Az 1. sorszámu szemcse normált fényintenzitás-változása vörös (R), zöld (G) és kék (B) hullámhosszú fény esetén

Az egyes szemcsék különböző hullámhosszú fénykomponenseit vizsgálva látható, hogy azok mindegyike folyamatosan csökkenő amplitúdójú, koszinuszos jeleget mutat. Ezt az 1. sorszámu szemcsére az **5. ábra** szemlélteti.

2019-ben Bonyár a maratás folyamatát három szakaszra bontotta, amelyek jól nyomon követhetők az **5. ábrán** is [9]. Az első a késleltetett szakasz, amit a közel állandó sebességű maratás szakasza, végül pedig a diffúziós szakasz követ. A második szakaszban, ami nagyjából az első lokális minimumoktól indul, állandósul a vizsgált szemcse maratási sebessége. Így a normált intenzitásgörbe lokális minimumjai és maximumai között ugyanannyi idő telik el. Ezt előzi meg a késleltetett szakasz, amelyben a kezdeti felületi oxidréteg feltörése történik. Az oxidréteg gátolja a marószert és a mart anyag közötti reakciót, így az első minimum elérése tovább tart.

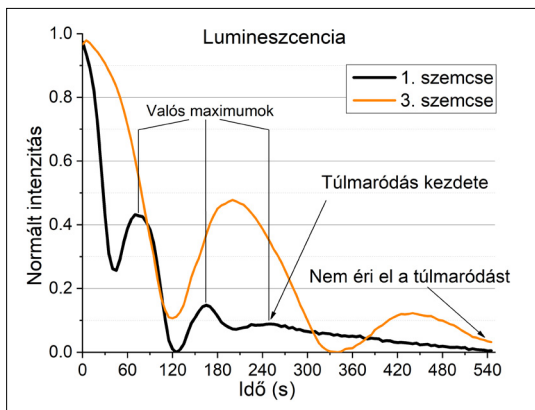
A maratás során a felületen kialakuló csapadékréteg növekedésével a reakciósebesség ismét csökkenni fog. A réteg megjelenésének pillanatától a marószert és a felület között nincs közvetlen kapcsolat, a kontaktushoz a marószertnek át kell diffundálnia a filmen. A réteg ilyen mértékű megvastagodása emellett azaz jár, hogy a felületről visszaverő fény mennyisége jelentős mértékben csökken, az egyes szemcsék kevésbé különülnek el egymástól, a minta pedig túlmaródik.

Annak érdekében, hogy átfogóbb képet kapjunk a folyamatról, a túlmaródás pillanatát pedig egyértelműen meg tudjuk határozni, a különböző hullámhosszú fényintenzitásokat egyidejűleg kell vizsgálni. A kapott RGB-értékekből ezért az (1) egyenletnek megfelelően (normált) fényintenzitást (lumineszcenciát) számoltunk (**2. táblázat**).

$$L = 0,299 \cdot R + 0,587 \cdot G + 0,114 \cdot B, \quad (1)$$

ahol L a lumineszcencia, R , G és B pedig rendre a vörös, zöld és kék fénykomponensek intenzitása [13]. A vizsgált szemcsékre így meghatároztuk azok fényintenzitás-görbéit (**6. ábra**). Ezen intenzitás-görbék szélsőértékeinek vizsgálatánál a kiindulási állapotot figyelmen kívül hagyjuk, mert a görbe globális maximuma a vizsgálat szempontjából irreleváns, nem tekinthető valós szélsőértéknek.

A vizsgált pontokra kapott normált fényintenzitás-görbék jellegét tekintve azonosak. Az első minimum elérésekor a fényintenzitás minden esetben az eredeti 37,5%-a alá esett. Ezt követi két és fél egyre csökkenő amplitúdójú szinuszos periódus. Ha a szemcse eléri a kiindulástól számított



6. ábra. 1. és 3. sorszámú szemcse normált lumineszcenciagörbéje az idő függvényében

3. periódus végét, az amplitúdó olyan mértékben lecsökken, hogy az intenzitásgörbe jellege koszinuszos helyett egyenes lesz.

3.4. A túlmarodás hatása

A túlmarodás meghatározott pillanatát a lumineszcenciagörbékkel összevetve érdekes kapcsolatok fedezhetők fel.

A túlmarodás bekövetkezésének ideje és az ekkor detektált fényintenzitások összehasonlítása alapján minél később következik be a túlmarodás, annál kisebb fényintenzitás lesz érzékelhető. A túlmarodás pillanatában mért normált lumineszcencia maximális értéke 0,134, de átlaga ennél lényegesen kisebb, 0,075 volt.

Emellett a túlmaratás pillanata minden esetben a fényintenzitás harmadik valós maximumára, vagyis az előző fejezetben leírt egyenes szakasz kezdetére esik. Ez alól képez kivételt a 3. és 6. sorszámmal jelölt szemcse, amelyek a vizsgált időtartam alatt ezt nem érték el, így a színváltozásuk végig detektálható maradt.

Azonos hullámhosszúságú, normált görbék különböző kristálytani orientációjú szemcsék esetén jellegre meg fognak egyezni, ám a lokális szélsőértékek eléréséig szükséges idő orientációtól függően más és más lesz. Ez a különbség eredményezi majd a szemcsék jó elkülöníthetőségét, hiszen a rétegvastagság-növekedés különbsége diszkrét ideig tartó maratás esetén különböző vastagságot, így különböző mértékű interferenciát okoz. Ennek következtében a túlmarodás pillanatában mérhető rétegvastagság minden szemcse esetén azonos kell legyen annak ellenére, hogy az addig eltelt idő eltérő.

4. Következtetések

A színes maratás során lejátszódó rétegépülés utolsó szakaszában, a túlmarodás hatására a mérhető fényintenzitás folyamatosan csökken, ennek következtében pedig a felületi objektumok elkülöníthetősége drasztikus mértékben romlik. Folyamatos megfigyelés mellett kijelenthető, hogy a túlmarodás a koszinuszos jellegű, normált lumineszcencia-idő függvény harmadik valós maximumánál következik be. Ettől a ponttól a fényintenzitás változása elveszti koszinuszos jellegét, és lineárisan csökkenővé válik. In-situ vizsgálatoknál ennek elkerülésére a színes maratást célszerű ennek elérése előtt megállítani, így biztosítva, hogy a felület alkotóelemei jól elkülöníthetők maradjanak.

A vizsgálatok továbbá rámutattak arra, hogy minél több időre van szükség a túlmarat állapot eléréséig, annál kisebb lesz az akkor mérhető normált lumineszcencia az egyes szemcséken. Ezt a hatást kihasználva lehetőség van megbecsülni a vizsgált szemcsék kristálytani orientációját.

Közönetnyilvánítás

Az Innovációs és Technológiai Minisztérium ÚNKP-21-3-II-259. kódszámú Új Nemzeti Kiválóság Programjának a Nemzeti Kutatási, Fejlesztési és Innovációs Alapból finanszírozott szakmai támogatásával készült.

A bemutatott kutatás a BME-NVA-02. számú projekt részeként az Innovációs és Technológiai Minisztérium Nemzeti Kutatási Fejlesztési és Innovációs Alapból nyújtott támogatással, a TKP2021 pályázati program finanszírozásában valósult meg. A kutatást az NKFIH OTKA K 124926 projekt támogatta.

Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Vander Voort G. F.: *Color Metallography*. Microscopy Today, 13/6. (2005) 22–27. <https://doi.org/10.1017/S1551929500053943>
- [2] Mitra S.: *Sample Preparation for Microscopic and Spectroscopic Characterization of Solid Surfaces and Films*. In: *Sample Preparation Techniques in Analytical Chemistry*. (Ed: Somenath Mitra), 162. (2003) 377–411. <https://doi.org/10.1002/0471457817.ch9>
- [3] Beraha E.: *Ätzmittel zur Sichtbarmachung chemischer und physikalischer Inhomogenitäten in Stahlgefügen*. Prakt. Metallogr., 4/8. (1967) 419–420.
- [4] Petzow G.: *Metallographic Etching. Techniques for Metallography, Ceramography, Plastography*, ASM International, 1999, 1–240.
- [5] Sato T., Takagaki T., Ikeda M., Nikaido T., Burrow M. F., Tagami J.: *Effects of Selective Phosphoric*

- Acid Etching on Enamel Using “No-wait” Self-etching Adhesives.* J Adhes Dent., 20/5. (2018) 407–415. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a41359>
- [6] Szabó P. J., Kardos I.: *Correlation between grain orientation and the shade of color etching.* Materials Characterization, 61/8. (2010) 814–817. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2010.05.005>
- [7] Vander Voort G.F.: *ASM Handbook. Metallography and Microstructures.* 9. (2004) 493–512.
- [8] Kardos I., Gácsi Z., Szabó P. J.: *Color etching for characterization the grain orientation in spheroidal graphite cast iron.* Materials Science Forum, 389. (2007) 537–538.
- [9] Bonyár A., Renkó J. B., 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.
- [10] Britz D.: *Opening the door to fundamental understanding of structure and color metallography - a correlative microscopy study on steel.* Microscopy and Microanalysis, (2014), 834.
- [11] Beraha E.: *Farbätzung für Gußeisen, Stähle, Werkzeugstähle, Manganstähle und ferritische und martensitische rostfreie Stähle,* Prakt. Metallogr., 8/9. (1971) 547–550.
- [12] Bonyár A., Sántha H., Ring B., Varga M., Kovács G. J., Harsányi G.: *3D Rapid Prototyping Technology (RPT) as a powerful tool in microfluidic development.* Procedia Engineering, 5. (2010) 291–294. <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2010.09.105>.
- [13] Kaufmann M.: *5 - Contrast, brightness, CONTRAST, and BRIGHTNESS,* The Morgan Kaufmann Series in Computer Graphics, Digital Video and HD (2nd Edition), (2012) 47–64. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-391926-7.50005-9>

NSSC 2120 típusú, sovány duplex acél nagy hőbevitelű hegesztése

High Heat Input Welding of NSSC 2120 Type Lean Duplex Steel

Simon Soma Csaba,¹ Varbai Balázs²

¹ Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Anyagtudomány és Technológia Tanszék, Budapest, Magyarország, simon.somacsaba@gmail.com

² Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Anyagtudomány és Technológia Tanszék, Budapest, Magyarország, varbai.balazs@gpk.bme.hu

Abstract

Duplex stainless steels offer a high strength alternative to stainless steel, while providing excellent corrosion resistance, due to their dual-phase microstructure. This microstructure can be significantly influenced during welding, thus the maximum recommended heat input is usually 2.5 kJ/mm. In this research, we inspected the high heat input (3 kJ/mm) weldability of NSSC 2120 lean duplex stainless steel, which is designed and developed specifically for this purpose. The welds were evaluated by metallographic techniques and corrosion tests. It was found the NSSC 2120 grade can be welded with high heat input without deterioration in the phase balance and microstructure.

