

*Pázmán Judit–Fehér Jánosné–Kondorosi Gabriella–Koskai-Téger Ramóna
–Kovács-Seres Boglárka*

RONCSOLÁSOS ANYAGVIZSGÁLÓ

Középfokú végzettséggel rendelkezők számára

© Dunaújvárosi Egyetem–Ecotech Nonprofit Zrt., 2022

© Pázmán Judit, Fehér Jánosné, Kondorosi Gabriella, Koskai-Téger Ramóna,
Kovács-Seres Boglárka, authors, 2022

A kötet A Dunaújvárosi Egyetem Paksi Kompetencia- és Kutatóközpontjának kialakításához
szükséges feladatok ellátásához kapcsolódó 1734/2019. (XII. 19.) Korm. határozat alapján
kapott támogatásból valósul meg.

DUNAÚJVÁROSI EGYETEM
www.uniduna.hu
D=U=E PRESS

Kiadóvezető Németh István

Felelős kiadó Dr. habil András István
Felelős szerkesztő Nemeskéry Artúr

Tördelés Duma Attila
Készült a HTSART nyomdában
Felelős vezető Halász Iván

**Pázmán Judit
Fehér Jánosné
Kondorosi Gabriella
Koskai-Téger Ramóna
Kovács-Seres Boglárka**

RONCSOLÁSOS ANYAGVIZSGÁLÓ

Középfokú végzettséggel rendelkezők számára

DUE Press
Dunaújváros, 2022

TARTALOM

KÉPZÉSI CÉLOK	11
1. METALLOGRÁFIAI VIZSGÁLATOK	13
1.1. ANYAGISMERET	15
1.1.1. FÉMEK KRISTÁLYOS SZERKEZETE (IDEÁLIS ÉS REÁLIS KRISTÁLYSZERKEZET), SZÍNFÉMEK, ÖTVÖZETEK FOGALMA, FAJTÁI	15
1.1.2. VASALAPÚ ÖTVÖZETEK SZERKEZETI VÁLTOZÁSAI, A FE–C DIAGRAM ÉRTELMEZÉSE	25
1.1.3. AUSZTENITESÍTÉS ÉS A C-GÖRBÉK	29
1.1.4. ACÉLOK FŐBB HŐKEZELÉSEI ELJÁRÁSAI	35
1.1.5. ÖNTÖTTVASAK SZERKEZETE ÉS FŐBB HŐKEZELÉSI ELJÁRÁSAI	44
1.2. MINTAELŐKÉSZÍTÉS FOLYAMATAI ÉS GÉPEI	48
1.2.1. VÁGÁSI ELJÁRÁSOK ÉS VÁGÓBERENDEZÉSEK	48
1.2.2. BEÁGYAZÁSI TECHNIKÁK	52
1.2.3. CSISZOLÁS	55
1.2.4. POLÍROZÁS	57
1.2.5. MARATÁS	59
1.3. SZÖVETSZERKEZET-VIZSGÁLAT	65
1.3.1. OPTIKAI MIKROSZKÓP FELÉPÍTÉSE	65
1.3.2. SZÖVETSZERKEZETEK FELISMERÉSE	67
2. KEMÉNYSÉGMÉRÉS	77
2.1. FÉMEK ÉS ÖTVÖZETEINEK KEMÉNYSÉG MÉRÉSE SZÚRÓ KEMÉNYSÉG MÉRÉSI MÓDSZEREKKEL	79
2.1.1. KEMÉNYSÉGMÉRÉS	79
2.1.2. VICKERS – KEMÉNYSÉGMÉRÉS	84



2.1.3. MIKRO-VICKERS ELJÁRÁS	87
2.1.4. KNOOP- ELJÁRÁS	88
2.1.5. ROCKWELL- KEMÉNYSÉG MÉRÉS	90
2.1.6. WEBSTER-KEMÉNYSÉGMÉRŐ ELJÁRÁS	95
2.1.7. SZÚRÓ KEMÉNYSÉGMÉRÉSI MÓDSZEREK ÖSSZEHASONLÍTÁSA	95
2.2. FÉMEK ÉS ÖTVÖZETEINEK KEMÉNYSÉG MÉRÉSE DINAMIKUS MÉRÉSI MÓDSZEREKKEL	97
2.2.1. POLDI FÉLE VIZSGÁLATI MÓDSZER	97
2.2.2. SHORE FÉLE EJTŐ KEMÉNYSÉGMÉRÉS	99
2.2.3. LEEB ELJÁRÁS	99
2.3. SZABVÁNYOK	101
3. SZAKÍTÓVIZSGÁLATOK	105
3.1.SZAKÍTÓ PRÓBATESTEK JELLEMZŐ ADATAI	106
3.2.SZAKÍTÓVIZSGÁLAT BERENDEZÉSEI	108
3.3.A SZAKÍTÓ DIAGRAM ÉRTELMEZÉSE ÉS SZAKASZAI	110
3.4.A SZAKÍTÓVIZSGÁLATTAL MEGHATÁROZHATÓ SZILÁRDSÁGI MÉRŐSZÁMOK	112
3.5.A SZAKÍTÓVIZSGÁLATTAL MEGHATÁROZHATÓ ALAKVÁLTOZÁSI JELLEMZŐK	115
3.6.A MÉRNÖKI ÉS A VALÓDI DIAGRAM KÖZTI KÜLÖNBSÉG	115
3.7.A SZAKÍTÓVIZSGÁLAT EREDMÉNYEIT BEFOLYÁSOLÓ TÉNYEZŐK	116
3.8.SZABVÁNYOK	117
4. ÜTŐVIZSGÁLATOK	121
4.1. A VIZSGÁLAT CÉLJA	121
4.2. A PRÓBATEST TÍPUSA	121
4.3. A VIZSGÁLAT MENETE ÉS KIÉRTÉKELÉSE	123
4.4. AZ ÜTŐMUNKA ÉRTÉKÉT BEFOLYÁSOLÓ TÉNYEZŐK	124
4.4.1. HŐMÉRSÉKLET HATÁSA, AZ ÁTMENETI HŐMÉRSÉKLET MEGHATÁROZÁSA	125
4.4.1. AZ IGÉNYBEVÉTEL SEBESSÉGÉNEK HATÁSA	132



4.4.2. A FESZÜLTSGI ÁLLAPOT HATÁSA	132
4.5. A MŰSZEREZETT ÜTŐVIZSGÁLAT	133
4.6. AZ ÜTŐVIZSGÁLATOK BERENDEZÉSEI	134
4.7. AZ ÜTŐMUNKA VIZSGÁLAT JEGYZŐKÖNYVE	134
4.8. SZABVÁNYOK	135
5. FÁRASZTÓVIZSGÁLATOK	139
5.1. ISMÉTLŐDŐ TERHELÉSEK TÍPUSAI ÉS BERENDEZÉSEI	139
5.2. FÁRASZTÓVIZSGÁLATOKHOZ HASZNÁLT PRÓBATEST TÍPUSOK	141
5.3. A KIFÁRADÁSI HATÁR MEGHATÁROZÁSA	143
5.3.1. NAGYCIKLUSÚ FÁRASZTÁSOK	144
5.3.2. KISCIKLUSÚ FÁRASZTÁSOK	148
5.3.3. REPEDÉST TARTALMAZÓ SZERKEZETEK KIFÁRADÁSA	150
5.4. HALMOZÓDÓ KÁROSODÁS ELMÉLETE	151
5.5. KIFÁRADÁSI BIZTONSÁGI DIAGRAMOK	152
5.6. KIFÁRADÁSI HATÁRT BEFOLYÁSOLÓ TÉNYEZŐK	153
5.7. SZABVÁNYOK	154
6. HEGESZTHETŐSÉGI VIZSGÁLATOK	157
6.1. ÁTMENETI HŐMÉRSÉKLET MEGHATÁROZÁSA ÜTŐVIZSGÁLATTAL	159
6.2. HERNYÓVARRAT HŐHATÁS-ÖVEZETÉNEK KEMÉNYSÉGVIZSGÁLATA	160
6.3. HERNYÓVARRATOS HAJLÍTÓVIZSGÁLAT	162
6.4. HEGESZTÉSI HŐHATÁS-ÖVEZET ÜTŐVIZSGÁLATA	163
6.5. A HŐHATÁS-ÖVEZET REPEDÉSI ÉRZÉKENYSÉGÉNEK VIZSGÁLATA TOMPAKÖTÉSSEL	165
6.6. ÖSSZEHEGESZTETT VÉKONYLEMEZEK HEGESZTHETŐSÉGI VIZSGÁLATAI	168
7. HEGESZTETT KÖTÉSEK VIZSGÁLATA	173
7.1. HEGESZTETT KÖTÉSEK KEMÉNYSÉGMÉRÉSE	173

7.2. HEGESZTETT KÖTÉSEK SZAKÍTÓVIZSGÁLATA	177
7.3. HEGESZTETT KÖTÉSEK ÜTŐVIZSGÁLATA	182
7.4. HEGESZTETT KÖTÉSEK HAJLÍTÓVIZSGÁLATA	185
7.5. HEGESZTETT KÖTÉSEK FÁRASZTÓVIZSGÁLATA	186
7.6. HEGESZTETT KÖTÉSEK CSAVARÓVIZSGÁLATA	190
8. HÁROMPONTOS HAJLÍTÓVIZSGÁLATOK	195
9. NYOMÓVIZSGÁLAT	199
10. CSAVARÓVIZSGÁLATOK	203
11. NYÍRÓVIZSGÁLATOK	205
12. TECHNOLÓGIAI VIZSGÁLATOK	207
12.1. ALAKÍTHATÓSÁGOT MEGÁLLAPÍTÓ VIZSGÁLATOK	207
12.1.1. HAJLÍTÓ VIZSGÁLATOK	208
12.1.2. HAJTÓGATÓ VIZSGÁLATOK	211
12.1.3. MÉLYHÚZTHATÓSÁGI VIZSGÁLATOK	212
12.1.4. HUZALOK CSAVARÓVIZSGÁLATA	217
12.1.5. CSÖVEK VIZSGÁLATA	217
12.1.6. ZÖMÍTŐVIZSGÁLATOK	221
12.2. HŐKEZELHETŐSÉGI (EDZETHETŐSÉGI) VIZSGÁLATOK	222
12.3. FORGÁCSOLHATÓSÁGI VIZSGÁLATOK	226
12.4. SZABVÁNYOK	227
13. VEGYÉSZETI ANYAGVIZSGÁLATOK	231
13.1 ÁLTALÁNOS ALAPFOGALMAK	231
13.1.1. A SZENNYEZÉS	231
13.1.2. MIÉRT VAN SZÜKSÉG A KÉMIAI ELEMZÉSEKRE?	231
13.1.2.1. KÉMIAI ELEMZÉS FOGALMA, LÉPÉSEI	231
13.2. A MINTAVÉTEL ÉS JELLEMZŐI	232
13.2.1. MINTAVÉTEL	232
13.2.2. A MINTAVÉTELI HELYEK KIVÁLASZTÁSA	233

13.2.3. A MINTÁK TÍPUSA	233
13.2.4. A MINTÁK TARTÓSÍTÁSA, TÁROLÁSA	234
13.2.5. MINTAVÉTELI TERV	234
13.3. MINTAELŐKÉSZÍTÉSI MÓDSZEREK	234
13.3.1. KLASSZIKUS MINTAELŐKÉSZÍTÉSI MÓDSZEREK	235
13.3.2. KORSZERŰ FELTÁRÁSI MÓDSZEREK	237
13.3.3. DÚSÍTÁSI ÉS ELVÁLASZTÁSI MÓDSZEREK[1]	239
13.4. ANYAGVIZSGÁLATI MÓDSZEREK CSOPORTOSÍTÁSA	242
13.4.1. ANALITIKAI VIZSGÁLATOK	243
13.5. BEVEZETÉS AZ ANALITIKAI KÉMIÁBA	244
13.5.2. KLASSZIKUS ANALITIKAI MÓDSZEREK	245
14. MŰSZERES ANALITIKA MÓDSZEREK	249
14.1. MŰSZERES ANALITIKAI MÓDSZEREK CSOPORTOSÍTÁSA	249
14.2. AZ ELEKTROANALITIKAI MÓDSZEREK	249
14.2.1. A POTENCIOMETRIA FOGALMA ÉS A PH MÉRÉSE	250
14.2.2. A FAJLAGOS ELEKTROMOS VEZETŐKÉPESSÉG FOGALMA, MÉRÉSE	252
14.3. MOLEKULASPEKTROSKÓPIA	253
14.3.1. ÁLTALÁNOS ISMERETEK [11]	253
14.3.2. ULTRAIBOLYA ÉS LÁTHATÓ FÉNY (UV-VIS) SPEKTROFOTOMETRIA	254
14.3.3. INFRAVÖRÖS SPEKTROSKÓPIA	258
14.4. ATOMSPEKTROSKÓPIAI MÓDSZEREK	260
14.4.1. ABSZORPCIÓS MÓDSZEREK [23]	261
14.4.2. EMISSZIÓS MÓDSZEREK	262
14.4.3. AZ ATOMSPEKTROSKÓPIAI MÓDSZEREK ELMÉLETI HÁTTERE	263
14.4.4. SZIKRAGERJESZTÉSŰ ÉS INDUKTÍV CSATOLÁSÚ PLAZMA OPTIKAI EMISSZIÓS SPEKTROMETRIA	265
14.4.3. INDUKTÍV CSATOLÁSÚ PLAZMA TÖMEG- SPEKTROMETRIA (ICP-MS) [28]	277
14.5. RADIOKÉMIAI ELEMZŐ MÓDSZEREK [33]	282
14.5.1. AKTIVÁCIÓS ANALÍZIS	255

14.6. IONKROMATOGRÁFIA	284
14.6.1. KROMATOGRÁFIA ALAPJAI	284
14.6.2. IONKROMATOGRÁFIA GYAKORLATI ALKALMAZÁSA	287
14.6.3. IONKROMATOGRÁFIA TÍPUSAI	287
14.6.4. AZ IONKROMATOGRÁFIA ELŐNYEI	288
14.6.5. AZ IONKROMATOGRÁF FELÉPÍTÉSE ÉS MŰKÖDÉSE	289
14.6.6. ÁLLÓFÁZISOK AZ IONKROMATOGRÁFIÁBAN	290
14.6.7. MOZGÓFÁZISOK AZ IONKROMATOGRÁFIÁBAN	292
14.6.8. DETEKTÁLÁS LEHETŐSÉGEI	293
IRODALOMJEGYZÉK	294



KÉPZÉSI CÉLOK

A tananyag elsajátítása után a tanfolyam résztvevője:

- ◆ Ismeretekkel rendelkezik a vasalapú ötvözetek fajtáiról, azok szerkezet-változásairól, hőkezelési eljárásairól, valamint a hőkezelések során keletkező szövetszerkezetek láthatóvá tételéről (metallográfiai mintaelőkészítés, optikai mikroszkópia).
- ◆ Megismeri és megérti az anyagok benyomódással szembeni ellenálló képességét. Megtanulja a különböző keménységmérési módok alapelveit, főbb alkalmazhatósági területeit. (Brinell-keménységmérés, Vickers-keménységmérés, Rockwell-keménységmérés).
- ◆ Kellő ismerettel rendelkezik az anyagok húzó igénybevétellel szembeni viselkedéséről, ismeri a szabványos szakítóvizsgálatok előírásait (próbatestek kialakítása, szakítógépfelépítése). Elsajátította a szakítóvizsgálatokkal meghatározható mérőszámok meghatározási módját (folyáshatár, szakítószilárdság, kontrakció, nyúlás). Jártasságot szerzett a mért értékek értelmezésében, valamint ismeri a szilárdsági és szívóssági jellemzőket befolyásoló paramétereket (mintavételezés helye, hőmérséklet, nyomás).
- ◆ Megismeri és értelmezi az anyagok dinamikus igénybevétellel szembeni viselkedését, a szabványos ütésvizsgálatok előírásait, a mérőszámokat és azokat befolyásoló tényezőket, továbbá elsajátítja azok meghatározási módját. Megtanulja az ütmű felépítését, a próbatestek szabványos kialakítását és az átmeneti hőmérsékletek meghatározását acélok esetében.
- ◆ Ismeri és érti az anyagok ciklikus igénybevétellel szembeni viselkedését, a különböző fárasztó vizsgálatokat, azon belül a mérőszámokat és azok befolyásoló tényezőit, valamint kellő tudással rendelkezik a kapott vizsgálati eredmények kiértékeléséhez. Ismeri a kisciklusú és nagyciklusú fárasztási folyamatokat.
- ◆ Ismeretekkel rendelkezik a hegesztéssel kapcsolatos minősítő vizsgálatokról, azok elvégzéséről, és kiértékeléséről, a hegeszthetőségi vizsgálatokról.
- ◆ Korábbi fejezetekben megszerzett mechanikai vizsgálatokra vonatkozó ismereteit a hegesztett kötések speciális vizsgálataival is kiegészíti, a próbatestek kivételéről, és a vizsgálatok szabványos elvégzéséről szerez ismereteket és gyakorlatot.
- ◆ Megismeri az anyagok nyomó, csavaró és nyíró igénybevétellel szembeni viselkedését, a nyomóvizsgálatok fajtáit, a mérőszámokat és azok befolyásoló tényezőit, továbbá azok meghatározási módját elsajátítja.
- ◆ Megismeri a technológiai vizsgálatokat és a technológiai próbákat, ezen belül is az alakíthatósági vizsgálatokat: zömítő, hajlító, hajtogató vizsgálatok, továbbá huzalok csavaróvizsgálata, lemezek minősítése (Erichsen és csészehúzó vizsgálat), az acél és a fémcsővek alakíthatósági tulajdonságainak meghatározását, továbbá az edzhetőségi vizsgálatokat (Jominy-próba), és a forgácsolhatósági vizsgálatokat.
- ◆ Ismeretekkel gazdagodik a kémiai elemzések fontosságáról, főbb alapfogalmakról, definíciókról, mintaelőkészítési módszerekről, a nedves és műszeres analitikai módszerek alapelveiről, a vizsgálatok menetéről és a kiértékelési folyamatokról.



1. Metallográfiai vizsgálatok

1.1. ANYAGISMERET

A Mengyelejev-féle periódusos rendszerből kiindulva a természetben megtalálható és eddig azonosított elemek száma igen jelentős. De, ha csak a fémtermészetű elemeket tekintjük, akkor kb. 70 darab elem marad. Azonban, még ez is igen nagy számnak tűnik, ha végiggondoljuk, hogy az iparban melyek azok a tiszta fémek, amelyeket nap mint nap használunk. Így már csak a vas, az alumínium, a réz és ezek ötvözei maradnak. Természetesen az ipar fejlődésével további könnyűfémek is megjelentek, mint a titán, a magnézium és ezek ötvözei.

A jelen jegyzet első fejezetében a vas és a vasalapú ötvözetekre helyezzük a hangsúlyt, azok főbb szerkezeti felépítésére, allotróp módosulataira, főbb típusaira, mindezek hőkezelési és szerkezetmódosító eljárásaira és természetesen a széleskörű roncsolásos, vagy ahogy a szakirodalom nevezi mechanikai anyagvizsgálataira.

1.1.1. Fémek kristályos szerkezete (ideális és reális kristályszerkezet), színfémek, ötvözetek fogalma, fajtái

Ha tovább folytatjuk a gondolatmenetet a periódusos rendszer fémes természetű elemei kapcsán, akkor be kell látnunk, hogy egy része nagyon ritka és drága, mint pl. gallium (Ga), germánium (Ge), Ítrium (Y) és a nióbium (Nb). A periódusos rendszer első két oszlopban lévő alkálifémek és földfémek a levegővel és a vízzel mutatott heves reakcióik okán nem használhatók. Az elemek némelyike pedig nagy ridegségéből adódóan technikai célokra nem alkalmazható, pl. titán (Ti), vanádium (V), króm (Cr), mangán (Mn) és a berillium (Be). Bár napjainkban egyre nagyobb szerepet kapnak a titánalapú ötvözetek, melyek a protézisek alapanyagai. A berilliumot pedig egészségkárosító hatása miatt nem használják, mert hevítés során rákkeltő gőzök képződnek.

Ha mindezeket figyelembe vesszük, akkor már igen kevés ipari célra alkalmas, és egészségre kevésbé vagy egyáltalán nem káros fémes anyag marad. Ezeket csoportosíthatjuk sűrűségük szerint nehéz és könnyűfémekként, vagy olvadáspontjuk alapján magas, közepes és alacsony olvadáspontú fémekre:

nehézfémek (sűrűségük 5g/cm^3 felett van):

cink, vegyjele: Zn,
ólom, vegyjele: Pb,
ón, vegyjele: Sn,
vas, vegyjele: Fe,

réz, vegyjele: Cu,
arany, vegyjele: Au,
ezüst, vegyjele: Ag,
platina, vegyjele: Pt,



könnyűfémek (sűrűségük 5g/cm^3 alatt van):

alumínium, vegyjele: Al,
magnézium, vegyjele: Mg.

nagyon nehezen olvadó fémek, melyek igen magas olvadásponttal rendelkeznek:

volfrám, vegyjele: W,
molibdén vegyjele: Mo.

nehezen olvadó fémek, melyek olvadáspontja már alacsonyabb, mint az előző kategóriáé:

vas, vegyjele: Fe
réz, vegyjele: Cu
nikkel, vegyjele: Ni.

könnyen olvadó nehézfémek, melyek olvadáspontja 500°C alatt van:

cink, vegyjele: Zn
ólom, vegyjele: Pb
ón, vegyjele: Sn

A fémek felhasználhatóságának köre a kohósítás és a feldolgozási technológiák bővülésével egyre növekszik. Azokat a fémeket, melyeket kedvezőtlen tulajdonságaik miatt nem lehet tömbi anyagként feldolgozni, azokat ötvözőként vagy bevonatok anyagaként használják. Ilyen pl. magnézium, melyet az alumínium egyik fő ötvözőelemeként tartják számon, vagy a króm, melyet pedig csaptelepek díszítő bevonataként alkalmaznak.

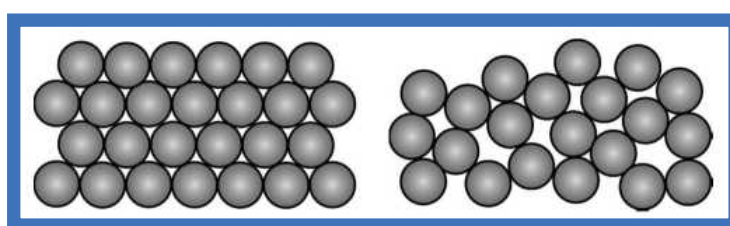
A továbbiakban néhány főbb alapfogalomra térünk ki, melyek elengedhetetlenek a következő modulok megértéséhez.

Az első ilyen a **halmazállapot**. A halmaz szó hasonló vagy azonos dolgok egy csoportját jelenti. A kémiában ez már úgy értelmezhető, hogy nem egy részecskét vizsgálunk, hanem sok részecskét együtt. A részecskék között pedig különböző erősségű kölcsönhatások vannak, amik meghatározzák, hogy szabad szemmel milyennek látjuk az anyagot. Ezt hívjuk az anyag halmazállapotának. Környezetünkben az anyagok háromféle halmazállapotban fordulnak elő: van **gáz/légnemű**, mint pl. a hidrogén, az oxigén, van **folyékony**, mint pl. a víz, higany és van **szilárd**, mint pl. a fémek többsége szobahőmérsékleten és a jég. Légnemű halmazállapot esetén a részecskék közti távolság igen nagy, és így a közöttük lévő kölcsönhatások gyengék, ez teszi lehetővé a részecskék szabad mozgását a térben, a nyomás hatására a halmaz alakja és térfogata változó. Azt is szokták mondani, hogy a gázcsepscék kitöltik a rendelkezésükre álló teret. A folyékony halmazállapotnál már a részecskék egymáshoz képesti távolsága lényegesen kisebb, a kölcsönhatás közöttük viszonylag erős, egymáson el tudnak gördülni, a halmaz térfogata meghatározott, és alakja még mindig változó, azaz kitölti a tároló edény alakját. Ezzel szemben a szilárd halmazállapotú anyagok között igen kicsi a távolság, azt is mondhatjuk egy atomtávolságnyi. Igen erős közöttük a kölcsönhatás, mozgásukat tekintve egyhelyben rezgőmozgást végeznek, a halmaz alakja határozott, állandó, azaz önálló alakúak és térfogatúak.



A halmazállapot után a másik alapfogalom a **rácsszerkezet**, és azon belül a fémek rácsszerkezete. A szilárd anyagok, mint most már tudjuk határozott alakkal és térfogattal rendelkeznek és ezt a köztük lévő erős kémiai kötések teszik lehetővé. Tehát a szilárd anyagokban lévő atomok csoportokat hoznak létre, melyek mutathatnak rendezettséget, min tegy koordináta rendszer, melyben egy elemi kis térfogatot eltolva a tér három irányában, tömbi anyagot kapunk. Ezek a **kristályos anyagok**. Ilyenkor hosszútávú rendezettségéről beszélünk az anyagon belül. Ha ez a rendezettség csak néhány atomtávolságra terjed ki akkor rövidtávú rendezettség áll fenn, és **amorf anyagokként** azonosítjuk őket. Ilyenek lehetnek a fémüvegek, melyek drasztikusan gyors hűtéssel jönnek létre, azaz nem hagynak időt arra a gyártás során, hogy az elemi térfogati anyagok kialakítsák a térbeli rendezettséget (1.1.ábra).

1.1. ábra. Az anyagok térszerkezete (átvéve: [1])



a) kristályos szerkezet

b) amorfszerkezet

A fémek atomjai a térben szabályos geometriai rend (mintázat) szerint helyezkednek el és így egy térbeli rácsot (kristályrácsot) alkotnak. A kristályrács elemi cellákból áll, annak eltolásával a tömbi kristályos anyag felépíthető. Az **elemi cella** az a legkisebb, szabályos, térbeli geometriai alakzat, melynek jellegzetes pontjaiban atomok (molekulák) helyezkednek el és melynek eltolásával a tökéletes kristály felépíthető. Az elemi cella jellegzetes pontjai a csúcspontok, lapközepek, oldalfelező pontok, de egyéb pontok is lehetnek. Ha az atomok csak az **elemi cella** csúcspontjaiban helyezkednek el, akkor **primitív rácsról** beszélünk.

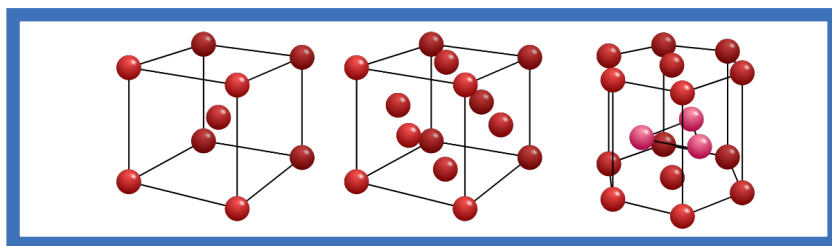
A gyakorlatban használt 25–30 fémnél 3 különböző elemicella-típust figyelhetünk meg:

- ◆ Szabályos (kocka alakú).
- ◆ Tetragonális (egyenest négyzetes hasáb alakú).
- ◆ Hexagonális (egyenest hatszög alapú hasáb alakú).

A kristályos anyagok rácsszerkezete egyensúlyi körülmények között, mely alatt a végtelen lassú kristályosodást értjük, nem primitív rácsból épül fel, hanem – a fémek tekintetében – az alábbi három rács típus egyikéből (1–2. ábra):

- ◆ térben középpontos kockarács, vagy tércentrált köbös,
- ◆ felületen középpontos kockarács, vagy lapcentrált köbös,
- ◆ hexagonális.

1. 2. ábra. Fémek rácsszerkezete (átvéve: [2])



a) térben középpontos kockarács b) felületen középpontos kockarács c) hexagonális rács

Hogyan jellemezhetjük ezeket a rácsszerkezeteket?

A térben középpontos (tkk) kockarácsban az atomok a rácscsúcsokban és a két testátló metszéspontjában foglalnak helyet. Egy tkk-rácshoz tartozó atom száma kettő, mert a testátlóban lévő atom 1 egész, míg a csúcsokban lévők további hét kockához tartoznak, azaz $1/8$ -dal számíthatók az adott kockarácshoz, és mivel pontosan nyolc ilyen hely van ezért ez is 1 egészet ad ki. $1+1 = 2$. A szomszédos atomok száma, amelyek közvetlen kapcsolatban vannak: 8, és térkitöltési tényező, mely azt mutatja meg, hogy az „a” élhosszúságú kocka térfogatából a hozzátartozó atom mekkora térfogatot töltenek ki. Ezt is egy nagyon rövid matematikai összefüggés segítségével le tudjuk vezetni, melynek eredményeként 68% adódik.

A felületen középpontos kockarácsnál (fkk) a korábbi esettől kiindulva az atomok 8 csúcsban foglalnak helyet, de a testátló helyett a lapátlók metszéspontjaiban vannak további atomok. Ennek értelmében az egy rácshoz tartozó atomok száma: 4, mert a lapközepeken lévő atomok további egy rácshoz is tartoznak tehát $1/2$ -ként vehetők figyelembe, mely lapokból a szabályos kocka esetén hat darab van, tehát $6 \cdot 1/2 = 3$, és a csúcsokban lévőkől a korábbihoz hasonlóan adódik egy egész atom. A közvetlenül érintkező atomok száma: 12. A térkitöltési tényező ebben az esetben is egyszerű matematikai összefüggésekkel levezethető, melynek eredménye 74%. Tehát a felületen középpontos kockarács sűrűbben kitöltött, mint a térben középpontos. Ez lesz a magyarázata annak, hogy az fkk-fémek képlékenyen könnyebben alakíthatók, mint a tkk.

A hexagonális rácsban az atomok a bázislapok középpontjában és a csúcspontjaikban helyezkednek el. További három atom az oszlop belsejében, annak félmagasságában. A rácshoz tartozó atomok száma úgy számítható, hogy a három félmagasságban lévő atom a rács belsejében 3, míg a két lapközépen lévő együttesen egy egész, a csúcsokban lévő pedig $1/6$ -dal számítható, melyből pontosan 12 darab van, tehát az összesen 2 atom, szumma 6 atom elemi cellánként. A legsűrűbben kitöltött szerkezet, melynek térkitöltési tényezője megegyezik a fkk-val és így 74%.

A rács mérete és alakja egyértelműen meghatározza az atomok kölcsönös helyzetét. Az eltérő rácsszerkezetű fémek viselkedésének tanulmányozásához fontos tudni az atomátmérő vagy atomsugár kifejezések jelentését. Feltételezzük, hogy minden atom gömb alakú helyet foglal el a rácsban, az atommag ennek a gömbnek a középpontja. A gömbök a kristályrácsban érintik egymást, mégpedig abban a kristálytani irányban, amelyben az atommagok a legközelebb esnek egymáshoz. Az atommagoknak



ebben az irányban mért távolsága az **atomátmérő**, melynek fele az **atomsugár**. Ez a paraméter az oldhatóság szempontjából lesz lényeges, hogy az adott elem hogyan oldódik a vas mátrixban, azaz milyen rácshelyet vagy rácsközi helyet tud elfoglalni.