Keywords: *lean duplex stainless steel, electrochemical etching, microstructure.*

Összefoglalás

A duplex korrózióálló acélok a kiváló korrózióállóságuk mellett nagy szilárdságú alternatívát jelentenek a korrózióálló acélok családján belül, ami a kettős szövetszerkezetüknek köszönhető. Ez a szövetszerkezet azonban jelentősen befolyásolható a hegesztési hőciklussal, ezért a hegesztésükre megengedett legnagyobb hőbevitel általában 2,5 kJ/mm. Ebben a kutatásban nagy hőbevitelű hegesztésre (~ 3 kJ/mm) kifejlesztett, NSSC 2120 jelű alapanyag hegeszthetőségét vizsgáltuk. A varratokat metallográfiai eljárásokkal és korróziós vizsgálattal értékeltük. A kutatásunk során azt találtuk, hogy a vizsgált technológiai tényezők mellett az NSSC 2120-as alapanyag nagy hőbevitellel jól hegeszthető a fázisarány és a szövetszerkezet leromlása nélkül.

Kulcsszavak: *sovány duplex acél, elektrokémiai maratás, szövetszerkezet.*

1. Bevezetés

A duplex korrózióálló acélok a kettős (ferrit-ausztenit) szövetszerkezetüknek köszönhetően nagy szilárdsággal és kiváló korrózióállósággal bírnak [1, 2]. A szövetszerkezeti arány azonban nagymértékben befolyásolható a hegesztési hőciklus által, ezért az ajánlott hegesztési hőbevitel általában legfeljebb 2,5 kJ/mm [3]. Az ennél nagyobb hőbevitellel történő hegesztés során a ferritfázisban káros szövetszerkezeti átalakulások, kiválások jelenhetnek meg [3].

A japán Nippon Steel and Sumitomo cég által gyártott, NSSC 2120-típusú sovány duplex acél nagy hőbevitelű hegesztésre, elsősorban fedett ívű hegesztésre fejlesztette ki a gyártó. A gyártói adatlap alapján nagy hőbevitelű hegesztés során a szövetszerkezeti átalakulásra különösen érzékeny hőhatásövezetben sem jelennek meg káros nitridkiválások [4]. Kutatásunkban 135-ös eljárással, ~3 kJ/mm hőbevitellel készítettünk varratokat, amelyeket metallográfiai eljárásokkal és korróziós vizsgálattal értékeltünk.

2. Felhasznált anyagok és berendezések

2.1. Az alapanyag tulajdonságai

A hegesztési kísérletekhez NSSC 2120 típusú, nem szabványosított, sovány duplex acéllemezeket használtunk 10 mm-es vastagságban. Az alapanyag összetétele a gyártói adatlap alapján az **1. táblázat**ban látható.

1. táblázat. Az NSSC 2120-as alapanyag kémiai összetétele %-os tömegarányban megadva, a gyártói adatlap alapján

C	Si	Mn	P	S
0,019	0,38	3,0	0,024	0,001
Ni	Cr	Mo	Cu	N
2,03	20,9	0,28	1,08	0,18

2.2. A felhasznált hegesztőanyagok tulajdonságai

A hegesztési kísérletekhez kétféle hegesztőhuzalt használtunk, mindkettőt \varnothing 1,2 mm méretben. A hagyományos duplex acélok hegesztéséhez ajánlott tömör huzal G 22 9 3 N L volt (22% Cr, 9% Ni, 3% Mo), a sovány duplex acélok hegesztéséhez ajánlott portöltetű huzal pedig T 23 7 N L R M/C 3 (23% Cr, 7% Ni, rutilos portöltet) volt. A hegesztőhuzalokat a későbbiekben rendre 2209-ként és 2304-ként (a gyártó jelölése szerint Avesta FCW-2D 2304) jelöljük, a gyártó jelölése alapján.

2.3. A hegesztési kísérletekhez felhasznált berendezések

A hegesztési kísérleteket 135-ös eljárással végeztük el, Yaskawa hegesztőrobot és Fronius TPS 400i Pulse áramforrás segítségével. A varratokat impulzusos anyagátvitellel hegesztettük, az áramforrás PMC Universal eljárásváltozatával, amely egyenletes beolvadási mélységet biztosít. A 2209-es huzal esetében a hőbevitel 0,8-as termikus hatásfokkal számolva 3,05 kJ/mm értékre, a 2304-es huzal esetében 2,99 kJ/mm értékre adódott. Védőgázként M12-es (argon + 2,5% CO₂) gázkeveréket használtunk, 15 L/min áramlási sebességgel mindkét esetben.

2.4. A szövetszerkezet kiértékeléséhez felhasznált anyagok és berendezések

A varratok ferrittartalmát Fischer Feritscope FMP30-típusú ferritszkóppal (ferrittartalom-mérővel) mértük. A varratgeometriai méreteket egy csiszolaton Olympus SZX16 típusú sztereomikroszkóppal mértük. A metallográfiai csiszolatok előkészítését először 4000-es szemcsefinomsá-

gig történő csiszolással, majd 3 μ m-es gyémánt-szuszpenzióval történő polírozással végeztük. A metallográfiai felvételeket Olympus PMG3 típusú fémmikroszkóppal készítettük. Az elektrokémiai maratást a metallográfiai vizsgálatra előkészített mintákon végeztük. Az oxálsavas maratáshoz 10 g reagenst (C₂O₄H₂) oldottunk 90 mL desztillált vízben, majd a maratást 7 V feszültségen, 15 másodpercig végeztük. A salétromsavas elektrokémiai maratáshoz 60 mL salétromsavat (HNO₃) kevertünk 40 mL desztillált vízhez, majd a maratást 2 V feszültségen, 20 másodpercig végeztük.

2.5. A korróziós vizsgálatokhoz felhasznált anyagok

A korróziós vizsgálatokat a sovány duplex acélokra érvényes ASTM 1084 szabvány [5] alapján végeztük el. A 25×50 mm-es mintákat 24 órára 55,1 g vas(III)-kloridot (FeCl₃·6H₂O), 6,6 g nátrium-nitrátot (NaNO₃) és 600 mL desztillált vizet tartalmazó oldatba helyeztük, majd a tömegvesztés és a felület alapján határoztuk meg a korróziósebességet és értékeltük a lyukkorroziós viselkedést. A minták tömegét Denver Instrument APX-200 típusú mérleggel mértük, 0,1 mg pontossággal.

3. Eredmények és kiértékelésük

3.1. A varratgeometria-mérés eredményei

A 2209-es tömör huzallal hegesztett varrat koronaszélessége 14,5 ± 0,6 mm, a koronamagasság 4,1 ± 0,2 mm volt. A csiszolaton mért beolvadási mélység 5,4 mm, a varratkeresztmetszet 84,1 mm². A beolvadási mélység és a koronaszélesség hányadosával számolt formatényező így 0,37 volt.

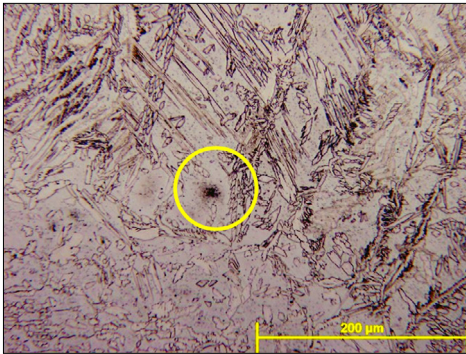
A 2304-es portöltetű huzallal hegesztett varrat koronaszélessége 15,9 ± 0,6 mm, a koronamagasság 3,3 ± 0,3 mm volt, a csiszolaton mért beolvadási mélység pedig 3,2 mm és a varratkeresztmetszet 60,1 mm². A beolvadási mélység és a koronaszélesség hányadosával számolt formatényező így 0,19 volt.

Az eredményekből megállapítható, hogy bár a hőbevitel nagyjából megegyezett (~3 kJ/mm mindkét esetben), a portöltetű huzal esetében jóval kisebb volt a varratérfogat. Ennek oka: az azonos átmérőjű portöltetű huzalban sok salakképző anyag is jelen van, melyek a varratfém térfogatában nem szerepelnek.

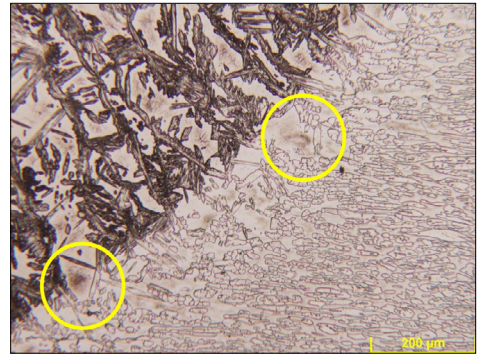
3.2. A szövetszerkezet kiértékelésének eredményei

A ferritstóppal mért ferrittartalom a 2209-es tömör huzallal hegesztett varratfém esetén $40,5 \pm 5,5\%$ volt. A 2304-es portöltetű huzal esetén ez az érték $41,5 \pm 6,8\%$. Az értékek megfelelnek az MSZ EN ISO 17781-es szabvány [6] által előírt ferrittartalomnak (legalább 30% és legfeljebb 70%), tehát az NSSC 2120-as alapanyag nagy hőbevitellel és mindkét huzal használatával a fázisarány szempontjából jól hegeszthető.

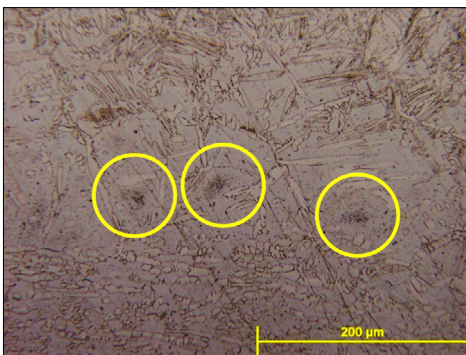
Az oxálsavas elektrokémiai maratás az ASTM A1084 [5] szabvány alapján a ferritben jelen lévő karbidok és nitridek kimutatására használható. A karbid- és nitridkiválások a maratás után sötét területként jelennek meg, amelynek arányaira a szabvány összehasonlító felvételeket tartalmaz. Az oxálsavas maratást követő felvételek a 2209-es tömör huzal esetén az **1. ábrán**, a 2304-es portöltetű huzal esetén a **2. ábrán** láthatók.