Az oldhatósági feltételeket a **Hume–Rotary-féle szabály** foglalja össze. Ennek ismeretében eldönthető, hogy az adott elem oldódik, ha igen akkor rácsközi helyre épül-e be, azaz intersztíciós helyet foglal el, vagy a rácspontba illeszkedik és szubsztitúciósan lesz jelen az oldó fém rácsában. A feltétel rendszer a következő:

Szubsztitúciós oldódás:

- ◆ az oldó és az oldott elemek kristályszerkezete azonos;
- ◆ az oldó és az oldott atomok sugara közötti méretkülönbség nem több mint 15%;
- ◆ a teljes oldhatóság akkor következik be, amikor az oldott és az oldó elemek azonos vegyértékűek. (megjegyzés: Egy nagyobb vegyértékű fémbe könnyebben oldódik fel egy kisebb vegyértékű fém.)
- ◆ az oldó és az oldott elem hasonló elektronegativitása. (megjegyzés: Ha az elektron-negativitás különbség 0,2-nél nagyobb, akkor intermetallikus vegyületek képződnek a szilárdoldat helyett.)

Intersztíciós oldódás:

- ◆ az oldó elem atomsugara több mint 59%-kal nagyobb az oldott elem atomsugaránál;
- ◆ az oldó és oldott elemek hasonló elektronegativitásúak;
- ◆ széles összetételi tartományt mutatnak;
- ◆ a két elem azonos vegyértékű. (megjegyzés: minél nagyobb az oldó és az oldott elem vegyértékének különbsége, annál kisebb az oldhatóság.)

Ezek közül a feltételek közül két domináns van, az első a kristályszerkezet, mely a fő kritérium, hogy az oldódás megvalósul vagy sem. Ha eltérő a kristályszerkezet, akkor nem jön létre teljes oldódás. A másik fontos paraméter az atomsugár, mely alapján egyértelműen eldönthető, hogy ha van oldódás akkor az szubsztitúciós vagy intersztíciós lesz.

Az 1.1. táblázat segít eligazodni a Vasalapú ötvözetek tekintetében:

1–1. táblázat. Elemek főbb atomszerkezeti paraméterei

Oldó elem	Oldott elem neve	oldott elem	Atomsugár (pm = 10 ⁻¹² m)		Kristályszerkezet		Elektronnegativitás		Vegyérték	
			oldó	oldott	oldó	oldott	oldó	oldott	oldó	oldott
Fe	Antimón	Sb	126	145	tkk	romboéderes	1,8	2,05	2, 3	+3, -3, +5
	Karbon	C		70 (sz)		hexagonális		2,55		+4, +2
	Cérium	Ce		185		fkk		1,12		+3, +4
	Króm	Cr		130		tkk		1,6		6, 3, 2
	Kobalt	Co		135		hexagonális		1,88		+2, +3
	Réz	Cu		128		fkk		1,9		1, 2
	Hidrogén	H		25		hexagonális		2,2		+1, -1
	Magnézium	Mg		160		hex.		1,2		2
	Mangán	Mn		130		tkk		1,5		2, 4, 7
	Molibdén	Mo		145		tkk		2,16		+2, +3, +4, +5, +6
	Nikkel	Ni		135		fkk		1,91		+2, +3
	Nióbium	Nb		146		tkk		1,6		+5, +4, +3, +2, -1
	Foszfor	P		100		monoklin		2,19		+3, -3, +4, +5
	Szilícium	Si		134		gyémántrács		1,8		4
	Kén	S		100		monoklin, rombos		2,58		+2, -2, +4, +6, -1
	Ón	Sn		145		tetragonális		1,96		+4, +2
	Titán	Ti		140		hexagonális		1,54		+4
	Vanádium	V		135		tkk		1,63		+5, +3

Az 1–1. táblázat alapján, nézzük meg a karbon és a króm esetét. A karbonatomsugara 70 pm, hexagonális szerkezetű, az elektronegativitás 2,55, a vegyérték +4, +2. Ezek alapján a vasban csak interszticiós oldás valósulhat meg, mely korlátozott. A króm esetén az atomsugár értéke 130 pm, közel azonos a vaséval, a rácsszerkezet azonos (911°C-ig), az elektronegativitás 1,6, tehát kisebb, mint a vasé, ami elősegíti a szubsztitúciós oldódást. A vegyérték +6, +3, +2, ami többségében megfelelő, tehát az oldhatóság lehetséges. Ezen logika mentén a többi elemről is eldönthető, hogy a vasban, mint alapmátrixban a kémiai elemek milyen mértékű és típusú oldódása lehetséges. Az oldhatóságnak még egy kritikus kérdése van: olvadék állapotban vagy szilárd állapotban történik.



A kémiai elemek olvadék állapotban sokkal nagyobb mértékben képesek elemeket oldani, de a kristályosodás során, a korábbi feltételek egyre nagyobb nem megfelelése vegyületek képződését indukálja. A szilárd állapotban a kémiai elemek csak nagyon csekély százalékban képesek egymásban korlátlanul oldódni, pl. arany és a réz.

Az oldhatósággal összefüggésben, fontos tudni az **allotróp módosulat** fogalmát is, mely az egyes kémiai elemek rácsszerkezetének hőmérséklet-függését jelenti. A vasnál ennek megértéséhez hívjuk segítségül a Fe–C-diagramot.

A színvas esetében ideális kristályosodási körülmények között (végtelen lassú hűtés = diffúziós folyamatok lejátszódását biztosító időszükséglet) a vasolvadék 1536°C-on kezd megszilárdulni, térben középpontos kockarácsú delta-vas formájában (δ -Fe), ami 1392°C-on egy térben középpontos kockarácsú ausztenitké alakul át, majd 911°C-on ismét a térben középpontos rácsszerkezet lesz a stabil és létrejön a ferrit (1–2. táblázat). Ezután már további rácsszerkezet-változás nem következik be és a színvas szobahőmérsékleten tkk rácsot alkot (ahogy az 1–1. táblázat is tartalmazza.)

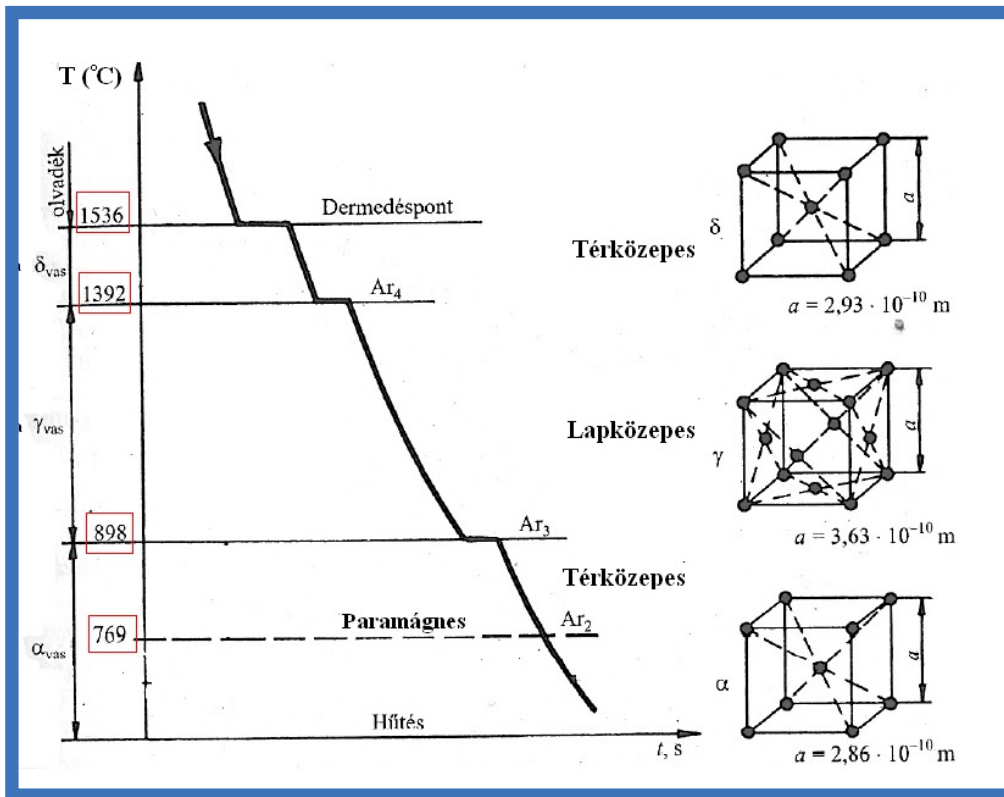
1–2. táblázat. Átalakulási hőmérsékletek a Fe–C (Fe_3C) fázisdiagramban

Jele	Hőmérséklet (°C)	Módosulat
A_1	723	α -vas
A_2	769	β -vas
A_3	911	γ -vas
A_4	1392	$\alpha(\delta)$ -vas

A színvas tulajdonságait tekintve szerkezeti anyagként nem használható, magas olvadáspontja, nem nemes természetéből eredően nagy reakcióképességet mutat a vízzel, oxigénnel, és ötvöződésre való hajlama is azt támasztja alá, hogy nehéz elemi állapotban előállítani. A vas legfontosabb ötvöző-eleme a karbon, tulajdonképpen szinte minden vas, amit az ipar felhasznál Fe–C ötvözet. **Az acél** a vas legfontosabb ötvöze, fő ötvözője a szén, amiből legfeljebb 2,06 tömegszázalékot tartalmaz, továbbá az acél olyan vasalapú ötvözet, amelyet képlékeny alakítással lehet megmunkálni (kovácsolni, hengerelni stb.).



1–3. ábra. Allotróp átalakulások a szénvas esetén



(átvéve: [3])

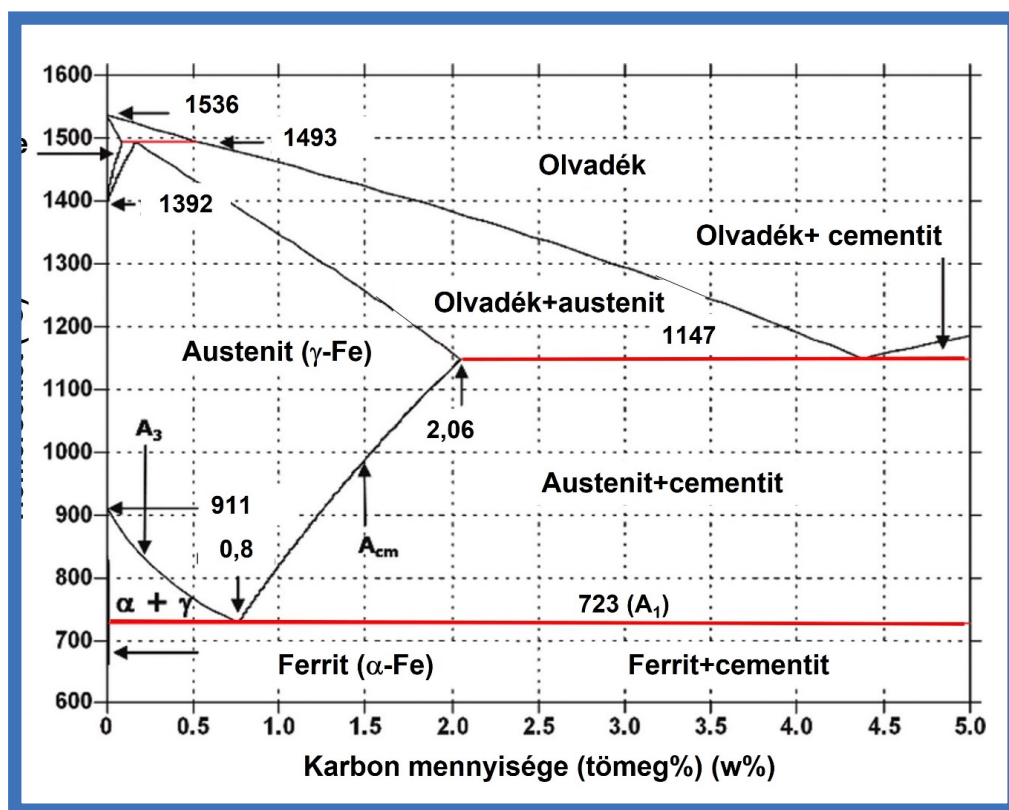
Az öntöttvas a vas öntéssel előállított ötvözet, mely szenet, szilíciumot, mangánt, foszfort, ként és más összetevőket tartalmaz, 2,06%-tól 6,67% széntartalommal, a szén grafit vagy cementit alakjában van jelen az ötvözetben. A szén tényleges formája az ötvény lehűlési sebességétől függ. A lassú lehűlés grafitkiválással jár. Ötvözők hozzáadása is szerepet játszik: a szilícium a grafit kiválását segíti, a mangán pedig stabilizálja a cementitet.

Az ötvözetek alapegysége a **fázis**, mely egy adott kémiai összetétellel és rácsszerkezettel jellemezhető, szemcsehatárral jól különhatárolható anyagi egység. Ezekből épülnek fel a **szövetelemek** melyek lehetnek egyfázisúak, akkor homogénnek nevezzük, vagy két és többfázisúak, akkor heterogén szövetelemek képződnek.

Az 1–4. ábra a Fe–C kétalkotós rendszer fázisdiagramját szemlélteti (kettős fázisdiagram Fe–C és Fe–Fe₃C), mely a koncentráció és a hőmérséklet függvényében megmutatja, hogy milyen homogén, egyfázisú, vagy heterogén, kétfázisú szövetelemek jönnek létre.



1–4. ábra. Vas-karbon kétalkotós fázisdiagram



Tekintsük át elsőként a homogén egyfázisú szövetelemeket. A Fe–C diagram alapján a szobahőmérsékleten stabil szövetelem a **ferrit**, melyet a szakirodalom 911°C-ig és 1392–1536°C között tekint stabil szövetelemnek. Ennek értelmében a ferritet definiálhatjuk a karbon $\alpha(\delta)$ -vasban való interstíciós szilárdoldatként. A delta-vasban a maximális karbon-oldhatóság 0,1%, míg az alfa-vasnál 0,025%. Eből is látszik, hogy a hőmérséklet növelésével az oldhatóság növekszik. A ferrit térben középpontos kockarácsú, és 769°C-ig ferromágneses, előlött már paramágneses, a leglágyabb és így a legjobban alakítható szövetelem.

A következő homogén szövetelem az **ausztenit**, mely stabilitását tekintve a színvas esetén 911–1392°C között stabil, felületen középpontos kockarácsú. Definíciója szerint a karbon gamma (γ)-vasban való interstíciós szilárd oldata. A rácsszerkezetének köszönhetően jól alakítható, és jellegzetessége, hogy sok ikerkristályt tartalmaz. Nem ferromágneses.

A vas-vaskarbid rendszer következő homogén szöveteleme a **cementit** (vas-karbid), mely képletét tekintve Fe_3C , intermetallikus vegyületfázis, mely igen kemény, s így alakíthatóságról nem beszélhetünk. A fázisdiagram alapján megkülönböztetünk primer, szekunder és tercier cementitet, melyek adott hőmérsékletközben válnak ki az olvadékból – primer – a gamma-vasból – szekunder – és a ferritből – tercier. A primer, közvetlenül az olvadékból, a 4,3% karbontartalom feletti ötvözetből kristályosodik. A szekunder cementit a 0,8%-nál nagyobb karbontartalmú ötvözetekben van jelen 1147°C alatt. A tercier cementit a 0,025%-nál nagyobb karbontartalmú ötvözetekből válik ki 723°C alatt.

Ahogy korábban említésre került a Fe–C rendszer egy kettős fázisdiagramot jelöl, mert a Fe–Fe₃C és a Fe–C együttesen jelenik meg benne. Eddig a karbidos rendszer homogén szöveteleleit definiáltuk, most a grafitos rendszerre (Fe–C) térünk át.

A **grafit** tulajdonképpen kristályos elemi karbon. Megkülönböztetünk primer és szekunder grafitot. A primer grafit a primer cementithez hasonlóan az olvadékból kristályosodik, 4,25% karbontartalom felett. A szekunder grafit pedig az ausztenitből válik ki 0,69%-nál nagyobb karbontartalomnál.

A homogén szövetek után a heterogén szövetek jellemzésére térünk át, melyek két fázisból állnak egy vasmódosulatból és egy karbid- vagy grafitfázisból. Ennek értelmében, ismerünk ledeburitot, perlitet, grafitos eutektikumot és grafitos eutektoidot.

A **ledeburit** egy 4.3% széntartalmú 1147°C-on kristályosodó eutektikum. 2,06%-nál nagyobb széntartalmú ötvözetekben fordul elő. 723°C-ig cementit alapba ágyazott ausztenit kristályokból áll. Lehűlés közben a ledeburit ausztenitje is elbomlik. A bomlás szekunder cementit kiválásával kezdődik, majd az ausztenit perlitté alakul. Rideg kemény szövetem.

A **perlit** ferritből és cementitből álló 0,8% széntartalmú eutektoid. Ausztenitből keletkezik 723°C-on. Két fajtája van a lemezes, és szemcsés perlit. A lemezes perlitben a ferrit és cementit lemezek periódikus ismétlődésben figyelhetők meg. Egyensúlyi körülmények között ez a típus keletkezik. Nemesítő hőkezelés (később lesz szó róla) során keletkezhet a szemcsés perlit vagy szferoidit, mely ferritbe ágyazott karbid szemcséket jelent. A perlit keménysége, szilárdsága kb. háromszorosa a ferritének. A lemezes perlit csak kis mértékben, míg a szemcsés perlit jobban alakítható.

A **grafitos eutektikum** 4,25% karbontartalmú olvadékból keletkezik, 1153°C-on állandó hőmérsékleten. Ausztenit és grafit eutektikuma. A 2,06%-nál nagyobb karbontartalmú grafitosan kristályosodó vasötvözetek szöveteleme. Ausztenitje hűlés közben perlitté, vagy grafitos eutektoiddá alakul át. Szoba-hőmérsékleten perlitből és grafitból, vagy ferritből és grafitból áll.

A **grafitos eutektoid** 0,69% karbontartalmú ausztenitből keletkezik 738°C-on, állandó hőmérsékleten, ferrit és grafit eutektoidja.

Ellenőrző kérdések

1. Definiálja a könnyű fémeket és a nehézfémeket!
2. Mit jelent a halmazállapot kifejezés?
3. Jellemezze a gáz, a folyékony és a szilárd halmazállapotot!
4. Adja meg a rácsszerkezet definícióját!
5. Mit értünk kristályos és amorf anyagokon?
6. Mit nevezünk elemi cellának és primitív rácsnak?
7. Jellemezze a térben középpontos, a felületenközéppontos köbös rácsot és a hexagonális rácsszerkezetet!
8. Mit mond ki a Hume–Rothary-féle szabály?
9. Adja meg az acél és az öntöttvas definícióját!
10. Definiálja a fázist és a szövetelemet!
11. Sorolja a grafitos rendszer homogén szöveteleleit!
12. Adja meg a karbidos rendszer homogén szöveteleleit!



1.1.2. Vasalapú ötvözetek szerkezeti változásai, a Fe–C diagram értelmezése

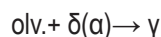
A fázisok és a szövetelemek ismeretében, tekintsük át a Fe–C diagram olvasási szabályait. Ennek segítségével adott hőmérsékleten és adott karbonkoncentráció mellett, meg tudjuk mondani, hogy milyen szövetelem várható az adott vaskarbon-ötvözetben.

A fázisdiagram főbb/nevezetes vonalai, melyek az egyes szövetelemek halmazállapotát és képződését azonosítják a következők:

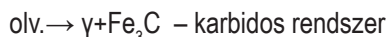
Likvidusz vonal – ehhez tartozó hőmérsékleteken kezdődik meg a kristályosodás, azaz ez alatt az olvadék és a szilárd fázis tart egyensúlyt.

Szolidusz vonal – az olvadékfázist választja el a szilárd halmazállapottól, tehát ez alatt csak szilárd fázis és így szilárd szövetelem alkotja a vizsgálati anyagot.

Peritektikus vonal – mely hőmérsékleten (1493°C) lejátsszódik a peritektikus reakció, azaz az olvadék reakcióba lép a primer $\delta(\alpha)$ delta fázissal és homogén γ módosulat jön létre. Reakcióegyenlettel felírva a következőképpen néz ki:



Eutektikus vonal – mely hőmérsékletnél (1147°C) lejátsszódik az eutektikus reakció, azaz az olvadékból ausztenit és vas-karbid, vagy grafit lesz, mely szövetelemet a szakirodalom ledeburitnak/grafitos eutektikumnak nevez.



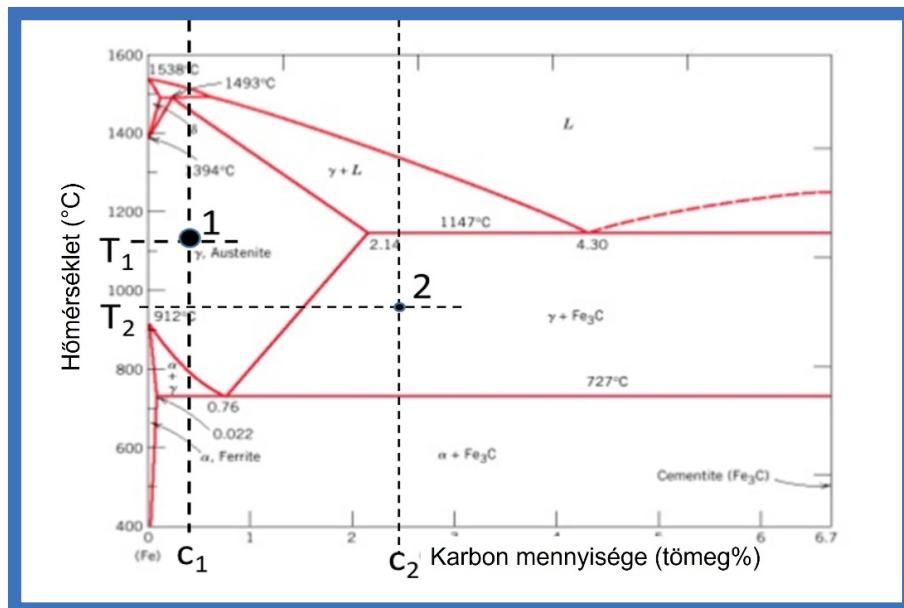
Eutektoidos vonal – mely hőmérsékleten (723°C) lejátsszódik az eutektoidos reakció, azaz a homogén egyfázisú ausztenitből a hőmérséklet csökkenésével a karbonoldó-képesség csökken, és az alábbi reakcióegyenlet írható fel:



Ha a főbb fázisok azonosításán túl azok mennyiségét is meg akarjuk határozni akkor a következő alapelveket kell szem előtt tartani:



1–5. ábra. Fe–C fázisdiagram mennyiségi meghatározáshoz

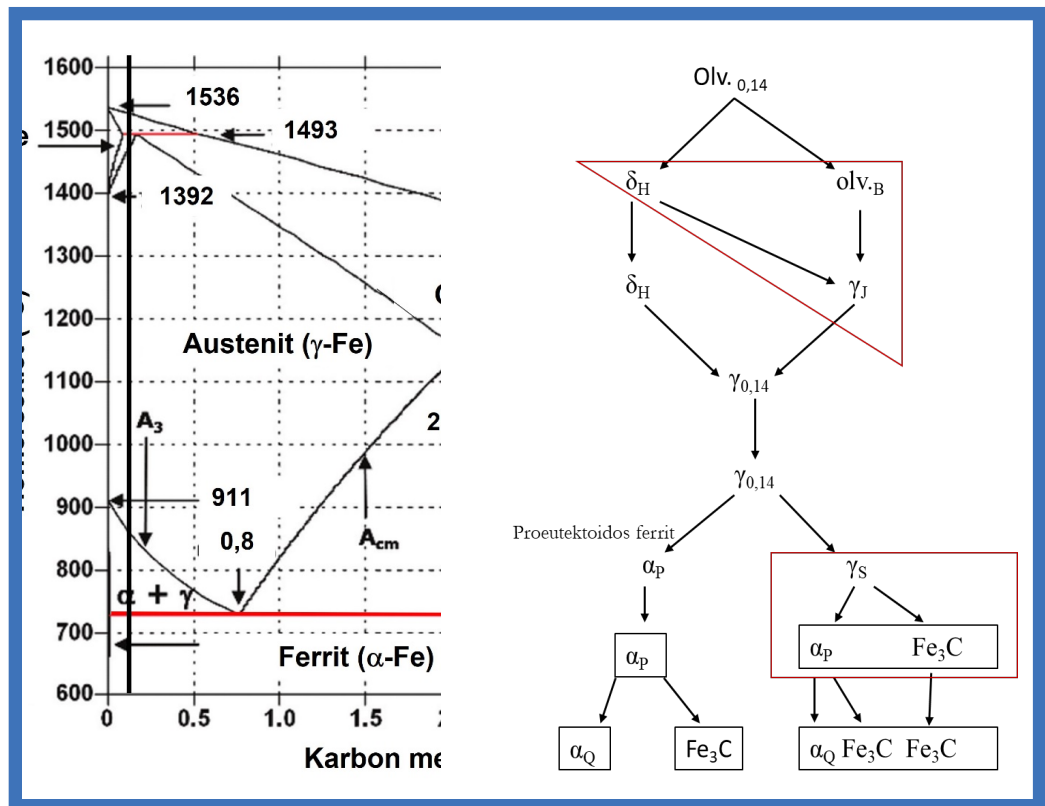


Az 1–5. ábrán látható két pont, melyeket egy-egy hőmérséklet és koncentráció azonosít. Ezek közül az 1-es pont (c_1 - T_1) jelöli azt az esetet amikor az ötvözet állapotát jellemző pont egyfázisú területbe esik. Akkor ennek a fázisnak az összetétele az ötvözet összetételével egyezik meg, és mennyisége 100%. Ha az egyfázisú terület a likvidusz vonal felett helyezkedik el, akkor az ötvözet olvadékalapotú, ha pedig a szolidusz vonal alatt, akkor pedig kristályos (szilárd) állapotú.

Abban az esetben, ha az ötvözet állapotát jelző pont kétfázisú területbe esik (2-es pont c_2 - T_2), az ötvözetet alkotó két fázis összetételét megtaláljuk, ha jelzőponton át vízszintest húzunk, amíg a heterogén terület határait el nem metsszük. A két metszéspont jelenti az ötvözetben jelenlevő fázisokat. Továbbá az emelő szabály segítségével meghatározzuk az egyes fázisok mennyiségét. (gyakorlati rész tartalmazza).

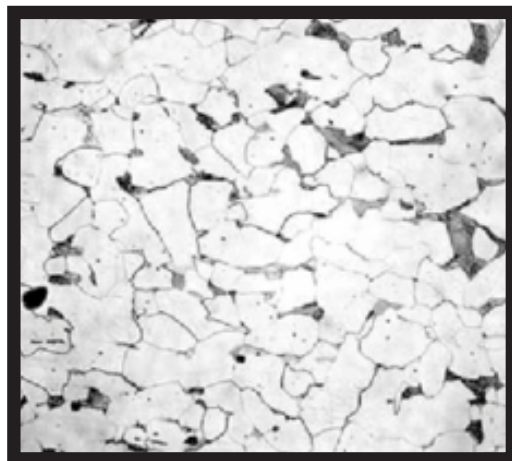
Az 1–6. ábra. egy törzsfát mutat, mely összefoglalja, hogy adott karbontartalmú acél milyen fázis-átalakulásokon megy keresztül, amíg olvadékalapotból, azaz 1536°C feletti hőmérsékletéről lehűl szobahőmérsékletre ($25 \pm 2^\circ\text{C}$).

1–6. ábra. 0,14%C acél hűlési folyamat törzsfája



A 0,14% C-tartalmú acél a kristályosodása kezdetén (1–6. ábra) az olvadékból térben középpontos $\delta(\alpha)$ fázis jön létre a hőmérséklet csökkenésével, majd elérve az 1493°C-ot a peritektikus reakció megy végbe, melynek eredményeként ausztenit képződik. A delta-vas és az ausztenit tart egyensúlyt, majd homogén egyfázisú ausztenit képződik, melynek karbontartalma 0,14%. Egészen a szolvusz vonal átlépéséig homogén ausztenit van jelen, ezt követően az ausztenitből kiválik a proeutektoidos ferrit és marad

1–7. ábra. 0,14% C-tartalmú acél
szövetszerkezete – optikai mikroszkópos
felvétel

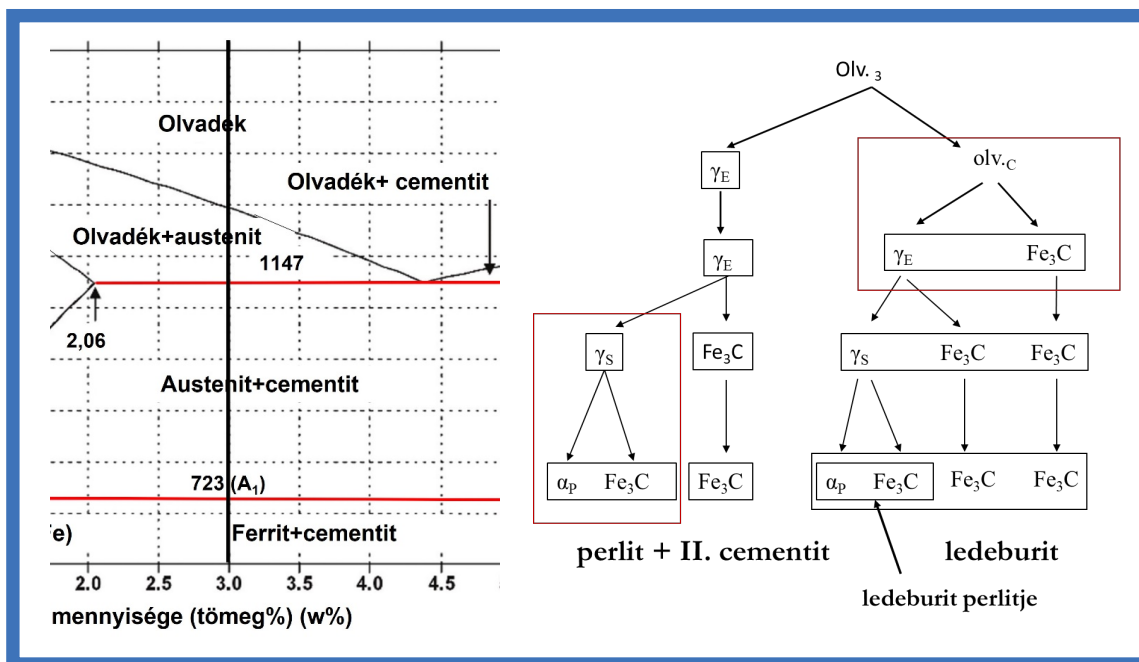


vissza egy módosított összetételű ausztenit, melynek karbontartalma 0,8%. A kivált proeutektoidos ferrit csaknem tiszta vas, karbontartalma 0,025%, így a visszamaradó ausztenitben a karbon mennyisége növekszik és így emelkedik a karbontartalma az ausztenitnek 0,8%-ra. Az eutektoidos vonalat átlépve az eutektoidos reakció is lejátszódik, a 0,8% karbontartalmú ausztenit ferrit+vas-karbiddá alakul, a proeutektoidos ferrit megmarad. A hőmérséklet csökkenésével az (α)-vas karbonoldó képessége csökken és további cementit, azaz tercier cementit válik ki a ferritből. A 0,14% C-tartalmú acél szoba-hőmérsékleten tehát ferritből és cementitből, mint

fázisokból áll. Az optikai mikroszkópos felvételen azonban a szövetelemeket látjuk, ebben az esetben a világos színű ferritet, és a sötét perlitet (1–7. ábra). A kis karbon tartalom miatt a perlit mennyisége igen csekély a ferritéhez képest.