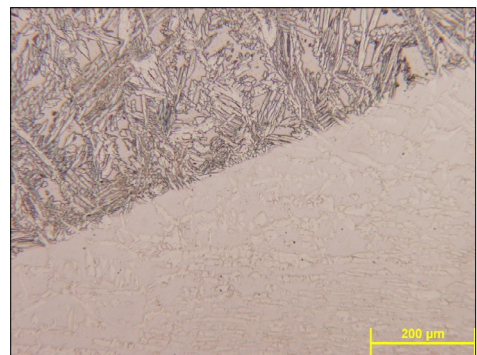
1. ábra. A 2209-es huzallal hegesztett varrat és a hőhatásövezet az oxálsavas elektrokémiai maratást követően. Bekarikázva látható a nitridkiválásra utaló jel a hőhatásövezetben



3. ábra. A 2209-es huzallal hegesztett varrat és a hőhatásövezet a salétromsavas elektrokémiai maratást követően. Bekarikázva látható a nitridkiválásra utaló jel a hőhatásövezetben



2. ábra. A 2304-es huzallal hegesztett varrat és a hőhatásövezet az oxálsavas elektrokémiai maratást követően. Bekarikázva látható a nitridkiválásra utaló jel a hőhatásövezetben



4. ábra. A 2304-es huzallal hegesztett varrat és a hőhatásövezet a salétromsavas elektrokémiai maratást követően. Nitridkiválásra utaló jel nem látható

A maratás során karbid- vagy nitridkiválásra utaló minimális jeleket találtunk (az ábrákon bekarikázva), amelyek, mértéküket tekintve, a hivatkozott szabvány szerint bőven a megfelelő kategóriában vannak. A salétromsavas elektrokémiai maratás az ASTM E 407 szabvány [7] szerint a különböző intermetallikus fázisok és nitridkiválások kimutatására alkalmas duplex acélok esetén. A salétromsavas maratást követő felvételek a 2209-es tömör huzal esetén a **3. ábrán**, a 2304-es portöltetű huzal esetén a **4. ábrán** láthatók. A maratás során nitridkiválásra utaló minimális jeleket találtunk (az ábrákon bekarikázva), amelyek mértéküket tekintve a hivatkozott szabvány szerint szintén megfelelnek.

A szövetszerkezeti kiértékelés alapján megállapítható, hogy az NSSC 2120-as alapanyag a gyártó ajánlásai szerint 3 kJ/mm hőbevitellel is jól hegeszthető, a hőhatásövezet káros másodlagos fázisok kialakulására kevésbé érzékeny.

3.3. A korróziós vizsgálat eredményei

A korróziós vizsgálat eredményei a **2. táblázat**-ban láthatók. A korróziósebesség a 2209-es tömör huzal esetén $0,64 \text{ g/m}^2$, a 2304-es portöltetű huzal esetén $0,72 \text{ g/m}^2$ értékre adódott, amely megfelel az MSZ EN ISO 17781-as szabványban [6] a varratokra előírt maximális 4 g/m^2 határértéknek.

2. táblázat. A korróziós vizsgálat eredményei

	2209-es huzal	2304-es huzal
Tömeg a vizsgálat előtt	61,0167 g	59,8156 g
Tömeg 24 óra után	61,0159 g	59,8147 g
Tömegvesztesség	0,0008 g	0,0009 g

4. Következtetések

Kutatásunkban az NSSC 2120-as sovány duplex acél nagy hőbevitellel történő hegeszthetőségét vizsgáltuk. A hegesztési kísérleteket 135-ös eljárással $\sim 3 \text{ kJ/mm}$ hőbevitellel, 2209-es tömör és 2304-es portöltetű huzallal végeztük el. A varratok kiértékelése alapján megállapítható, hogy a ferrittartalom mindkét esetben megfelelt az előírt értéknek, az alkalmazott elektrokémiai maratási módszerek során kiválási fázisok kialakulása nem jellemző, valamint a varrat korrózióállósága megfelelő volt.

Köszönetnyilvánítás

A hegesztéshez szükséges Yaskawa robot használatáért köszönettel tartozunk a Flexman Robotics Kft.-nek. A projekt a Nemzeti Kutatási, Fejlesztési és Innovációs Hivatal támogatásával – NKFIH – valósult meg (OTKA PD 138729).

Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Uzonyi S., Asztalos L., Dobránszky J.: *Duplex korrózióálló acél durvalemezek hegesztése*. Műszaki Tudományos Közlemények, 3. (2015) 315–318. <https://doi.org/10.33895/mtk-2015.03.71>
- [2] Kovács D., Blücher J., Fábrián E. R., Dobránszky J.: *Nemesíthető acélok és rozsdamentes acélok plazmanitridálása*. Műszaki Tudományos Közlemények, 5. (2016) 237–240. <https://doi.org/10.33895/mtk-2016.05.50>
- [3] Kotecki D. J.: *Some Pitfalls in Welding of Duplex Stainless Steels*. Soldagem & Inspeção, 15. (2010) 336–343. <https://doi.org/10.1590/S0104-92242010000400011>
- [4] New Lean Duplex NSSC@2120. <https://stainless.nipponsteel.com/en/campaigns/duplex/orientation/nssc2120.php> (letöltve: 2022. április 22.)
- [5] ASTM A1084-15a: Standard Test Method for Detecting Detrimental Phases in Lean Duplex Austenitic/Ferritic Stainless Steels, 2015.
- [6] MSZ EN ISO 17781:2018: Kőolaj-, petrolkémiai és földgázipar. Vizsgálási módszerek a ferrites/ausztenites (kettős) korrózióálló acélok minőség-ellenőrzésére, 2018.
- [7] ASTM E407-07(2015)e1: Standard Practice for Microetching Metals and Alloys, 2015.

Új gyártástechnológia kifejlesztése folytonosszál-erősítéses, hőre lágyuló polimer mátrixú kompozitokhoz

Development of a Novel Hybrid Manufacturing Technology for Continuous Fiber-Reinforced Thermo-Plastic Composites

Tóth Csenge,¹ Kovács Norbert Krisztián^{1, 2}

¹ Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Gépészmérnöki Kar, Polimertechnika Tanszék, Budapest, Magyarország

² MTA–BME Lendület Könnyűszerkezetes Polimer Kompozitok Kutatócsoport, Budapest, Magyarország, kovacsnp@pt.bme.hu

Abstract

In this study, we present a novel approach for the production of continuous fiber-reinforced thermoplastic composites by combining injection molding and additive manufacturing. After exploring the design requirements, we manufactured inserts via continuous fiber-reinforced 3D printing, then we used them as reinforcement for injection-molded samples. Improper fiber placement can cause warpage as the continuous fibers prevent shrinking; however, warpage can be compensated with the insert geometry. The reinforcement resulted in an increase of about 30% in the properties tested.

Keywords: *additive manufacturing, injection molding, fiber-reinforced polymer composite.*

Összefoglalás

Munkánkban egy új, hibrid eljárást mutatunk be folytonos szál, fröccsöntött kompozitok előállítására. Szál-erősített betéteket készítettünk 3D-s nyomtatással, majd ezekre polimer mátrixanyagot fröccsöntöttünk. A befroccsöntött polimer ömledék áramlását és a gyártási paraméterek (kiemelten a szerszámhőmérséklet) hatását fröccsöntési szimulációkkal ellenőriztük. Kísérleteinkkel bemutattuk, hogy aszimmetrikus szálelhelyezés esetén az erősítőszálak és a polimer zsugorodása közti különbség vetemedést okoz. A vetemedés kompenzálását követően 30%-os növekményt értünk el a fröccsöntött kompozitok hajlítószilárdsága és modulusa esetén az erősítetlen referenciához képest.

Kulcsszavak: *additív gyártás, fröccsöntés, folytonos szálak kompozit.*

1. Bevezetés

A hőre lágyuló polimer mátrixú kompozitok fejlődő iparágának kiemelt szegmense a 3D-s nyomtatás. Az additív gyártás előnye, hogy a termékben kialakuló szálorientáció akár több irány mentén is, rétegenként tervezhető [1]. A nyomtatott kompozitok mechanikai tulajdonságai azonban még elmaradnak a hagyományos (nem hőre lágyuló műanyag mátrixú) szerkezetektől, továbbá a 3D-s nyomtatás termelékenysége is inkább a

kisszériás gyártást, mintsem a tömeggyártást támogatja [2, 3].

A tömeggyártás tekintetében a fröccsöntés vezető szerepe megkérdőjelezhetetlen. A fröccsöntött kompozitok körében a rövidszálak anyagok dominálnak, bár már számos olyan technológiai fejlesztésről számoltak be a szakirodalomban, amelyek a szálhossz növelését célozták meg [4, 5]. A kívánt mechanikai tulajdonságok eléréséhez a szálhossz mellett a megfelelő szálorientációt is biztosítani kell. Fröccsöntés esetén a szálak irá-

nyát az ömledékáramlás alakítja ki, ez azonban kevés esetben azonos a várható igénybevételi irányokkal [6, 7]. Felmerült tehát az igény olyan technológiai fejlesztésre, amely által a fröccsöntött kompozitok szálorientációja tervezhetővé és szabályozhatóvá válik.

Folytonos erősítőszálak alkalmazására is vannak már példák fröccsöntés esetén [8, 9]. A folytonos szálal előgyártmányt (jellemzően előimpregnált lemezek vagy textíliák, vagy akár nem hőre lágyuló mátrixú kompozitok [10]) a szerszámba helyezik, majd erre fröccsöntik rá a mátrixanyagot [11, 12]. A folytonos szálal előgyártmánnyal készült kompozitok szilárdsága és merevsége kimagasló, azonban a geometria bonyolultságának tekintetében az eljárás továbbra is korlátozott.

A 3D-s nyomtatás megoldást jelenthet az említett problémákra. 3D-s nyomtatással egyedi igények szerint tervezett erősítőstruktúrák hozhatók létre, és ezek a termék igénybevételnek kitett részeibe ágyazhatók, ezáltal potenciálisan csökkenthető a termék tömege és a felhasznált erősítőszálak mennyisége is [13].

Ebben a tanulmányban 3D-s nyomtatott kompozitból készült szerkezetek betétként való alkalmazhatóságát vizsgáljuk, fröccsöntött termékek erősítése érdekében. Bemutatjuk a betétek tervezési irányelveit és a hibrid gyártási eljárást lépésről lépésre, majd vizsgáljuk a folytonos szálak tulajdonság-módosító hatásait is.

2. Alapanyagok és technológiák

2.1. Alapanyagok

A 3D-s nyomtatású betétek mátrixanyaga a Markforged „Tough Nylon” (később „End of life Nylon”) típusú polimer nyomtatószál, amelyet szárítódobozban tárolunk. Az erősítőanyag a Markforged cég folytonos szénszálat tartalmazó nyomtatószála [14], amely 1000 elemi szénszálat tartalmaz [15].

A ráfröccsöntéshez Alphalon 27 típusú, PA6 mátrixanyagot alkalmaztunk a Grupa Azoty ATT Polymers gyártótól [16]. Fröccsöntés előtt szárítószekrényben 80 °C-on, 4 órán át szárítottuk a granulátumot a feldolgozáshoz szükséges nedvesgéttartalom elérése érdekében.