Ha ugyanezt a lehűlési törzsfát a 3% C-tartalom mellett is végig elemezzük a következő megállapításokra jutunk (1–8. ábra):

1–8. ábra. 3% C-tartalmú öntöttvas hűlési folyamat törzsfája



A 3% karbon tartalmú olvadékból a likvidusz vonalat átlépve 2,06% C-tartalmú ausztenit kristályosodik ki, és a visszamaradó olvadékból az eutektikus vonal alatt már az eutektikus reakció játszódik le, azaz szintén 2,06% C-tartalmú ausztenit és primér vas-karbid jön létre. A hőmérséklet csökkenésével az ausztenit karbon-oldóképessége csökken, a szekunder cementit kiválik, és a priméren az olvadékból képződő ausztenit karbon tartalma 0,8%-ra csökken. Az eutektikus reakcióban képződött ausztenit is az előbb említett folyamaton megy keresztül, azaz a karbon tartalma lecsökken és szekunder cementit válik ki. Az eutektoidos vonalat átlépve az ausztenit ferrit és vas-karbidra alakul, így perlit, mint szövetelem jön létre. A 3% karbon tartalmú öntöttvas szobahőmérsékleten perlitből, szekunder cementitből és ledeburitból áll (1–9. ábra). Ez utóbbi szintén perlit és cementitként jelenik meg az optikai mikroszkópos felvételen, de jellegzetes alakja megkülönbözteti a lemezes perlitől.

A gyakorlati képzés során további koncentrációk mentén áttekintjük az acélok és az öntöttvasak fázisátalakulásait.

Ellenőrző kérdések

- ◆ Mit nevezünk likvidusz vonalnak?
- ◆ Definiálja a szolidusz vonalat!
- ◆ Írja fel a peritektikus reakciót és értelmezze!
- ◆ Adja meg az eutektikus reakciót és értelmezze!
- ◆ Milyen szövetelem(ek) képződnek az eutektoidos reakció során? (Írja fel a reakciót!)
- ◆ Mit értünk a törzsfa alatt és milyen célt szolgál?

1.1.3. Ausztenitesítés és a C-görbék

Az ausztenit definícióját már ismerjük, így tudjuk, hogy egy homogén szövetelem, mely jelentős karbon-oldóképességgel rendelkezik. Azt is láttuk, hogy a hőmérséklet csökkenésével egyensúlyi körülmények között ferrit+perlitté alakul. Az acélok hőkezelése során a különböző hűtési körülmények alkalmazásakor számos eltérő szövetszerkezetet tudunk kialakítani ebből a homogén szövetelemből. A felfűtés és lehűtés folyamatát nevezetes diagramokban ábrázolják, melyek közül a felfűtés során az **ausztenitesedési görbe**, mint a felfűtési hőmérséklet és idő együttes meghatározását elősegítő diagram, míg a lehűlésnél az átalakulásokat összefoglaló C-görbék a lehűlési sebességek függvényében az ausztenit nem egyensúlyi átalakulásait foglalják össze.

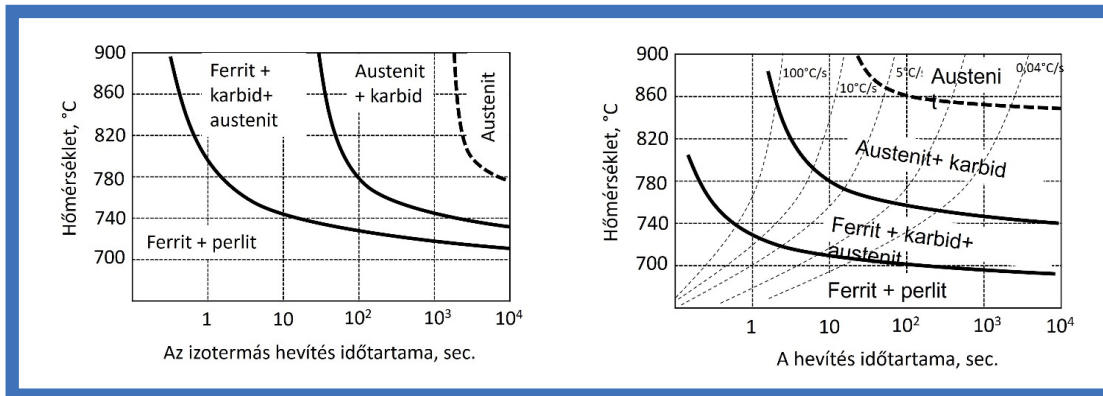
Tehát az acélok szövetszerkezet-változással járó hőkezelésének első lépése az **ausztenitesítés**. Ennek **célja az ausztenites szövet kialakítása**, mely szövetelem mennyiségét az acél kémiai összetétele, homogenitása és szemcsemérete erősen befolyásolja. Az ötvözetlen acéloknál A_1 hőmérsékleten, állandó hőmérsékleten perlitből 0,8% karbontartalmú ausztenit keletkezik, míg a 0,8% C-tartalom alatti, azaz hipoeutektoidos acélnál az ausztenitben oldódik a proeutektoidos ferrit, így a karbon tartalom csökken. A 0,8% C-tartalom felett egészen a 2,06% C-tartalomig, azaz a hipereutektoidos acélnál az ausztenitben a szekunder cementit oldódik, ennek következtében a karbon tartalom növekszik. Az A_3 hőmérsékletet átlépve γ területbe jutunk, ahol a karbontartalom megegyezik az acél karbontartalmával. Az ausztenitesedés diffúziós folyamat, mely hőmérséklet és idő függő. A gyakorlatban megkülönböztetünk: izotermás ausztenitesítést (1–10. (a) ábra), amikor a hevítés extrém gyors adott hőmérsékletre ($>A_1$) és ott hőntartás az ausztenitesítés céljából, valamint folyamatos hevítést (1–10. (b) ábra), amikor egy ismert és állandó hevítési sebességgel, A_1 -nél nagyobb hőmérsékletre addig hevítjük az acélt, amíg az ausztenitesedés megtörténik. Ausztenitesedés mértékét dilatométeres vagy edzett próba töretvizsgálatával szokták megállapítani.



11–10. ábra. Ausztenítesedési görbe

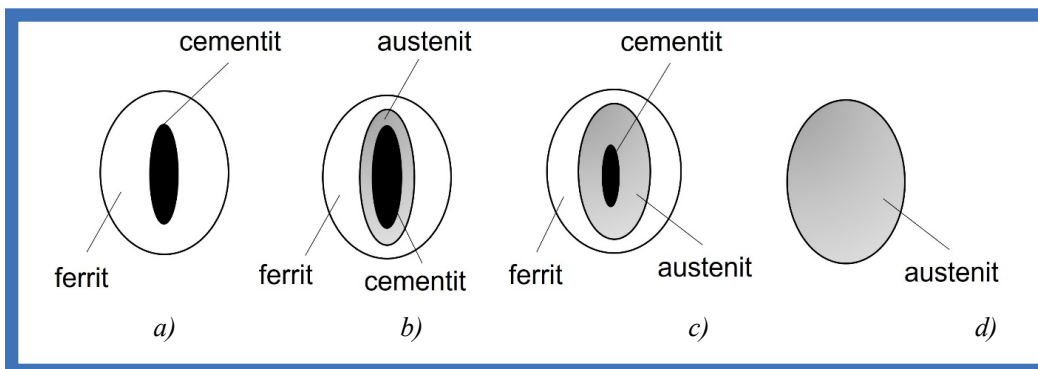
a) izotermás ausztenítesedési görbe;

b) folyamatos ausztenítesedési görbe



Az ausztenit képződése 0,8% C-tartalmú ötvözetlen acélnál a 750–760°C-on történő ausztenítesedésére jellemzően elsőként a ferrit és perlit érintkezési felületén megjelenik az ausztenit-csíra. Ha a csíra mérete és a hőmérséklet az ausztenit-kristály stabilitásának feltételeit kielégíti, a csíra növekedésnek indul karbon-diffúzióval (11–11. ábra).

11–11. ábra. Ausztenit képződése



- a) ferrit–perlit szövetszerkezet
 b) ausztenit-csíra megjelenik a ferrit és a cementit határfelületén
 c) ausztenit-csíra növekszik – cementit feloldódik
 d) ausztenit jön létre

Minden cementit lemez körül elindul az ausztenitcsíra-növekedés, majd, amikor az ausztenit-csírák összeérnek akkor fejeződik be a folyamat. Ipari körülmények között ausztenites szövetet úgy hoznak létre, hogy az acélt γ és $\gamma + \text{Fe}_3\text{C}$ területbe hevítik és ott hűttartják, amíg az ausztenit a munkadarab teljes keresztmetszetében kialakul (11–11. ábra).

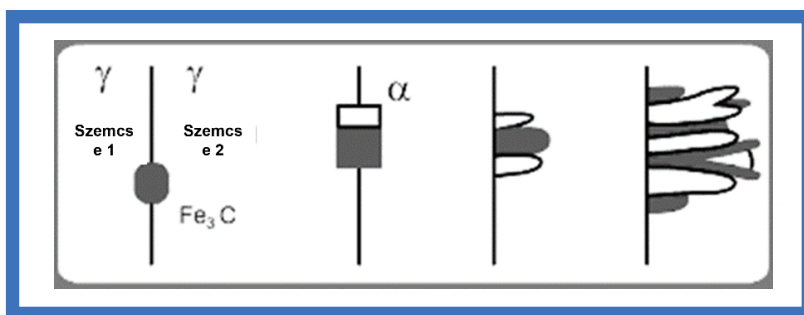
Az **ausztenítesítést** követően az acélokban az alkalmazott hűtési sebességek alapján különböző nem egyensúlyi fázisok és szövetelemek hozhatók létre.



Az egyensúlyi körülmények között **ferrit-perlites** szerkezet mellett itt akár **bainites** vagy **martenzites** szerkezet is kialakítható. A következőkben ezek képződéseit tekintjük át.

Abban az esetben, ha az ausztenit gyors hűtéssel Ar_1 és 550°C közé hűtjük akkor perlites átalakulás zajlik le az anyagban. Az acélok kémiai összetétele alapján – itt főleg a karbontartalomra gondoljunk – a perlitképződési tartománya eltér. A hipoeutektoidos acél, melyben a karbontartalom $<0,8\%$, az Ar_3 és Ar_1 közötti tartomány. (megjegyzés: r betű a francia hűtés kifejezésből származik.) A hipereutektoidos acélnál a karbontartalom $0,8\text{--}2,06\%$ között van, és így a perlitképződési hőmérséklet-tartomány az Ar_{cm} és Ar_1 közötti. (Megjegyzés a cm = cementit). A folyamat a magas hőmérsékletek miatt diffúzióvezérelt. A csíráképződés és növekedés folyamat kezdeti lépése az ausztenit szemcsék hatásán a hőmérséklet csökkenésének köszönhetően az ausztenit karbonoldó képessége csökken és cementit-csíra képződik. Azonban a cementit-csíra környezete karbonban elszegényedik és így már csak ferrit-csíra tud létrejönni. Majd a ferrit-csíra környezete megint karbonban gazdagabb lesz így újabb cementit csíra keletkezik. Ez az a lépéssor mely lemezes szerkezetű perlit kialakulásához vezet (1–12. ábra). A szakirodalomban korábban háromféle perlitet különböztettek meg, melyek a lemezes perlit – durva cementit lemezek, lemezes sorbit – finomabb cementit lemezek, lemezes troostit – legfinomabb cementit lemezeket tartalmazza. Mára már ez a csoportosítás kevésbé használatos.

1-12. ábra. Cementit csíra ausztenit kristályhatáron való képződése

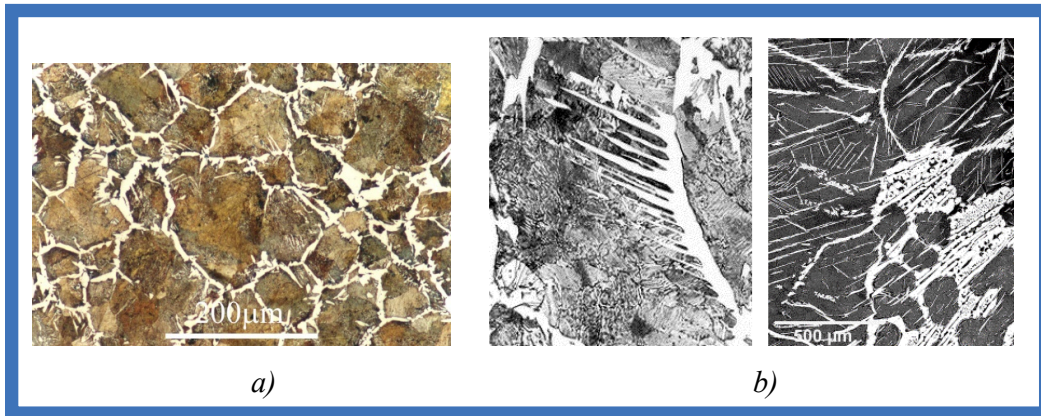


1. Cementit mérete és a hőmérséklet kielégíti a csíra stabilitásának feltételeit – növekedésnek indul
2. Cementit-csíra hosszabbodik és vastagodik – karbonban elszegényedett környezet – ferrit képződik
3. Ferritkristály környezete – karbonban dús – perlit képződik

A hűtési sebesség növelése egyfelől gátolja az ausztenit egyensúlyi hűtése során kialakuló proeutektoidos ferrit képződését, valamint elősegíti a cementit lemezek finomodását. A hűtési sebesség függvényében igen változatos lehet az adott acél szövetszerkezete (1–13. ábra):

- ◆ Proeutektoidos ferrit mennyisége 10% – ferritfoltos
- ◆ $10\text{--}30\%$ – ferrithálós
- ◆ $30\text{--}70\%$ – Widmanstatten-jellegű ferrites

1–13. ábra. proeutektoidos ferrit megjelenési formái



a) ferrithálós szövegszerkezet; b) Widmannstätten-szövegszerkezet

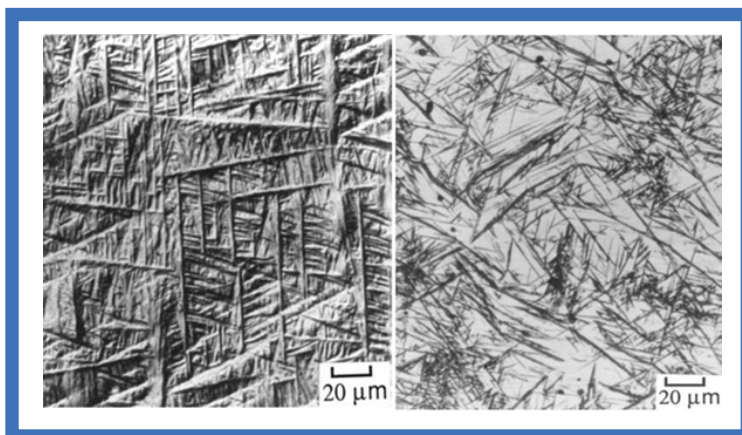
Ha az acélt gyors hűtéssel az A1 hőmérséklet alá hűtjük, azaz 550°C és M_s közé, akkor megakadályozzuk a perlitképződését, mert a hőmérséklet és idő függő folyamatot a diffúziót blokkoljuk, és egyre inkább a $\gamma \rightarrow \alpha$ átalakulás hajtóereje válik dominánssá. Ez a folyamat a bainites átalakulás. A szakirodalom megkülönböztet felső bainitet és alsó bainitet, melyek a képződési hőmérséklettartományban térnek el, és ebből eredően a szerkezet finomságában.

Az 550–350°C között képződő felső bainitnél (1–14. a) elsőként ferritcsíra jelenik meg az ausztenit kristályhatáron, mert a $\gamma \rightarrow \alpha$ átalakulás hajtóereje igen nagy. A ferritkristály α alakú és a karbon-atomokat maga előtt tolja. A karbonatomok jelentős mértékben feldúsulnak, és cementit lemezke képződik. Így a felső bainit tulajdonképpen cementitlemezkeket tartalmazó tűs ferritkristályok.

1–14. ábra. Bainit megjelenési formái

a) felső bainit

b) alsó bainit

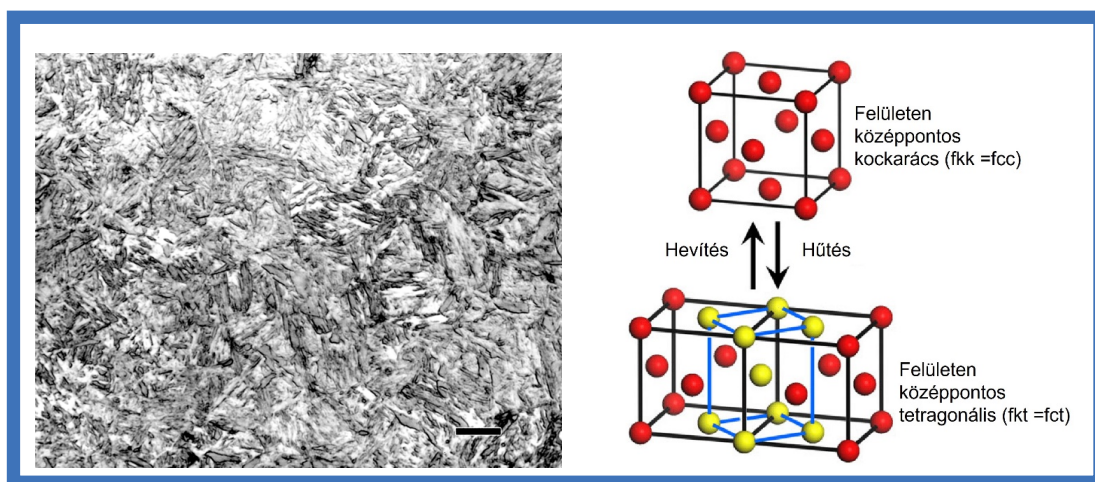


A 350°C- Ms között képződő **alsó bainit** szövetszerkezetét tekintve finomabb tűs jellegű (1–14. b), mint a felső bainit, mert a növelt túlhűlés okán a karbon diffúziója még kisebb a $\gamma \rightarrow \alpha$ átalakulás hajtóereje pedig igen nagy. A vékony ferritlap képződik martenzites átalakulással, azaz rácsátbillenéssel. A karbon lassan precipitál – ϵ -karbid keletkezik.

Az ausztenit drasztikus hűtése kb. 350°C-ra már teljes mértékben megakadályozza a diffúziós folyamatot és az anyagban rácsátbillenéssel, martenzites szövetszerkezet (1–15. ábra) jön létre. Ennek legfőbb ismertető jele a tűs szerkezet. Ilyenkor a karbonatomok a helyükön maradnak és tetragonálissá torzítják a kristályrácsot (1–15 – 1–16. ábra). A martenzit tulajdonképpen karbonatomokkal túltelített ferrit lesz. Minél nagyobb a túlhűlés mértéke, annál finomabb tűs szerkezet jön létre.

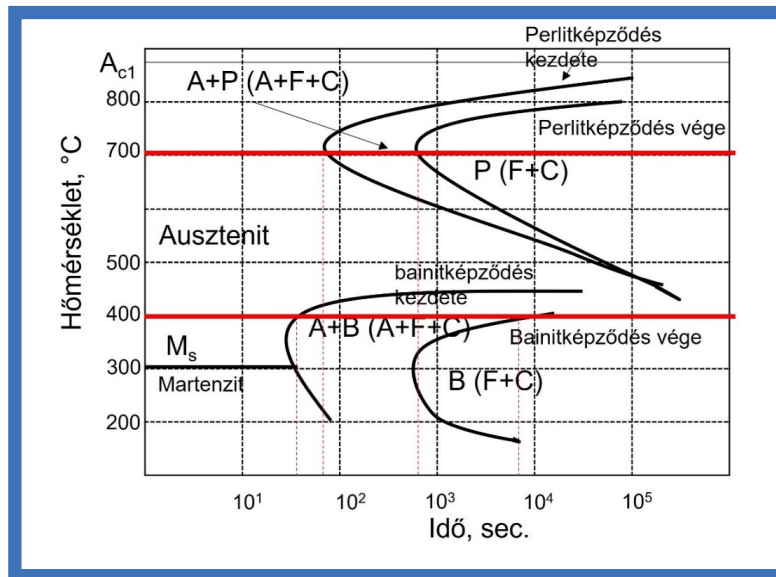
Az ausztenit különböző hőmérsékletre való extrém gyors túlhűtése vagy különböző hűtési sebességekkel történő lehűtése eredményezi ezeket a nem egyensúlyi átalakulásokat, melyeket az ausztenitesedési görbéhez hasonlóan, de itt eltérő **elnevezéssel C-görbék** írnak le és foglalnak össze. A gyors lehűtés és ott hőntartás azaz **izotermikus C-görbéknek**, míg a különböző hűtési sebességekkel ellátott diagramokat **folyamatos C-görbéknek** nevezi a szakirodalom. Ezek olvasása hasonló módon történik, mint korábban az ausztenitesedési görbe esetén megtanultuk, de tekintsünk át egy-egy átalakulást az izotermás és a folyamatos lehűlési C-görbéken.

1–16. ábra. Martenzit optikai mikroszkópos felvétel 1–15. ábra Martenzites rácsszerkezet (átvéve: [5])



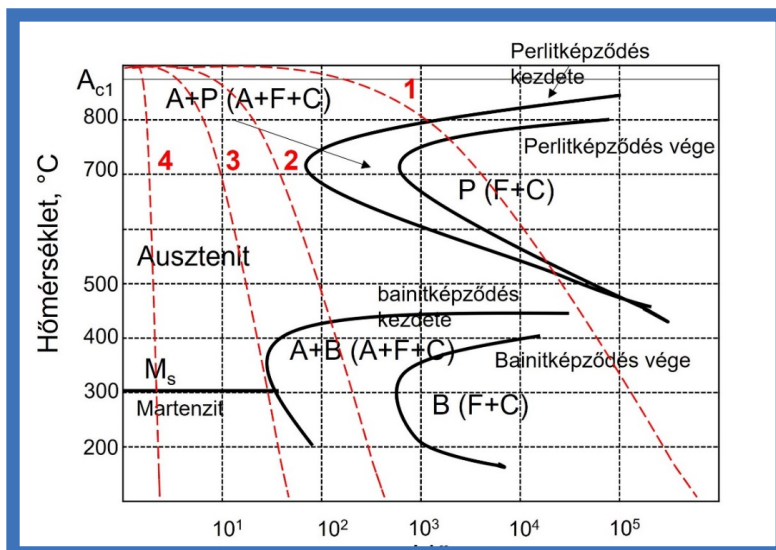
Az 1–17. ábrán egy izotermás átalakulási görbe látható, mely ábrán két izoterma a 700°C és a 400°C vastagon van szedve. Ha ezek mentén olvassuk a diagramot, akkor az első esetben, amikor 700°C-ig gyorsan hűtjük az acélt majd lassan hagyjuk lehűlni, akkor kb. néhány száz szekundum után elkezdődik a perlites átalakulás, mely egészen 800–900 szekundumig tart. A 400°C esetén a gyors hűtés egészen 400°C-ig végezzük, amikor is már nem képződhet perlit, ezen a hőmérsékleten bainites átalakulás következik be. A folyamat kb. 50 szekundumnál kezdődik és egészen 8000–9000 szekundumig tart. Ezt követően az ausztenit már bainitté alakulva van jelen az acélban.

1–17. ábra. Izotermás átalakulási görbe (sematikus ábra)



Ha ugyanezt a gondolatsor egy folyamatos hűtés esetén végezzük el akkor egy ismert hűlési sebesség vonal mentén kell a C-görbét olvasni, melynek értelmezését az 1–18. ábra szemlélteti.

1–18. ábra. Folyamatos átalakulási görbe (sematikus ábra)



A 1–18. ábra. négy esetet mutat be a folyamatos C-görbék olvasására. Az (1) esetben a lehűlési sebesség igen lassú, tulajdonképpen egyensúlyi körülményeknek megfelelő, mint pl. a kemencében való hűtés. Ilyenkor kellő idő áll rendelkezésre a perlités átalakulás végbemeneteléhez és így perlités szerkezet jön létre. A (2) esetben a lehűlési sebesség lényegesen nagyobb, a hűtési közeg ilyenkor pl. olaj, ekkor a perlités átalakulási C-görbepár elkerülve egy bainites szerkezet jön létre. A (3) eset egy ne-



vezetes folyamatot mutat be a felsőkritikus hűlési sebességet kívánja szemléltetni, amely felett már csak martenzit jön létre, mert a nagymértékű túlhűléssel mind a perlités, mind a bainites átalakulás C-görbéit elkerüljük. A (4) esetben a hűlési sebesség nagyobb, mint az említett felsőkritikus hűlési sebesség, ilyenkor a hűtőközeg víz vagy jeges víz, melynek a hűtési erélyessége a legnagyobb, így az ausztenit csak martenzitté alakulhat, mely igen rideg szövetszerkezet.

Ellenőrző kérdések

ELLENŐRZŐ KÉRDÉSEK

1. Mit tudunk leolvasni az ausztenitesítési görbékről?
2. Milyen folyamatokat írnak le a C-görbék?
3. Rajzolja fel az izotermikus ausztenitesedési görbét!
4. Egy izoterma mentén értelmezze az ausztenitesítés folyamatát!
5. Rajzolja fel a folyamatos ausztenitesítési görbét!
6. Értelmezze a folyamatos ausztenitesítési görbét egy felfűtési görbe mentén!
7. Rajzolja fel az izotermikus átalakulási C-görbét!
8. Ismertesse az izotermikus átalakulást egy adott hőmérséklet mentén!
9. Rajzolja fel a folyamatos átalakulási C-görbét!
10. Egy lehűlési görbe mentén értelmezze a folyamatos átalakulást!

1.1.4. Acélok főbb hőkezelései eljárásai

A fémek és ötvözeteik tulajdonságait az összetételük, a szerkezetük és a feszültségállapotuk határozza meg. A tulajdonság-megváltoztatás célja lehet a mechanikai tulajdonságok megváltoztatása, vagy a fizikai tulajdonságok megváltoztatása stb. A tulajdonság változtatási eljárások között kiemelt jelentősége van a szilárdság, illetve az azzal összefüggő terhelhetőség növelésének. A tiszta fémek esetén három gyakorlati módszerrel lehet a szilárdságnövelést elérni:

- ◆ ötvözés,
- ◆ hideg alakítás (felkeményedés),
- ◆ hőkezelés.

Az ötvözés során az alapfém rácsába szubsztitúciósan és interszticiósan beépült kémiai elemek keltette belső feszültség indukálja azt a rácstorzulást, mely végül kismértékű szilárdságnövelést okoz. A hidegalakítás során az ideális kristály felépítésétől való eltérés, azaz a reális vagy valós kristályok jelenléte, melyek tartalmaznak rácshibákat a felkeményedés oka. A reális kristályok nulldimenziós, pontszerű azaz vakancia; egydimenziós, vonalszerű, azaz diszlokáció; és kétdimenziós, rétegszerű hibákat tartalmaznak. A vonalszerű diszlokációk a szemcsehatáron feltorlódva, falakba rendeződve okozzák a felkeményedést.



A hőkezelés pedig egy tervszerűen megválasztott hőmérsékletváltoztatási folyamat, mely **felhevítésből, hőntartásból és lehűtésből** áll, és célja a munkadarab szövetszerkezetének, illetve feszültség-állapotának tudatos megváltoztatása, az előírt tulajdonságok elérése céljából. A hőkezelés alapja lehet:

- ◆ az allotróp átalakulások befolyásolása, az eutektoidos folyamat egyensúlytól való eltérítése,
- ◆ a szilárd állapotban végbemenő oldódás és kiválás befolyásolása,
- ◆ a diffúzió, a szilárd állapotban bekövetkező oldódás, ötvözés tudatos kihasználása.

Az alkalmazott hőmérséklet- és időegyüttest úgy választjuk meg, hogy a hőkezelés közben a szerkezeti anyag szilárd halmazállapotú, részlegesen sem olvad meg, tehát a **hőkezelést csak a szolidusznál kisebb hőmérsékleten** végezzük. Ez az acéloknál 1000–1200°C maximumot jelent a karbontartalom függvényében. A hőkezelés kiterjedhet a mintadarab teljes keresztmetszetére, vagy csak a felületi réteg szövetszerkezetének módosítását valósítja meg.

Teljes keresztmetszetre kiterjedő hőkezelések

A teljes keresztmetszetre kiterjedő hőkezelések célja a munkadarab megkívánt tulajdonságainak (leglágabb állapot, egyenletes, finom szemcseszerkezet, keménység, szívósság stb.) kialakítása a teljes keresztmetszetben. Ennek értelmében beszélhetünk:

- ◆ lágyító és homogenizáló,
- ◆ keménységet vagy szívósságot fokozó hőkezelésekről.

A hőmérséklet-tartomány megválasztásával a hőkezeléseket további két csoportra oszthatjuk, az alapján, hogy a hőkezelés során történik átkristályosodás, azaz $\gamma \leftrightarrow \alpha$ átalakulás történik vagy nem, azaz a hőmérséklet Ac_3 -nál magasabb, vagy az Ac_1 alatt marad. (megjegyzés: c index a francia hevítés szó kezdő betűjéből származik.) Az **átkristályosodással nem járó** hőkezeléseket Ac_1 alatt végezzük, azaz kb. 723°C alatt, míg a **teljes átkristályosodással járókat** pedig Ac_3 felett, azaz kb. 911°C felett.