2.2. Próbatestek készítése és vizsgálati módszerek

A betéteket Mark Two (Markforged, USA) típusú, ömledékáramlásra alapuló 3D-s nyomtatóval készítettük. A szeletelést a Markforged cég felhőalapú szoftverével végeztük (Eiger). A fő

1. táblázat. Nyomatási paraméterek

Paraméter	Érték
Kitöltési mintázat	Tömör
Kitöltési fok	100%
*Kitöltési orientáció	45°
Szálkitöltés mintázata	Koncentrikus
*Fúvókaátmérő	0,4 mm
*Fúvóka-hőmérséklet	270 °C

nyomatási paramétereket az 1. táblázat mutatja, ahol a csillaggal jelölt paraméterek rögzítettek a szoftverben, nem módosíthatók. A mátrixanyagra vonatkozó paraméterek (kitöltési mintázat és a kitöltés foka) kiválasztásánál a célunk tömör szerkezet létrehozása volt, minimális üregtartalommal. Az erősítőszálakat a külső falak mentén, a kontúrral párhuzamosan helyeztük el.

Arra törekedtünk, hogy maximalizáljuk a száltartalmat a lehető legkisebb falvastagság esetén. Így az egyes betétgeometriák száltérfogatának részaránya különbözött. A száltérfogati arányokat az (1) képlet alapján határoztuk meg.

$$v_f = \frac{V_f}{V_c}, \quad (1)$$

ahol V_f (cm³) a száltérfogat és V_c (cm³) a teljes kompozit térfogata.

A ráfröccsöntés előtt szimulációkat futtattunk az U és a K típusú inzertek esetén, Moldflow (Autodesk, 2016) szoftverrel. A szimulációk célja a betétek körül várható ömledékáramlás vizsgálata volt, továbbá kerestük azt a szerszámhőmérsékletet, amely elméletileg biztosíthatja a polimerek hegedéséhez szükséges körülményeket. A háromdimenziós modelleket Autodesk Inventor Professional (Autodesk, 2020) programmal készítettük, a hálózást pedig Hypermesh (Altair Hyperworks, 2017.1) szoftverrel végeztük.

A fröccsöntött mintákat Arburg Allrounder Advance 270S 400-170 típusú fröccsöntőgéppel készítettük, 255, 260, 265, 270 °C zónahőmérsékletekkel és 80 °C szerszámhőmérséklettel, 1500 bar nyomással. A paraméterek kiválasztását a szimulációk eredményeire és a gyártói ajánlásokra alapultuk [16].

Kvázi statikus hajlítóvizsgálatot végeztünk Zwick Z005 típusú szakítógéppel, az MSZ EN ISO 178 szabvány [17] alapján, 64 mm alátámasztási távolsággal, 5 mm/min vizsgálati sebesség mellett. Típusonként 5 mintát vizsgáltunk.

3. A kompozitbetétek tervezése

3.1. Geometria

Először két, majd egy harmadik típusú betéogeometriát terveztünk a fröccsöntött termékek hajlítási tulajdonságainak javítása érdekében. A követelményeket három fő szempont szerint határoztuk meg, amelyek a nyomtathatóság, a fröccsöntéssel való alkalmazhatóság és a kompozitszerkezet minősége. A 3D-s nyomtatásra vonatkozó irányelveket az alkalmazott berendezés határai és a szeletelőszoftverben rögzített paraméterek határozzák meg. Ilyen jellemzők például a minimális falvastagság, a maximális száltartalom és a rétegvastagság. A fröccsöntéssel való alkalmazhatóság egyrészt a geometriát korlátozza (hiszen a betétet el kell helyezni a szerszámban), továbbá befolyásolja az alapanyag-választást is. A betét mátrixanyaga kompatibilis kell legyen a fröccsöntéshez használt polimerrel, továbbá el kell viselnie a fröccsöntés során fellépő nyomást és nyíróerőket is. Végül a termék minőségét a betét és a fröccsöntött mátrixanyag közti megfelelő hegedéssel kell garantálni, amely a tervezett tönkremenetelig fennáll.

Először tehát két betétet terveztünk (1a–b. ábra), majd az első ráfröccsöntések tapasztalatai alapján egy harmadik geometriát alakítottunk ki, amely az 1c. ábrán látható. Mindegyik típus esetén a hossz tengellyel párhuzamosan helyeztük el az erősítőszálakat, úgy, hogy a húzott vagy a nyomott oldalra essenek, tehát a termék igénybevételnek leginkább kitett részét erősítsék. A betétek szerszámba illesztését a 2. ábra mutatja be. Annak érdekében, hogy a betétek ne essenek ki a szerszámból, szoros illesztést alkalmaztunk. Az egyes geometriák száltérfogati arányait a 2. táblázat foglalja össze.

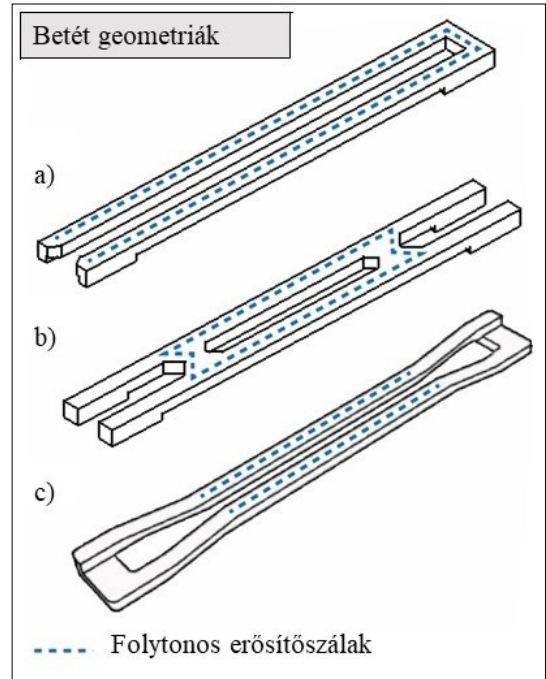
3.2. Fröccsöntési szimulációk

A próbatestek gyártása előtt fröccsöntési szimulációkkal vizsgáltuk az ömledék útját a betétek körül. A szimulációk célja továbbá a különböző szerszámhőmérsékletek hegedésre gyakorolt hatásainak elemzése volt.

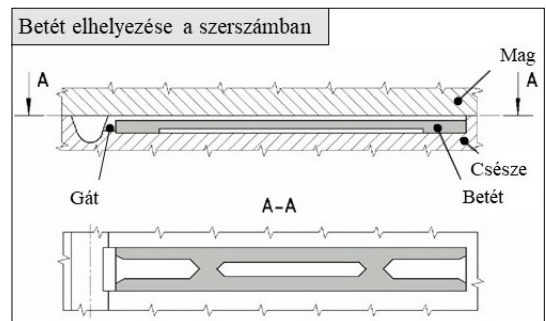
A 3. ábra a betétek visszaolvadt felületeit mutatja különböző szerszámhőmérsékletek esetén. Azt feltételezzük, hogy ha nagyobb a befröccsöntött polimer által megömlesztett felületek aránya a betét falai mentén, akkor potenciálisan jobb hegedés érhető el a mátrixanyag és a betét között. A szimulációk eredményei azt mutatják, hogy a visszaolvadt felületek nagysága a szerszámhőmérséklet növelésével nő. Látható továbbá, hogy a

2. táblázat. Az egyes betéttípusok száltérfogati arányai

Betéttípus	vf (%)
U	26,9
K	8,3
W	10,5

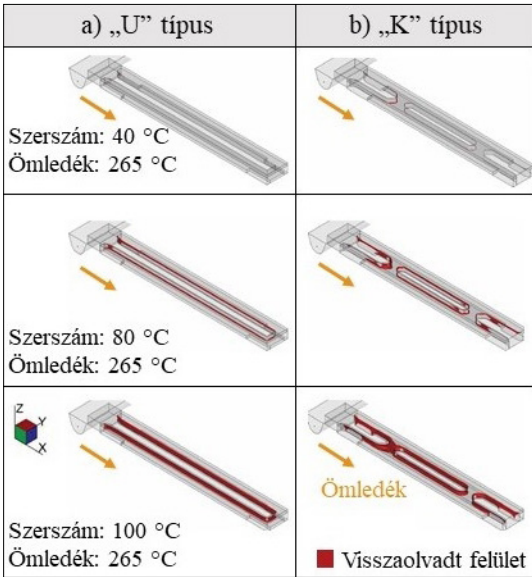


1. ábra. Betéogeometriák vázlata: a) U típus, b) K típus, c) W típus. A szaggatott vonalak a folytonos erősítőszálak helyét jelölik

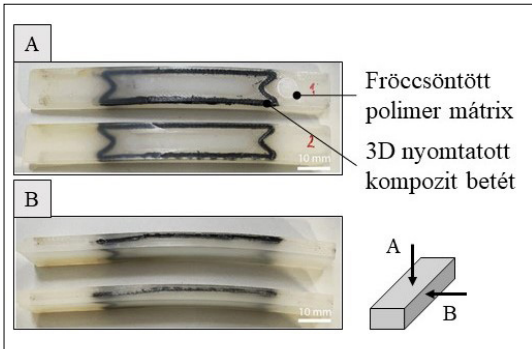


2. ábra. Vázlat a K típusú betét pozíciójáról a fröccsöntőszerszámban

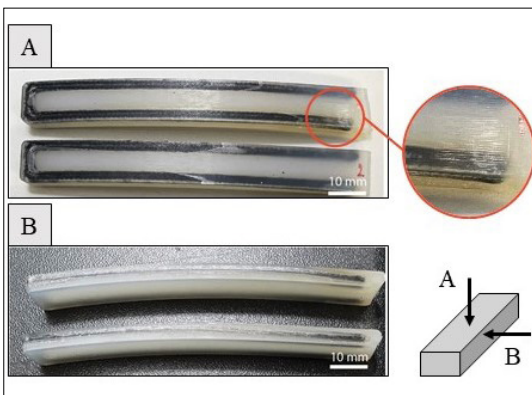
befröccsöntött anyag várhatóan zárványmentesen ki fogja tölteni a szerszámüreget a betét körül. Ez nagy jelentőséggel bír, hiszen a részleges kitöltés esetén kialakult üregek hibahelyet jelentenek.



3. ábra. Visszaolvadt felületek aránya különböző szerszámhőmérsékletek esetén



4. ábra. K típusú betéttel erősített próbatetek



5. ábra. U típusú betéttel erősített próbatetek

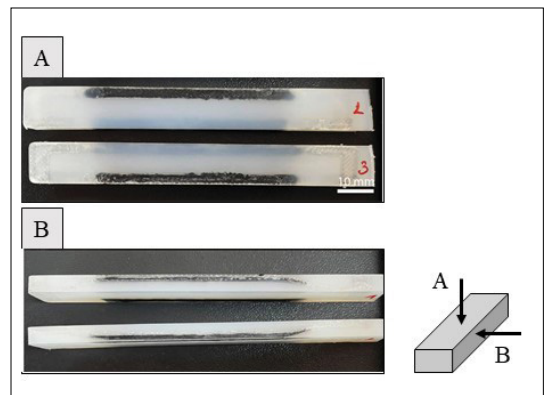
4. Kompozitminták készítése

A betéteket a 2.2. fejezetben leírtaknak megfelelően, 3D-s nyomtatással készítettük, majd a fröccsöntőszerszámba manuálisan helyeztük el őket. A szerszámüreg üresen maradt részébe poliamid mátrixanyagot fröccsöntöttünk úgy, hogy a kitöltést a maximális fröccsnyomással korlátoztuk.