Az első esetben a lágyító hőkezelések célja, hogy egy lágy, homogén, finomszemcsés állapotot biztosítsunk. Az **átkristályosodással nem járó hőkezelések közé tartozik a feszültségcsökkentés**, mellyel az anyagban gyártás vagy megmunkálás során ébredő belső feszültségeket építjük le. Ezek keletkezhetnek az öntésnél, kovácsolásnál, hengerlésnél és hegesztésnél, követő egyenlőtlen hűtés, hidegalakítás (hajlítás, egyengetés, nagyoló forgácsolás) során. A feszültségcsökkentésnél a munkadarabot 550–650 °C hőmérsékleten 2–6 órán át hőntartjuk, majd kemencével együtt hűtjük. Azaz egy igen lassú, közel egyensúlyi körülmények között hűtjük vissza szobahőmérsékletre. A feszültségcsökkenés alapja az, hogy a magasabb hőmérsékleten a folyáshatár lecsökken, és a belső feszültségek maradékalakváltozássá alakulva leépülnek. A **lágyítás, mint átkristályosodással nem járó hőkezelés célja**, az acél forgácsolhatóságának, alakíthatóságának biztosítása. A 0,3 %-nál nagyobb C-tartalmú ötvözetlen, valamint ötvözött acéloknál alkalmazzák. A szerkezeti acélok (hipoeutektoidos C < 0,8 %) szobahőmérsékleten ferrit-perlit szerkezetűek. A ferrit lágy, a lemezes perlit kemény vaskarbid és lágy ferritlemezekből épül fel. A lemezes perlit forgácsoláskor a kemény karbidlemezeket el kell vágni, alakításkor össze kell törni.



A lágyítás célja a lemezes perlites szerkezetet szemcsés perlitte alakítani. A szemcsés perlit ferrites alapba ágyazott karbidrögös szerkezetet jelent. A szemcsés perlitben a cementit rögök kitérnek a kés éle elől, illetve alakításkor a lágy ferrites alap könnyebben alakítható. Lágyításkor az acélt A_{c1} -nél 10–20°C-kal kisebb hőmérsékletre (680–700°C-ra) hevítjük, itt hőntartjuk, majd kemencében hűtjük. A lágyítás Brinell-keménységméréssel ellenőrizhető, a keménységértékeket az anyagszabványok tartalmazzák.

Azok a hőkezelések, melyek már **átkristályosítással járnak, mint pl. az izotermikus lágyítás**, elsődleges célja, hogy a lágyítás nagy időszükségletét le tudjuk redukálni, valamint egyenletes keménység biztosítása a darab teljes keresztmetszetében. Az ausztenitesítés után izotermikusan a megkívánt keménységet biztosító hőmérsékletre hűtjük a darabot. Az adott hőmérsékleten addig tartjuk, amíg az átalakulás befejeződik. A keménység szűk tartományra beállítható. A keletkező szövetszerkezet az összetételről és a hőmérséklettől függő mennyiségű ferrit és lemezes perlit. A hőkezelés sikerességét legegyszerűbben keménységméréssel tudjuk ellenőrizni. Ugyancsak átkristályosodással járó hőkezelés a **normalizálás**, melynél a melegen alakított, hegesztett, öntött acélok túlhevített, durvaszemcsés, egyenlőtlen szemcseszerkezetének finomítása, a mechanikai tulajdonságok, sok esetben az edzhetőség javítása a fő cél. A normalizálás első lépéseként alkalmazott ausztenitesítés, egy $\alpha \rightarrow \gamma$ átalakulást jelent, melynél a teljes keresztmetszet szöveteleme az ausztenit. Ezt elérve majd 5–10 perces hőntartás után nyugodt levegőn hűtjük le a munkadarabot. A levegőn való hűtésnél a hűlési sebesség nagyobb, mint a kemencében történő hűlés során. A keletkező szövetszerkezet a C-tartalomtól függően ferrit, lemezes perlit (hipoeutektoidos acél) vagy lemezes perlit és szekunder cementit (hipereutektoidos acél). A normalizált acélok mechanikai jellemzői a szelvényátmérő függvénye. Itt is mint korábban már említésre került keménységméréssel lehet igazolni a hőkezelés szövetszerkezetbeli változását és így eredményességét.

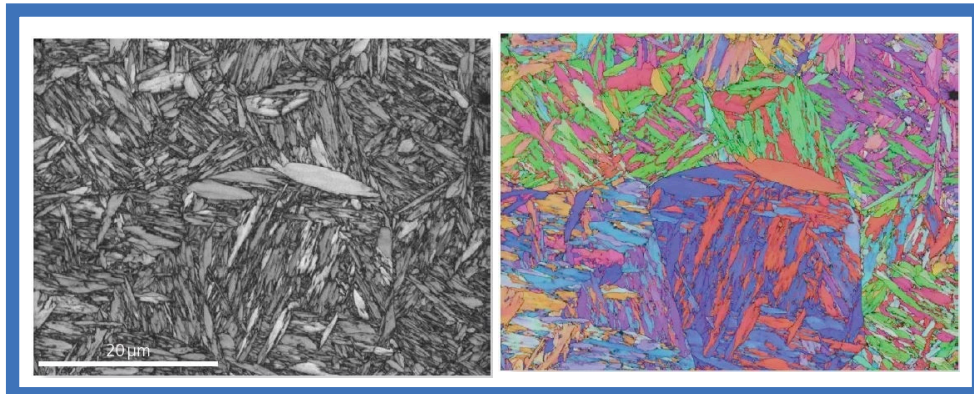
A lágyító és homogenizáló hőkezelések mellett a gyakorlatban nagy hangsúlyt kap a **keménységet növelő eljárások** csoportja. Ezek célja az acél legnagyobb keménységének biztosítása, mely martenzites állapottal érhető el. A martenzitet pedig úgy alakíthatjuk ki az acél szerkezetében, hogy az ausztenites állapotból a felsőkritikus lehűlési sebességnél gyorsabban hűtjük. Ezt a műveletet, mint hőkezelést **edzésnek** nevezzük. Az edzést, mint hőkezelést szerszámok kezelésére használják, amelyeket olyan alkalmazásokhoz állítanak elő, ahol a nagy keménység és kopásállóság a követelmény. Az edzés a kemény kérget biztosító felületi hőkezelések része is pl. betétedzés, indukciós edzés stb.

Az edzhetőség feltételei:

1. A szövetszerkezet a hűtés megkezdésekor legyen ausztenites.
 - a) Hipoeutektoidos acéloknál: $A_{c3} + 30\text{--}50\text{ }^{\circ}\text{C}$
 - b) Eutektoidos acéloknál: $A_{c1} + 30\text{--}50\text{ }^{\circ}\text{C}$
 - c) Hipereutektoidos acéloknál: $A_{c1} + 30\text{--}50\text{ }^{\circ}\text{C}$,
2. A karbontartalom legyen nagyobb, mint 0,2 %
3. A lehűlési sebesség legyen nagyobb, mint a felsőkritikus hűlési sebesség (vkf). Ezzel biztosítjuk, hogy a szövetszerkezetben a martenzit (1.19. ábra) mellett, nem jelenik meg lágyabb szövetelem, mint pl. a ferrit, perlit, bainit.

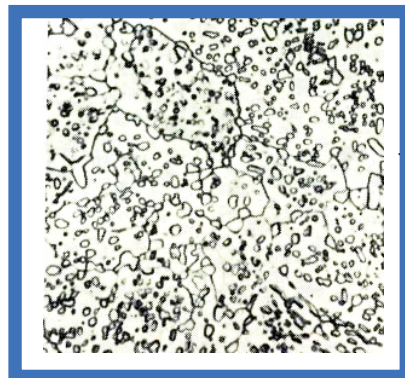


1–19. ábra Martenzit EBSD felvétel (átvéve: [6])



A darab méretétől függően a belseje mindig lassabban hűl, mint a felület. Az eltérés annál nagyobb, minél vastagabb a darab, és minél kisebb az anyag hővezető képessége, illetve minél kisebb a hűtőközeg hőelvonó képessége. Ez az oka annak, hogy nem érhetjük el tetszőleges keresztmetszetben a martenzites állapotot (1–19. ábra).

1–20. ábra Szferoiditos szövet



A keménység elérése mellett másik fontos kritériumként fogalmazódik meg, az anyag szívóssága. A nagy keménységű, rideg anyagok dinamikus igénybevételre repednek és törnek, így elengedhetetlen, hogy az acélok szívósak is legyenek. A szívósság egyik tényezője a szilárdság a másik az alakváltozó képesség. A szívósság a legnagyobb szilárdság melletti legnagyobb alakváltozó képességet jelenti. A szívósság az ütőmunkával jellemezhető (KV; KU). A szívósság annál nagyobb, minél finomabb és egyenletesebb a szerkezet. A szívósság elérését célzó hőkezelés a nemesítés. A **nemesítés** pedig ausztenitesítés, edző hűtés és nagyhőmérsékletű megeresztés. A nagyhőmérsékletű megeresztés során kialakuló szövetszerkezet a szferoidit (1–20. ábra), amely ferrites alapba ágyazott igen finom karbid rögöket jelent.

Felületi hőkezelések

A teljes keresztmetszetre kiterjedő hőkezelésekkel szemben a felületi hőkezeléseknél csak a tömbi fémek és fémötvözetek, így az acélok felületi néhány milliméteres rétegére fókuszálódik a szövetszerkezet-változtatás, mely egyúttal kémiai összetételbeli változást jelenhet. A felületi hőkezelések leggyakoribb eljárásai:

- ◆ Felületi edzések.
- ◆ Lángedzés.
- ◆ Indukciós edzés.
- ◆ Lézeres felületi átolvasztás és edzés.
- ◆ Tudatos összetétel változtatás.
 - ◇ Cementálás.
 - ◇ Nitridálás.
 - ◇ Nitrocementálás, karbonitridálás.
 - ◇ Alitálás, boridálás stb.
- ◆ A hőkezelések nem kívánt kísérő jelenségei:
 - ◇ Oxidáció.
 - ◇ Dekarbonizáció.

Az első és nem kívánatos jelenség az **oxidáció**, mely az acélok esetében a melegalakítások velejárója. Az oxidáció a hőmérséklet növelésével rohamosan gyorsul. A felületen 200–300 C° fölött vékony különböző színű oxidhártya képződik, melynek megjelenését az acél felületének színváltoztatása is jelzi, ezek hívja a szakirodalom futtatási színnek. Azonban, 600 C° fölött már vastagabb rideg, oxidhártya keletkezik. A meleghengerlés során keletkező reve (összetett oxidrétegek) különböző oxidációsszámu vas-oxidok együtteséből épülnek fel. Így van hematit (Fe_2O_3), magnetit (Fe_3O_4) és wüstit (FeO). A reveréteg kialakulásban fontos szerepe van az időnek is. Továbbá az eltávolítás is elengedhetetlenül fontos a további alakítások megkezdése előtt. Ezt a műveletet **pácolásnak** hívják, melyet sósavas és kénsavas oldatokkal végeznek el. Manapság inkább kénsavas pácolásokat alkalmaznak mert a sósav párolgása során klórgáz képződik, ami emberi egészségre ártalmas.

A következő kísérő jelenség, mely a hőkezelések során megmutatkozik a **dekarbonizáció**, ez lehet szándékos, vagy hőkezelési hiba eredménye is. A dekarbonizáció, elszentelenedés 700 C° fölött következhet be. A darab felületéből a C a környezetbe vándorol, lehet részleges vagy teljes. Következménye, hogy a darab felületén a C-tartalom lecsökken és nem edződik megfelelő keménységűre az acél, továbbá a kisebb szilárdságú, húzófeszültséggel terhelt rétegben nő a kőszörülési repedések megjelenésének lehetősége. Különösen veszélyes ez a nagy C-tartalmú szerszámacélok esetében, ahol a kis C-tartalmú dekarbonizálódott réteg nem edzhető megfelelő keménységűre.

A felületi hőkezelések szerves része az edzési művelet, melynek korábban már ismertettük a főbb kritériumait, de a tudatosítás érdekében itt megismételjük. A **felületi edzések** alapelve az, hogy az edzéshez szükséges 3 feltétel közül mindhárom, csak a kéregben teljesül:

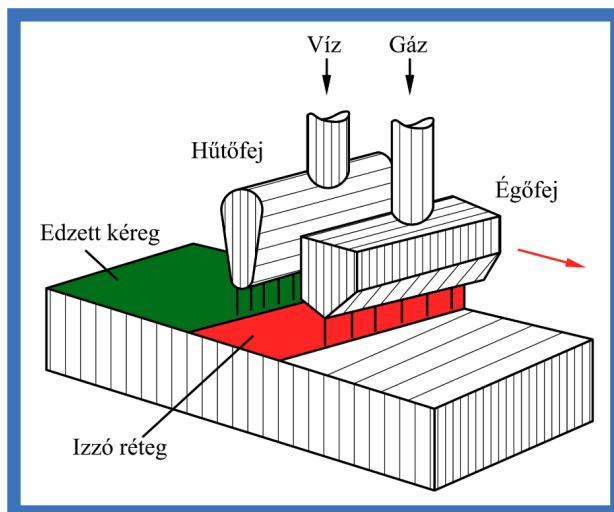


1. Ausztenítés (hevítés $T > A_{c3}$).
2. Hűtés v kf-nél nagyobb sebességgel.
3. $C > 0,2\%$.

A felületi edzés során az acél felületi rétegét igen intenzív, extrém gyors melegítéssel ausztenites állapotba hozzuk, majd a felsőkritikus hűtési sebességnél gyorsabban lehűtjük, ezzel elkerüljük, mind a perlites- mind a bainites-átalakulást és tisztán martenzites, kemény kopásálló réteggé alakítjuk a felületi zónát. Így, tehát ha az 1. feltétel nem teljesül a magban, tehát a $C > 0,2\%$ összetételű anyagot csak a felületen hevítjük fel, és hűtjük $v > v_{kf}$ sebességgel. Ez a felületi edzés, pl. láng- vagy indukciós edzés.

Lágedzés (1–21. ábra) során a kérgesítendő felületi zónát igen magas $2400\text{--}3150^\circ\text{C}$ -os gáz-lánggal extrém gyorsan felhevítjük, ezzel megtörténik az ausztenítés, majd a gázégőhöz kapcsolt hűtőegységgel hirtelen víz-hűtést alkalmazunk, ezzel az edzést is elvégezzük. A gázégőben acetilén és oxigén keverékét alkalmazzák leggyakrabban,

1–21. ábra Lágedzés folyamata (átvéve: [7])



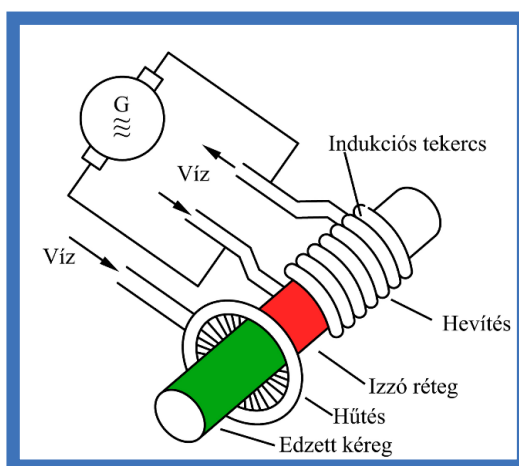
Alágedzéssel tisztán martenzites, homogén szerkezet azonban csak akkor érhető el, ha gépiesített és kombinált (égő+hűtő) egységgel végezzük. A technológiát alkalmazzák lemezek és csövek felületi edzésénél egyaránt, a létrehozott kéreg igen vastag milliméteres nagyságrendű, és az átmeneti zóna is több milliméter lehet. Ha vékonyabb felületi réteget kívánunk kialakítani és valamint további elvárás, hogy az átmeneti zóna mérete is kisebb legyen, akkor indukciós edzést alkalmazunk.

Az **indukciós edzés** (1–22. ábra) során nagyfrekvenciás váltóárammal hevítjük fel az acél rudakat, mely során az indukciós tekercs környezetében egy mágneses tér jön létre. Ebbe a mágneses térbe helyezett acélrúdban váltakozó feszültség indukálódik, ami az úgynevezett örvényáramot eredményezi. Az örvényáram és az átmágnesezési veszteség határása az acélrúdban hő keletkezik, és így az felhevül.