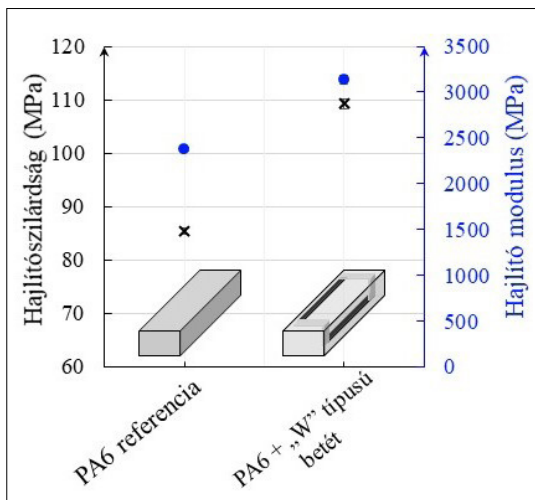
Az első gyártási tapasztalata az volt, hogy az U és a K típusú betétekkel erősített minták nagymértékben vetemedtek. Ennek oka, hogy a kilökést követően a polimer hűl és zsugorodik, a szénszálkötegek azonban jóval kisebb mértékben zsugorodnak, így gátolják a környezetükben lévő polimer deformációját. Aszimmetrikus szálelhelyezés esetén így a minta eltérő mértékben deformálódik, ami vetemedést okoz (4. és 5. ábra).

A kompozitminták gyártását követően a betétek falai mentén helyenként a polimer elszíneződését, a dízelhatáshoz hasonló beégési nyomokat is tapasztaltuk (5. ábra). Ennek több oka is lehet. Egyrészt a betétek akadályozhatják a szerszám kilevegőzését, így a befröccsöntés során légbuborékok ragadhatnak bent, amelyek a nyomás hatására felhevülnek, és a molekulaláncok lokális tördelődését okozzák. Másrészt előfordulhat, hogy a betétek mátrixanyagának molekulaszervezete a betét környezetében megnövekedett nyíróerők hatására roncsolódik.

A vetemedés kompenzálása érdekében egy harmadik (W típusú) betéttel terveztünk. Ennél a geometriánál egyenlő mennyiségű szálát helyeztünk el a minta szemközti oldalai mentén. A szimmetrikus szálelhelyezés következtében a minták egyforma mértékű zsugorodást szenvedtek a hossz tengely mentén, így a vetemedés szemmel is jól látható mértékben csökkent (6. ábra).



6. ábra. W típusú betéttel erősített, fröccsöntött próbatetek



7. ábra. A hajlítóvizsgálatok eredményei erősítetlen, illetve a W betéttel erősített minták esetén

5. A hajlítóvizsgálatok eredményei

A 3D-s nyomtatással készített kompozitbetétek tulajdonságmódosító hatását hárompontos hajlítással vizsgáltuk, amely során erősítetlen fröccsöntött mintákkal végeztünk összehasonlítást. Az eredményeket a 7. ábra mutatja be.

Az U és a K típusú betéttel erősített próbatesteket a vetemedés miatt nem tudtuk vizsgálni. A 10% száltérfogat arányú kompozitok hajlítószilárdsága és modulusa 30%-kal növekedett az erősítetlen mintákhoz képest. Megfigyelhető továbbá, hogy a méréseket igen kis szórás terheli, ami a gyártási eljárás jó reprodukálhatóságára utal.

6. Következtetések

Munkánkban sikeresen alkalmaztunk 3D-s nyomtatással készített kompozitbetéteket fröccsöntött termékek előállítására. Folytonos szén-szállal erősített betétgeometriákat terveztünk, majd ezeket elhelyeztük a szerszámban, és a szerszámüreg fennmaradó üres térfogatába polimer mátrixanyagot fröccsöntöttünk. A kompozitbetétek poliamid mátrixanyaggal készültek, így a fröccsöntéshez is poliamidot választottunk. A gyártást megelőzően fröccsöntési szimulációkat végeztünk a kitöltés vizsgálatára, illetve a szerszámhőmérséklet meghatározására. Kimutattuk, hogy az erősítőszálak és a polimer zsugorodása közötti különbség vetemedést okoz, ami a szálak szimmetrikus elhelyezésével kompenzálható. Ezek alapján új betétgeometriát terveztünk, amely már nem okozta a fröccsöntött minták látható vetemedését. A szálerősítés által 30%-os

növekményt értünk el a fröccsöntött kompozitok hajlítószilárdsága és modulusa esetén az erősítetlen mintákhoz képest. Összességében, a bemutatott eljárással folytonos szállal erősített, hőre lágyuló polimer mátrixú kompozitok termelékeny gyártása valósítható meg, az újrahasznosíthatóság és az egyedi igények szerint kialakítható mechanikai tulajdonságok előnyeivel.

Köszönetnyilvánítás

A kutatást a Nemzeti Kutatási, Fejlesztési és Innovációs Hivatal (NKFIH) OTKA (FK 134336) pályázata támogatta.

Szakirodalmi hivatkozások

- [1] van de Werken N., Tekinalp H., Khanbolouki P., Ozcan S.: *Additively manufactured carbon fiber-reinforced composites: State of the art and perspective*. Additive Manufacturing, 31. (2020) 100962. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.100962>
- [2] Liu S., Li Y., Li N.: *A novel free-hanging 3D printing method for continuous carbon fiber reinforced thermoplastic lattice truss core structures*. Materials and Design, 137. (2018) 235–244. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.10.007>
- [3] Wang X., Jiang M., Zhou Z., Gou J., Hui D.: *3D printing of polymer matrix composites: A review and prospective*. Composites Part B: Engineering, 110. (2017) 442–458. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2016.11.034>
- [4] Tábi T., Égerházi A. Z., Tamás-Bényei P., Cziganý T., Kovács J. G.: *Investigation of injection moulded poly(lactic acid) reinforced with long basalt fibres*. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 64. (2014) 99–106. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2014.05.001>
- [5] Yan X., Cao S.: *Structure and interfacial shear strength of polypropylene-glass fiber/carbon fiber hybrid composites fabricated by direct fiber feeding injection molding*. Composite Structures, 185. (2018) 362–372. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2017.11.037>
- [6] Yu S., Hwang J. Y., Hong H. S.: *3D microstructural characterization and mechanical properties determination of short basalt fiber-reinforced polyamide 6,6 composites*. Composites Part B: Engineering, 187. (2020) 107839. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2020.107839>
- [7] Sun X., Lasecki J., Zeng D., Gan Y., Su X., Tao J.: *Measurement and quantitative analysis of fiber orientation distribution in long fiber reinforced part by injection molding*. Polymer Testing, 42. (2015) 168–174. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2020.107839>
- [8] Valvedere M. A., Kupfer R., Wollmann T., Kawashita L. F., Gude M., Hallett S. R.: *Influence of component design on features and properties in ther-*

- moplastic overmoulded composites*. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 132. (2020) 105823.
<https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2020.105823>
- [9] Schneider T.: *Lightweight construction: First composite gearbox housing with layer-optimized organo sheeting weighs 30% less than a comparable aluminum component*. Reinforced Plastics, 63/1. (2019) 40–45.
<https://doi.org/10.1016/j.repl.2017.11.018>
- [10] Karakaya N., Papila M., Özgoc G.: *Overmolded hybrid composites of polyamide-6 on continuous carbon and glass fiber/epoxy composites: An assessment of the interface*. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 131. (2020) 105771.
<https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2020.105771>
- [11] Fu L., Zhang M., Zhai Z., Jiang F.: *The influence of preheating temperature on the mechanical properties of injection-overmolded hybrid glass fiber reinforced thermoplastic composites*. Polymer Testing, 105. (2022) 107425.
<https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2021.107425>
- [12] Andrzejewski J., Przyszczykowski P., Szostak M.: *Development and characterization of poly(ethylene terephthalate) based injection molded self-reinforced composites. Direct reinforcement by overmolding the composite inserts*. Materials&Design, 153. (2018) 273–286.
<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.04.084>
- [13] Boros R., Rajamani P. K., Kovács J. G.: *Combination of 3D printing and injection molding: Overmolding and overprinting*. EXPRESS Polymer Letters, 13/10. (2019) 889–897.
<https://doi.org/10.3144/expresspolymlett.2019.77>
- [14] www.markforged.com (letöltve: 2022. március 10.).
- [15] Dickson A. N., Barry J. N., McDonnell K. A., Dowling D. P.: *Fabrication of continuous carbon, glass and Kevlar fibre reinforced polymer composites using additive manufacturing*. Additive Manufacturing, 16. (2017) 146–152.
<https://doi.org/10.1016/j.addma.2017.06.004>
- [16] <https://grupaazoty.com/en/group-s-offer/plastics/alphalon-27> (letöltve: 2022. március 10.).
- [17] MSZ EN ISO 178: *Műanyagok. A hajlítási tulajdonságok meghatározása*, 2010.

Cink-oxid nanorészecskékkel adalékolt PLA/PBS keverékek termogravimetriai és dinamikus mechanikai tulajdonságainak vizsgálata

Analysis of Thermogravimetric and Dynamic Mechanical Properties of PLA/PBS Blends Doped With Zinc Oxide Nanoparticles

Virág Ábris Dávid,¹ Molnár Kolos^{2, 3}

¹ Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Gépészmérnöki Kar, Polimertechnika Tanszék, Budapest, Magyarország, viraga@pt.bme.hu

² Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Gépészmérnöki Kar, Polimertechnika Tanszék, Budapest, Magyarország

³ MTA–BME Kompozittechnológiai Kutatócsoport, Budapest, Magyarország, molnar@pt.bme.hu

Abstract

In the present work, PLA-PBS blends of 80/20 weight ratio were doped with zinc oxide (2.5; 5; 7.5 and 10 phr) and the flow, thermogravimetric and thermomechanical behaviour of the resulting blends were investigated. Using capillary plastometry, thermogravimetry (TGA) and dynamic mechanical analysis (DMA), it was found that the increase in zinc oxide content resulted in an increase in the flow indices (MFI, MVR), as well as in the storage and loss modulus values, and a decrease in the thermal stability and glass transition temperature.

Keywords: PLA, blends, zinc-Oxide, thermogravimetry.

Összefoglalás

Jelen munkában 80/20 tömegarányú PLA-PBS keverékeket adalékoltunk cink-oxidoddal (2,5; 5; 7,5 és 10 phr arányban), majd az így létrehozott keverékek folyási, termogravimetriai és termomechanikai viselkedését vizsgáltuk. Kapillárisképlékenység-mérés, termogravimetria (TGA) és dinamikus mechanikai analízis (DMA) segítségével megállapítottuk, hogy a cink-oxid-tartalom növelésének hatására a folyási mutatószámok (MFI, MVR), továbbá a tárolási és veszteségi modulusz értékei növekedtek, a termikus stabilitás és az üvegesedési átmeneti hőmérséklet csökkent.

Kulcsszavak: PLA, keverék, cink-oxid, termogravimetria.

1. Bevezetés

A politejsav (PLA) ma az egyik legtöbbet kutatott, biológiai úton lebontható polimer. Népszerűségét jól mutatja, hogy a Web of Science adatbázisa [1] szerint 2021-ben 7301, 2020-ban pedig 6867 olyan új kutatási cikk jelent meg, amely címében tartalmazta a PLA vagy a polylactic acid kifejezést.

A kutatások jelentős része a PLA csomagolóanyagként történő felhasználásával foglalkozik, hiszen az előállított polimerek kb. 40%-át csoma-

golóanyagként használják fel, amelyek funkciójukból adódóan általában egyszer használatosak és nagyon rövid élettikusúak [2]. A politejsavról általánosan elmondható, hogy tulajdonságai összehasonlíthatóak a jelenleg nagy tömegben alkalmazott polimerekével, azonban nagyon rideg anyag, továbbá rossz a gázzárási tulajdonsága, ezért önmagában (lágyítók, illetve egyéb adalékok nélkül) kevésbé alkalmas élelmiszeripari csomagolóanyagok előállítására [3]. A ridegségre megoldást jelenthet a PLA különböző szívós anyagokkal törté-

nő keverése, célszerűen szintén biológiai úton lebontható polimerekkel [pl.: polibutilén-szukcinát (PBS), polibutilén-adipát-tereftalát (PBAT)].

A gázzáró képesség javítása érdekében célszerű különböző, ún. nanoadalékok alkalmazása, például a cink-oxidé (ZnO). A cink-oxid multifunkcionális, környezetbarát nanoadalék (ezek részecskemérete a nanoskála mérettartományába esik), amely az amerikai Élelmiszer- és Gyógyszerügyi Hivatal besorolása szerint biztonságos adalék, azaz alkalmazható akár élelmiszeripari csomagolásokban is [4]. Ezenfelül számos kutatás alátámasztotta, hogy a cink-oxid javítja az anyag gázzáró képességét [5], továbbá antibakteriális [6], sőt bizonyos mértékben antivirális [7, 8] tulajdonságokat is hordoz.

Jelen kutatásban azt vizsgáltuk, hogy a tiszta PLA termogravimetriai és termomechanikai tulajdonságait milyen mértékben módosítja a PBS-sel történő keverékképzés, illetve a keverékhez történő cink-oxid-adagolás.

2. Anyagok és módszerek

2.1. Vizsgálati minták előállítása

A vizsgálatok szükséges próbatestek előállításához a Natureworks LLC által gyártott Ingeo Biopolymer 2500HP típusú politejsavat (PLA), a NaturePlast által gyártott PBE 003 polibutilén-szukcinátot (PBS), illetve Zinkweiss Harzsiegel ME-004 típusú zink-oxid (ZnO) anyagot használtuk.

A kompaundokat a Labtech Engineering Co., Ltd. (Thaiföld) LTE 26-44 típusú ikercsigás extruder segítségével állítottuk elő. Az extruder 10 zónájának hőmérsékletei a következőképp alakultak: 190-190-190-190-190-200-200-210-210. A csigaforgás sebessége 25 1/min, míg az adagolás sebessége 5 1/min volt. A kéttized gramm pontossággal kimért cink-oxidot (2,5; 5; 7,5 és 10 phr-ben) mechanikusan összekevertük 80% PLA-t, illetve 20% PBS-t tartalmazó szárazkeverékkel. Majd ezt a keveréket adagoltuk be az extruderbe, a ZnO-nanorészecskék minél egyenletesebb eloszlása érdekében. Az extruderből történő kilépést követően az extrudátumot végigvezettük egy szállítószalagon, miközben a szállítószalag fölé szerelt hűtőventilátorok segítségével lehűtöttük, végül Labtech Engineering (Thaiföld) LZ-120/VS típusú berendezéssel granuláltuk. Így tehát az 1. táblázatban látható vizsgálati mintákat állítottuk elő. Fontos megjegyezni, hogy a táblázatban szereplő phr (parts per hundred rubber) jelen esetben a 100 tömegegység polimerhez adott cink-oxid mennyisége, tömegegységben kifejezve.

1. táblázat. Az előállított vizsgálati minták és ZnO-tartalmuk

Mintanév	PLA %	PBS %	ZnO	
			phr	%
PLA	100	100	0	0
PBS	0	0	0	0
PLA/PBS/0	80	20	0	0
PLA/PBS /2,5	78,0	19,5	2,5	2,4
PLA/PBS/5	76,2	19,0	5	4,8
PLA/PBS/7,5	74,4	18,6	7,5	7
PLA/PBS/10	72,7	18,2	10	9,1

Az energiadisziperzív spektrometriához, illetve a dinamikus mechanikai vizsgálatokhoz szükségünk volt préselt lapokra; ezeket Dr. Collin GmbH (Németország) Teach-Line Platen Press 200E típusú, hidraulikus présgéppel készítettük el. A préseléshez 160×160×1 mm-es préskeretet használunk. A préselési hőmérséklet 210 °C volt. A préselési folyamat a következő lépésekből állt: 0 MPa-on 3 perc előmelegítés, majd 0,98, 1,96 és 2,94 MPa-on 1-1 perc préselés (a lépések között kilevegőztetés céljából szerszámnyitás, majd -zárás), végül 3,92 MPa-on 3 perc préselés, majd hűtés (a feltüntetett nyomásértékek a préselt lap felületére vonatkoztatott értékek).

2.2. Vizsgálati módszerek

A tömegegységre (MFI: Melt Flow Index) és a térfogategységre (MVR: Melt Volume Rate) vonatkoztatott folyási mutatószámot Instron CEAST 7027.000 típusú géppel vizsgáltuk, anyagtípusonként 5 mérést végeztünk. A méréseket 210 °C-on (a kompaundálás vég hőmérsékletén), 2,16 kg terhelő súllyal végeztük az MSZ EN ISO 1133 szabványnak [9] megfelelően.

Az energiadisziperzív spektrometria (EDS) során JEOL JSM 6380LA típusú pásztázó elektronmikroszkóp (SEM) segítségével, vékony aranyréteggel bevont, mélyhűtésben létrehozott töretfelületeket vizsgáltunk.

A termikus stabilitást és a termikus bomlási folyamatok alakulását termogravimetriai analízis (TGA) segítségével elemeztük (az MSZ EN ISO 11358-1 szabvány [10] alapján). A vizsgálatokat a TA Instruments Q500 típusú berendezéssel, 5–10 mg-os mintákon, 50 és 600 °C közötti hőmérséklet-tartományban, 10 °C/min fűtési sebességgel végeztük.

A dinamikus mechanikai vizsgálatok során a TA Instruments Q800 típusú géppel végeztünk hő-

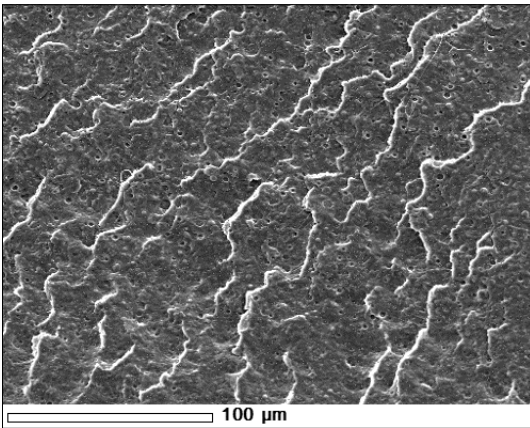
mérséklet-sőpréseket, szobahőmérséklet és 150 °C között, 2 °C/min fűtési sebességgel. Minden mérés esetén olyan amplitúdót választottunk, amely a lineárisan viszkoelasztikus viselkedés tartományán belül volt. A vizsgálatokhoz a két oldalon befogott tartó elrendezést használtuk, a 10×60 mm-es mintákat a préselt lapokból vágtuk ki. A hőmérséklet-sőpréseket mind a tiszta polimereken, mind a kompaundokon elvégeztük, azonban a 7,5 és 10 phr cink-oxidot tartalmazó keverékek olyan ridegen viselkedtek, hogy már a befogás során eltörték.

3. Eredmények

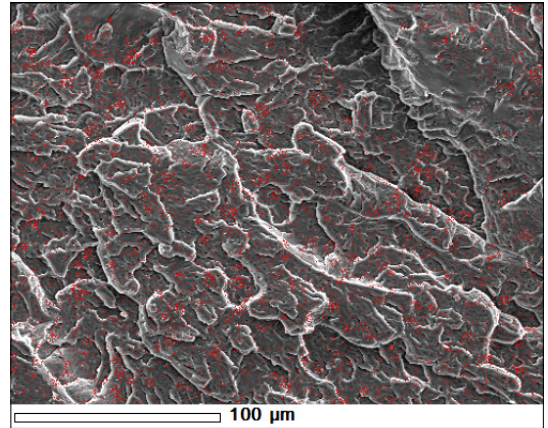
3.1. Energiadisziperzív spektrometria

EDS-sel vizsgáltuk a keverékekben lévő cink-oxid mennyiségét és eloszlását is, a tiszta PLA/PBS keverék és a 2,5;5;7,5 és 10 phr cink-oxidot tar-

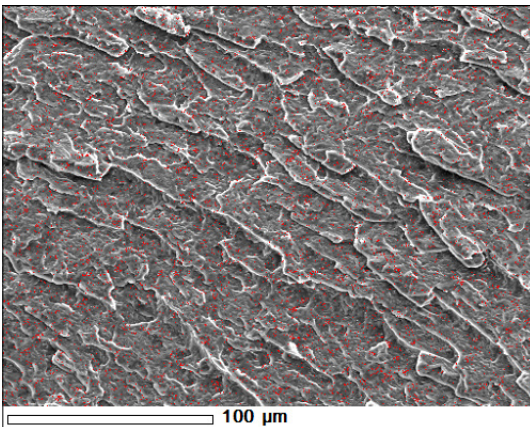
talmazó keverékek pásztázó elektronmikroszkópos (SEM-) felvételei rendre az **1–5. ábrán** láthatók. Az ábrákon látható piros pontok jelölik a cinktartalmú részecskéket. A PLA/PBS keverék nem tartalmaz cink-oxidot, a 2,5 phr-es keverék esetén már láthatóak a cink-oxid-részecskék, amelyek egyenletesen eloszlának a keverékben. Az 5 és 7,5 phr-es keverék esetén láthatóan nő a cink-oxid mennyisége, azonban ezek eloszlása már nem olyan egyenletes: a polimer mátrixban cink-oxid aggregátumok figyelhetők meg. Végül a 10 phr-es keverék esetében már nagyobb méretű aggregátumokban jelenik meg a cink-oxid. A cink-oxid-tartalom növekedésével a részecskék egyenletes eloszlása látványosan romlik. A keletkezett aggregátumok miatt a polimer mátrix nem lesz folytonos; ezek potenciális hibahelyeket hoznak létre.



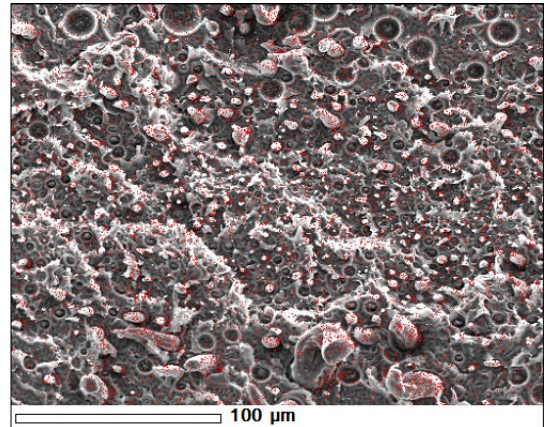
1. ábra. PLA/PBS keverék SEM-felvétele



3. ábra. 5 phr ZnO-t tartalmazó PLA/PBS keverék SEM-felvétele (a piros szín a Zn elemet jelöli)



2. ábra. 2,5 phr ZnO-t tartalmazó PLA/PBS keverék SEM-felvétele (a piros szín a Zn elemet jelöli)



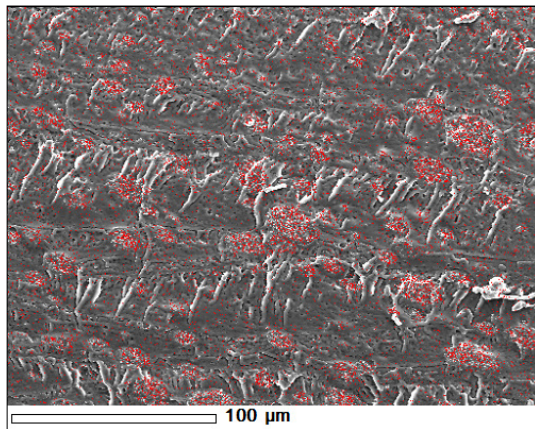
4. ábra. 7,5 phr ZnO-t tartalmazó PLA/PBS keverék SEM-felvétele (a piros szín a Zn elemet jelöli)

Az 1-5. ábrák alapján az is látható, hogy a gondos alapanyag-előállításnak köszönhetően 2,5 és 5 phr ZnO-tartalom esetén kifejezetten jól sikerült az elosztatás, azonban 5 phr felett, a nagy felület/térfogat arányú, aggregálódott ZnO-részecskéket még így sem sikerült megfelelően elosztatni.

A 2. táblázat a cink- (Zn-), valamint cink-oxid- (ZnO-) tartalmat mutatja a különböző keverékek esetén. A mérés során csak a Zn mennyisége határozható meg közvetlenül, a ZnO-tartalom meghatározásának érdekében a cink mennyiségéhez még hozzá kell adni az ekvimoláris mennyiségű oxigént is. A cink atomtömege 65,38 g, az oxigéné 16 g. Ebben az esetben minden 65,38 g cinkre jut 16 g oxigén, így a 65,38 g cink valójában 81,38 g cink-oxidnak felel meg. Azaz 1 tömegszázalék cink 1,24 tömegszázalék cink-oxidnak felel meg. Ezt a korrekciót elvégezve a 2. táblázat alapján látható, hogy a beadagolt mennyiséggel közel azonos értékeket kaptunk. A 2,5, valamint az 5 phr cink-oxid esetén a számított eredmények majdnem megegyeznek a beadagolt mennyiséggel. A nagyobb ZnO-tartalmak esetén azonban a részecskék eloszlása nem egyenletes, aggregátumok maradnak a keverékben, ezzel magyarázható a hozzákevert és a mért adatok közötti eltérés. Látható, hogy minél nagyobb a cink-oxid mennyisége, annál nagyobb ez az eltérés.

3.2. A folyási mutatószámok meghatározása

Az MFI-mérések eredményeit a 3. táblázat tartalmazza. A PLA mért értékeinek átlaga megegyezik az adatlapon [11] feltüntetett 8 g/600 s-mal. A PBS kisebb értékeket produkált az adatlapján [12] lévőhöz képest, azonban az ott található 5 g/600 s-os MFI meghatározása 190 °C-on történt. A PLA/PBS keverék átlagos MFI-értékében kis növekedés látható, azonban cink-oxid hozzáadásával mind az MFI, mind a MVR értékében ugrásszerű növekedés figyelhető meg. Ez az ugrásszerű növekedés jelentős mértékű degradációra utal. A folyási tulajdonságokban jelentkező növekedés a cink-oxid-tartalom növelésével olyan jelentős mértékű volt, hogy az 5 phr-es keverék mérésénél csökkenteni kellett a mérés során alkalmazott várakozási és a tartási időt. Bár a 2,5 phr-es ZnO-tartalmú keverék még mérhető volt, az ilyen mértékű MFI-növekedés a feldolgozás során már problémákat okozhat. A 7,5 és 10 phr-es keverék mérése pedig már a paraméterek megváltoztatásával sem volt lehetséges.



5. ábra. 10 phr ZnO-t tartalmazó PLA/PBS keverék SEM-felvétele (a piros szín a Zn elemet jelöli)

2. táblázat. A keverék és a kompaundok Zn- és ZnO-tartalma tömegrészarányban (%)

Mintanév	Zn	ZnO	Hozzákevert ZnO
PLA/PBS/0	0,02±0,14	0,02±0,02	0
PLA/PBS/2,5	1,82±0,10	2,26±0,12	2,44
PLA/PBS/5	3,87±0,13	4,80±0,16	4,76
PLA/PBS/7,5	5,16±0,10	6,40±0,12	6,98
PLA/PBS/10	5,64±0,13	7,00±0,16	9,09

3. táblázat. Tömeg- és térfogategységre vonatkoztatott folyási mutatószámok

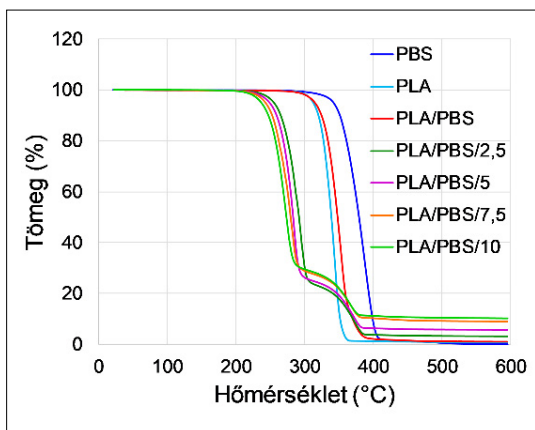
Mintanév	MFI (g/600 s)	MVR (cm ³ /600s)
PLA	8,06±0,13	7,31±0,10
PBS	3,42±0,95	3,26±0,91
PLA/PBS	8,55±0,12	7,81±0,16
PLA/PBS/2,5	58,85±4,33	73,91±14,13
PLA/PBS/5	60,38±2,85	70,74±13,82

3.3. Termogravimetriai analízis (TGA)

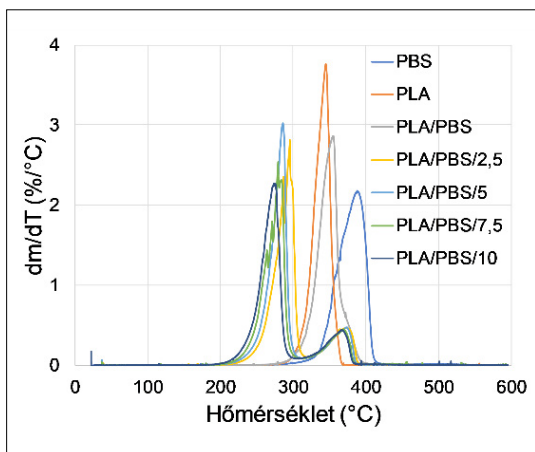
A TGA segítségével vizsgáltuk a minták termikus stabilitását, a vizsgálat eredményeit a 6. és 7. ábra, továbbá a 4. táblázat mutatja. A PLA, a PBS és a keverék esetében a bomlási folyamat egy lépcsőben, míg a zink-oxiddal adalékolt kompaundok esetén két lépcsőben zajlott le. A lépcsők magasságából a PLA-, ill. PBS-tartalomra lehet következtetni. A tiszta PBS termikus bomlása nagyobb hőmérsékleten (344 °C) indult meg, mint a PLA bomlása (309 °C). Ezek alapján a PBS ellenállóbbnak bizonyul a termikus degradációval szemben, mint a PLA. A PLA/PBS keverék termikus sta-

4. táblázat. A termogravimetriai analízis számszerűsített eredményei

	PBS	PLA	PLA/PBS	PLA/ PBS/2,5	PLA/PBS/5	PLA/ PBS/7,5	PLA/ PBS/10
Lépcsők száma	1	1	1	2	2	2	2
1. lépcső eleje, A1 (°C)	344	309	310	256	251	241	236
1. lépcső vége, B1 (°C)	402	352	365	301	291	288	286
2. lépcső eleje, A2 (°C)	–	–	–	347	345	344	339
2. lépcső vége, B2 (°C)	–	–	–	384	381	378	376
1. lépcső magassága, %	100	99,2	98,9	77,5	75,5	72,6	71,5
2. lépcső magassága, %	–	–	–	19,3	18,8	18,4	18,2
Maradék, %	0,03	0,82	1,06	3,19	5,71	9,00	10,28
Korrigált maradék, %	–	–	0	2,13	4,65	7,94	9,22
1. csúcs a DTG-görbén (°C)	387	343	352	294	284	280	273
2. csúcs a DTG-görbén (°C)	–	–	–	374	373	369	367



6. ábra. A vizsgált anyagok termogravimetriai görbéi



7. ábra. A vizsgált anyagok differenciális termogravimetriai görbéi

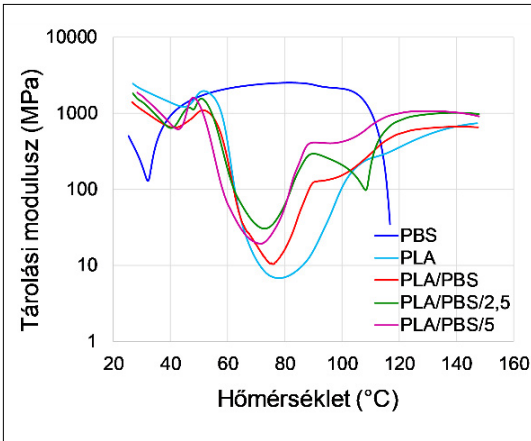
bilitása pedig nagyobb volt, mint a tiszta PLA-é, ami azt jelenti, hogy a PBS hatással van a hőstabilitásra; ezt igazolták Jompano és társai is [13]. A ZnO-tartalmú kompaundok termikus bomlása a cink-oxid-tartalom növekedésével egyre kisebb hőmérsékleten indult meg. A termikus stabilitásban jelentkező, nagymértékű csökkenés azt mutatja, hogy a ZnO jelentős degradáló hatással van a PLA-ra nagy hőmérsékleten.

A korrigált maradék (a korrigált itt a PLA/PBS keveréknél maradó tömeggel korrigáltat jelent) értékek pedig a minta ZnO-tartalmát mutatják százalékos tömearányban. Látható, hogy ezek az értékek jó közelítéssel egybeesnek az EDS-sel meghatározott, illetve a bekevert értékekkel (2. táblázat).

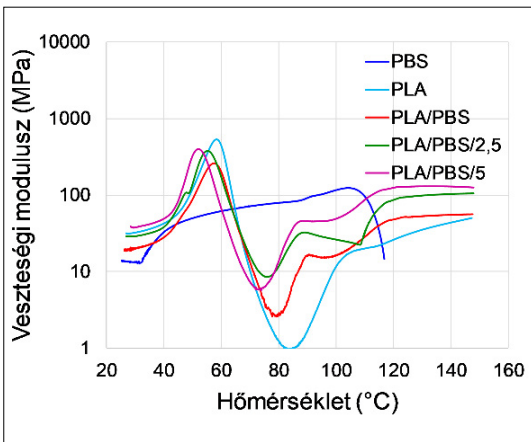
Ugyanakkor az is megállapítható, hogy a növekvő cink-oxid-tartalom a PBS-fázis termikus stabilitását csupán kismértékben csökkentette.

3.4. Dinamikus mechanikai analízis (DMA)

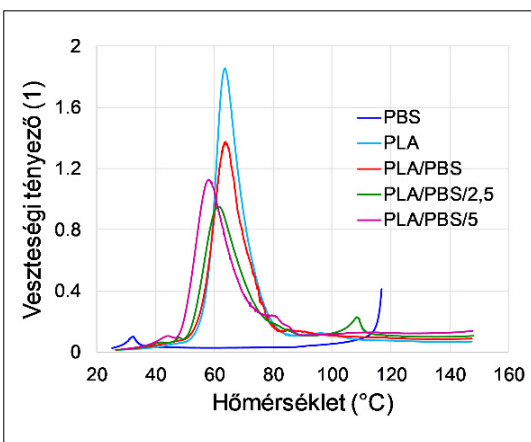
A DMA eredményeit a 8–10. ábrák mutatják. A PBS-görbén 30 °C körül egy furcsa anomália tapasztalható, ugyanakkor látható, hogy 105 °C körül a tárolási és veszteségi modulus értékeiben drasztikus csökkenés tapasztalható, ami a PBS kristályolvadási hőmérsékletét jelöli. A keverék, illetve a kompaundok esetén látható, hogy 60 °C körül a tárolási modulusz drasztikusan lecsökken (hiszen itt található a PLA üvegesedési átmeneti hőmérséklete), majd utána 80 °C környékén a tárolási modulusz újra növekedni kezd. Ez a növekedés a PLA hidegkristályosodásával magyarázható. Látható az is, hogy 110 °C körül a görbék



8. ábra. A vizsgált anyagok tárolási modulusz görbéi



9. ábra. A vizsgált anyagok veszteségi modulusz görbéi



10. ábra. A vizsgált anyagok veszteségi tényező görbéi

egy visszaesés tapasztalható; ennek lehetséges oka, hogy a PBS-szemcsék ezen a hőmérsékleten megolvadnak és ömledék állapotba kerülnek, ugyanakkor ezt követően a tárolási modulusz értékek tovább növekednek egészen addig, amíg a hidegkristályosodás végbemegy. A görbékéből az is megállapítható, hogy a tiszta PLA-hoz képest a tárolási és veszteségi modulusz értékei a keverés hatására növekedtek, továbbá a cink-oxid-tartalom mennyiségének növelése következtében ezek az értékek tovább növekedtek. Az MSZ EN ISO 6721-1 [14] szabvány által, a veszteségi tényező maximuma alapján meghatározott üvegesedési átmeneti hőmérsékletek (T_g) értékét az 5. táblázat tartalmazza. A táblázat alapján megállapítható, hogy a tiszta PLA-hoz képest a keverék üvegesedési átmeneti hőmérséklete nem változott, azonban a cink-oxid-tartalom növelésével a keverék üvegesedési átmeneti hőmérséklete kismértékben csökkent.

5. táblázat. A PLA és a keverékek üvegesedési átmeneti hőmérséklete

Mintanév	T_g (°C)
PLA	63,4
PLA/PBS	63,9
PLA/PBS/2,5	61,2
PLA/PBS/5	58,1

4. Következtetések

Jelen munkában 80-20 tömegarányú PLA-PBS keverékeket adalékoltunk cink-oxidoddal (2,5; 5; 7,5 és 10 phr arányban), majd az így létrehozott keverékek folyási, termogravimetriai és termomechanikai viselkedését vizsgáltuk. Energiaszperzív spektrometriával megállapítottuk, hogy az általunk beadagolt cink-oxid mennyisége és az anyagban ténylegesen jelen lévő Zn-értékek között 5 phr tartalomig nincs jelentős eltérés, azonban 5 phr felett a cink-oxid-tartalom növelésével egyre növekedett ez az eltérés, a ZnO-aggregátumok miatt. A vizsgált keverék MFI- és MVR-értékei a cink-oxid-tartalom növekedésével jelentősen nőttek. Ebből arra lehet következtetni, hogy a cink-oxid hatására az anyagban jelentős mértékű degradáció következett be. Ezt alátámasztották a TGA-eredmények is, melyek alapján a cink-oxid-tartalom növelésével csökkent a keverék termikus stabilitása, 2,5 phr esetén 54 °C-kal, 10 phr esetén pedig 74 °C-kal. A dinamikus mechanikai vizsgálatok alapján megállapítható, hogy a tárolási és veszteségi modulusz értékek keverékelés hatására növekedtek a tisz-

ta PLA-hoz képest, továbbá a cink-oxid-tartalom mennyiségének növelése következtében ezek az értékek még tovább növekedtek. Összességében tehát megállapítható, hogy a 80-20 tömegarányú PLA/PBS keverékhez adagolt cink-oxid mennyiségének növekedésével a folyóképesség drasztikusan növekszik, a termikus bomlási hőmérséklet jelentősen csökken, a tárolási és veszteségi modulusz értékek növekednek, az üvegesedési átmeneti hőmérséklet pedig kismértékben csökken.

Köszönetnyilvánítás

A kutatás az Innovációs és Technológiai Minisztérium ÚNKP-21-3 és ÚNKP-21-5. kódszámú Új Nemzeti Kiválóság programjának a Nemzeti Kutatási, Fejlesztési és Innovációs alaphól finanszírozott szakmai támogatásával, valamint az MTA Bolyai János Kutatási Ösztöndíj támogatásával készült. A kutatást a Nemzeti Kutatási, Fejlesztési és Innovációs Hivatal (NKFIH OTKA FK138501) pályázata támogatta.

Szakirodalmi hivatkozások

- [1] <https://www.webofscience.com/wos/woscc/advanced-search> (letöltve: 2022. február 28.)
- [2] PlasticsEurope, Plastics: the Facts 2021, <https://plasticseurope.org/knowledge-hub/plastics-the-facts-2021/> (letöltve: 2022. február 28.)
- [3] Sonchaeng U., Iniguez-Franco F., Auras R., Selke S., Rubino M., Lim L.: *Poly(lactic acid) mass transfer properties*. Progress in Polymer Science, 86/11. (2018) 85–121. <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2018.06.008>
- [4] Matai I., Sachdev A., Dubey P., Uday Kumar S., Bhushan B., Gopinath P.: Antibacterial activity and mechanism of Ag–ZnO nanocomposite on *S. aureus* and GFP-expressing antibiotic resistant *E. coli*. Colloids and Surfaces B: Biointerfaces, 115/3. (2014) 359–367. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfb.2013.12.005>
- [5] Reddy K. M., Feris K., Bell J., Wingett D. G., Hanley C., Punnoose A.: Selective toxicity of zinc oxide nanoparticles to prokaryotic and eukaryotic systems. Applied Physics Letters, 90/5. (2007) 213902–213903. <https://doi.org/10.1063/1.2742324>
- [6] Sharma R., Jafari S. M., Sharma S.: *Antimicrobial bio-nanocomposites and their potential applications in food packaging*. Food Control, 112/6. (2020) 1–11. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2020.107086>
- [7] Merkl P., Long S., McInerney G. M., Sotiriou G. A.: *Antiviral Activity of Silver, Copper Oxide and Zinc Oxide Nanoparticle Coatings against SARS-CoV-2*. Nanomaterials, 11/5. (2021) 1–9. <https://doi.org/10.3390/nano11051312>
- [8] Mizielinska M., Nawrotek P., Stachurska X., Ordon M.: *Packaging Covered with Antiviral and Antibacterial Coatings Based on ZnO Nanoparticles Supplemented with Geraniol and Carvacrol*. International Journal of Molecular Sciences, 22/4. (2021) 1–14. <https://doi.org/10.3390/ijms22041717>
- [9] ISO 1133: Plastics – Determination of the melt mass-flow rate (MFR) and melt volume-flow rate (MVR) of thermoplastics, 2011.
- [10] ISO 11358: Plastics – Thermogravimetry (TG) of polymers, 2014.
- [11] Ingeo™ Biopolymer 2500HP Technical Data Sheet, https://www.natureworksllc.com/~media/Files/NatureWorks/Technical-Documents/Technical-Data-Sheets/TechnicalDataSheet_2500HP_extrusion_pdf.pdf?la=en (letöltve: 2022. március 01.)
- [12] Natureplast PBE-003 Technical Data Sheet, (letöltve: 2022. március 01.) <http://natureplast.eu/wp-content/uploads/2019/03/190319-Material-Portfolio-ENG.pdf>
- [13] Jompang L., Thumsorn S., On J. W., Surin P., Apawet C., Chaichalermwong T., Kaabhuathong N., O-Charoen N., Srisawat N.: *Poly(lactic acid) and poly(butylene succinate) blends fibers prepared by melt spinning technique*. Energy Procedia, 34/3. (2013) 493–499. <https://doi.org/10.1016/j.egypro.2013.06.777>
- [14] ISO 6721: Plastics – Determination of dynamic mechanical properties, 2019.