Az áthevült kéreg vastagságát az alkalmazott frekvenciával szabályozhatjuk, így minél nagyobb a frekvencia annál kisebb a felületi kéreg. Az ausztenites kéreg vastagságát befolyásolja:

- ◆ behatolási mélység,
- ◆ átadott fajlagos teljesítmény,
- ◆ az acél hővezetőképessége,
- ◆ a hevítés időtartama,
- ◆ a hevítés és a hűtés között eltelt idő.

1–22. ábra Indukciós edzés(átvéve: [7])

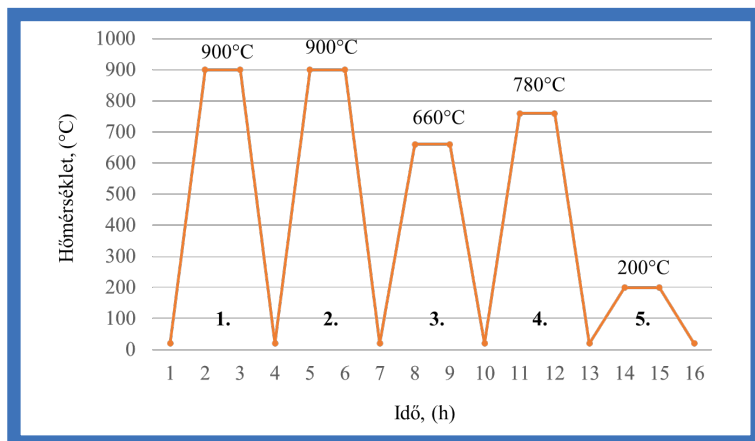


Az indukciós tekercset egy vízhűtő egység követi, a lángedzéshez hasonlóan gépésített konstrukción, mely együttesen a tisztán martenzites felületi kéreg kialakulását eredményezi. Az edzést követően célszerű egy feszültségcsökkentő izzítást alkalmazni 150–200°C-on, hogy a felületi kéreg és a mag között ébredő belső feszültségeket maradó alakváltozássá formáljuk.

Ha a korábban ismertetett feltételek közül a 3. feltétel nem teljesül mert $C < 0,2\%$, akkor a felületen megnöveljük a C-tartalmat, és azután edzünk. Ez a **betétedzés, vagy karbonizálás**. A felületi hőkezelés két részfolyamatból áll, az első a cementálás, mely során az aktív karbonatomokat kb. 900°C-on bediffundáltatjuk az acél felületi zónájába, így a felületi kéreg oly mértékben dúsul, hogy edzhetővé válik és így már az edzést el tudjuk végezni. A cementálást korábban szilárd állapotú faszénnel végezték, napság már a folyékony sóoldadék, vagy a gázcementálás használatos. A cementálást követően a hőkezelt darabot vízben vagy olajban hűtjük, így a karbonban dús kéreg az ausztenites állapotból martenzitessé alakul, így létrejön a kívánt nagy kopásállóságú felületi kéreg. Ez a technológia azonban csak az egyszerűbb geometriájú munkadaraboknál alkalmazható sikeresen, mert a létrejött martenzites szerkezet durvaszemcsés és sok maradék ausztenitet tartalmaz; a szövetszerkezet finomításához közbelső hőkezeléseket alkalmaznak. Így pl. a cementálást követően ismét ausztenitesítik az acélt, majd leedzik, azaz magedzést végeznek, majd közbelső lágyítással a magot nemesítik, így egy szívós mag jön létre, ezt követően a nagy karbontartalmú kérget ismét felhevítik ausztenites állapotra és leedzik.

A folyamat feszültségcsökkentő izzítással végződik (1–23. ábra).

1–23. ábra. Betétedzés ideális folyamat ábrája

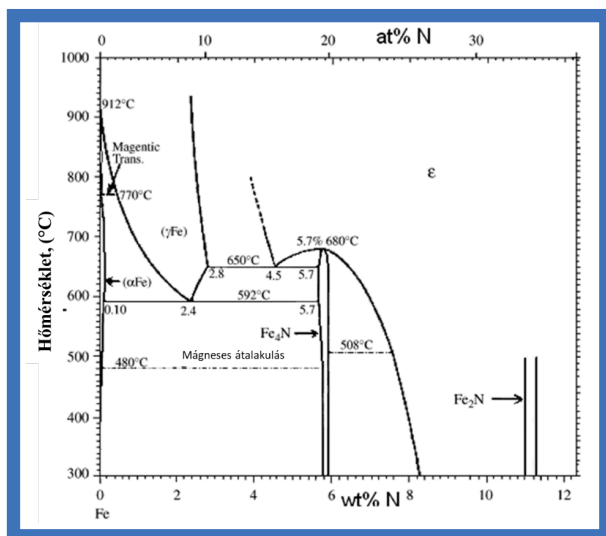


1. cementálás; 2. magedzés; 3. közbenső lágyítás; 4. kéregedzés; 5. feszültségtelenítő izzítás

A kitűzött célt úgy is elérhetjük, hogy a felületbe diffundáltatunk valamilyen elemet pl. N-t, vagy B-t, mely vegyületet képezve növeli a felületi keménységet.

Ilyen felületi termokémiai kezelés lehet a nitridálás, melynek célja, hogy az acél felületi zónájában nitrogénnel dúsított szövetszerkezetet hozunk létre. Ezzel az eljárással az acél felületén további hőkezelés nélkül igen nagy keménységű (1000HVM) és kopásállóságú felületi kérget, nitridált kérget valósítunk meg. A nitridálást 500–580°C-on ammóniagázban végezzük, mely hőmérsékleten az ammónia disszociál ($\text{NH}_3 \rightarrow \text{N} + 3\text{H}$) és aktív nitrogén atomok képződnek. Ezek diffundálnak be az acél felületi rétegébe, ott a vas atomokkal különböző vegyületeket (1–24. ábra) hoznak létre.

1–24. ábra Fe-N fázisdiagram (átvéve: [8])



Az eljárás hőmérsékletén tehát 500–580°C-on, a nitrogén a vasban oldódik, kb. 6 wt%-ban, majd Fe₄N vegyület képződik, melynek keménysége 450–480HV. A vegyületfázis szerkezete tűs, mely az acél munkadarab belseje felé haladva fokozatosan megy át az acél szövetszerkezetébe. Mivel a keménység viszonylag csekély ezért ezt a technikát elsődlegesen kopásállóság, korrózióállóság és kifáradási határ növelése céljából hozzák létre. Ha a keménységet szeretnénk növelni, akkor az acélban olyan ötvözőelemeket kell tartalmaznia, mint pl. az Al, Ti, V, Cr, Mo, melyekkel a nitrogén nitrideket képez és így a keménység jelentős mértékű javítása lehetséges.

Az acél felületi rétegébe általában nem csak egy, hanem kettő vagy több elemet is diffundáltatnak, így pl. a nitrocementálás, vagy karbonitridálás során a nitrogént és a korbont együttesen jutattják be az acél felületi zónájába. Az acél felületének karbonnal és nitrogénnel való egyszerre történő dúsítását cianidálásnak nevezi a szakirodalom. Az eljárást szilárd, folyékony és gáz halmazállapotú közegekben egyaránt el lehet végezni.

Két típusa ismert:

1. Nitrocementálás, azaz magas hőmérsékletű cianidálás.
2. karbonitridálás, azaz kishőmérsékletű cianidálás.

Nitrocementálást a kis karbontartalmú, tehát 0,2% karbontartalom alatti acéloknál alkalmazzák, melyek nem edzhetőek. A felületi hőkezelést 830–860°C-on végezzük, a kémiai elemek az acél felületén megtapadnak, majd bediffundálnak a felületbe. Ezen a hőmérsékleten a karbon diffúziója az intenzívebb, így a kialakuló karbon–nitrogén-réteg karbonban dúsabb lesz, és így a kéreg tulajdonságait is a karbonatomok mennyisége határozza meg. Ennek ismeretében a kémiai elemek bediffundáltatása után edzést kell alkalmazni, hogy a korábban nem edzhető alapanyag karbonban dús felületi kérgében a martenzites réteg ki tudjon alakulni. A kéreg vastagsága az alkalmazott hőmérséklet és idő függvénye.

A karbonitridálásnál ellenben bármilyen acél használható. Itt ugyanis az alkalmazott 520–580°C-os hőmérsékleten a nitrogén diffúziója a domináns, így a képződött karbon–nitrogén-kéreg nitrogénben dúsabb, így utólagos edzésre sincs szükség a kemény felületi réteg eléréséhez. A kezelési idő rövidebb, mint a nitrocementálásnál 0,5–3h és így vékonyabb nitridált réteg is előállítható. A kialakult réteg kb. 5–30µm vastag. A kemény és kopásállórétegek kedvező tulajdonságai azonban az emberi egészségre ártalmas közegekkel valósulnak meg, melyek nagy körültekintéssel, biztonságos helyen való kezelése és veszélyeshulladékként való tárolása elengedhetetlen.

Ellenőrző kérdések

1. Mi lehet a hőkezelés célja?
2. Milyen módszerekkel lehet a tiszta fémek tulajdonságait megváltoztatni?
3. Mi az ötvöztetés szilárdságnövelő mechanizmusa?
4. Hogyan hat a képlékeny alakítás a fémek szilárdságára?
5. Milyen szakaszokból áll egy hőkezelési folyamat?
6. Melyek a főbb paraméterek a hőkezelés során?
7. Melyek a hőkezelés főbb csoportjai?



8. Ismertesse a feszültségcsökkentő hőkezelés lényegét!
9. Ismertesse a lágyítás lényegét!
10. Mi a különbség a lágyítás és az izotermikus lágyítás között?
11. Mi a normalizálás célja, ismertesse a folyamatát!
12. Melyek az acélok keménységet növelő hőkezelő eljárásai?
13. Melyek az edzés fő kritériumai?
14. Ismertesse a nemesítés lényegét!
15. Mi a szferoidit?
16. Milyen felületi hőkezeléseket ismer? Sorolja fel!
17. Melyek a hőkezelések hátrányos kísérő jelenségei?
18. Ismertesse az oxidáció lényegét!
19. Mit értünk dekarbonizáció alatt?
20. Mik az edzhetőség feltételei?
21. Rajzolja fel a lángedzés elvi ábráját!
22. Hogyan végezzük a lángedzést?
23. Milyen szövetszerkezetet hozunk létre felületi edzéssel? Jellemezze!
24. Hogy történik az indukciós edzés?
25. Milyen elvet használunk ki indukciós edzésnél?
26. Melyek az indukciós edzéssel létrehozott kéregvastagság befolyásoló tényezői?
27. Mikor végzünk betétedzést és miért?
28. Hogy végezzük el az acél felületi rétegének karbonnal történő dúsítását?
29. Rajzoljon fel egy ideális betétedzési folyamatábrát és mondja meg miért ideális?
30. Nitridálás során milyen folyamatok játszódnak el?
31. Ismertesse a cianidálási eljárásokat!

1.1.5. Öntöttvasak szerkezete és főbb hőkezelési eljárásai

Az öntöttvasak olyan vas-karbon ötvözetek, melyekben a karbontartalom minimum 2,06%, és ezen túl további ötvözőelemeket is tartalmaz. Ezek az ötvözőelemek két csoportra oszthatók:

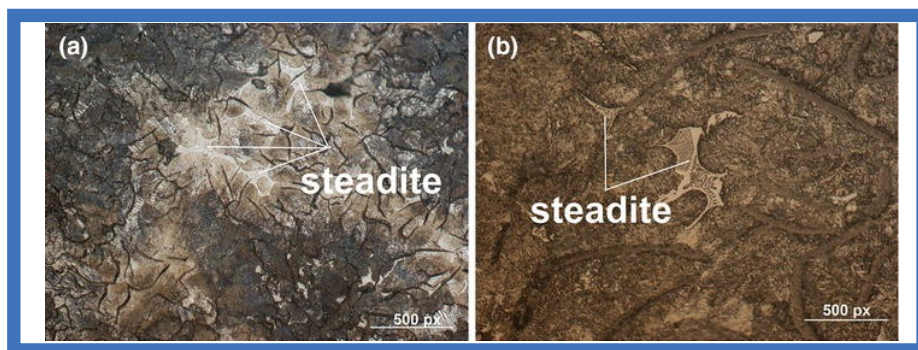
Grafitosító hatású ötvözők a karbon (C) és a szilícium (Si), melyek mennyiségének változtatásával és a lehűlési sebesség csökkentésével lehet a grafitosodást elősegíteni. A C és Si hatásának jellege azonos, mértéke közel azonos, így a C növelése Si csökkenést tesz lehetővé és fordítva. Grafitosodásra való hajlamot a következő összefüggés adja meg:

$$K = (4Si\%) / 3 (1 - 5 / (3C\% + Si\%))$$

ahol a Si% – szilícium tömeg% mennyisége, C% pedig a karbon tömeg% mennyisége. Minél nagyobb a K-érték, annál nagyobb a grafitosodás.



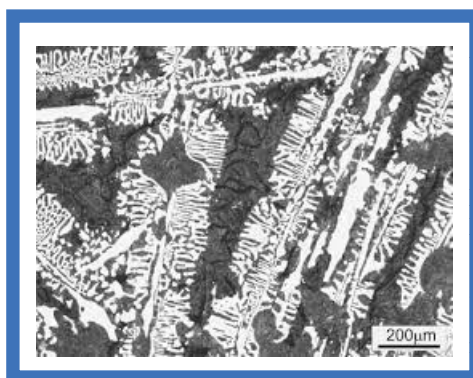
1–25. ábra. Steadit az acélban (átvéve: [9])



Karbidosító hatású ötvözők pedig a mangán (Mn), a foszfor (P), a kén (S). A mangán stabilizálja a karbidot, mennyisége szürkevasakban 0,4–1%. A foszfor 3,5% C öntöttvasban max. 0,3% oldódik, ha több P-t tartalmaz steadit (1–25. ábra) képződik (ausztenit+cementit+vasfoszfid ternér eutektikuma). Ez a szövetelem utoljára dermed meg a kristályosodás során és a dendritközi tereket tölti ki, homorú felületekkel határolt, hálószerűen elhelyezkedő szövetelem. Keménységet és kopásállóságot növeli. Szakító- és hajlítószilárdságot csökkenti. Öntvény higfolyóságát növeli, formakitöltőképességet javítja – 0,4–0,8% P vékonyfalú öntvények esetén. Általában 0,1–1,2%.

A kén erős karbidosító hatású, ha az öntöttvasban oldott állapotban van jelen. Vegyület formájában mangán–vas–szulfid (Mn; Fe; S) karbidosító hatás nem érvényesül, csökkenti a mangán hatását is.

1–26. ábra. Fehérvas

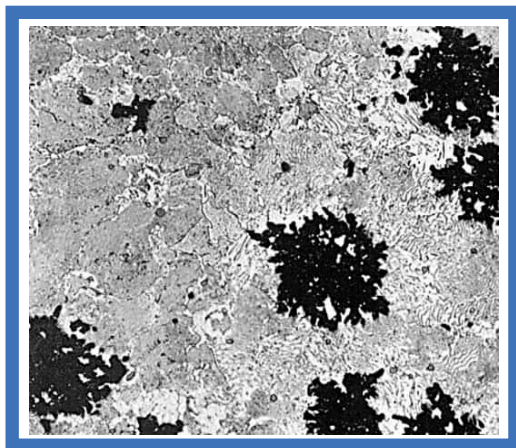


A karbidosan kristályosodó, és karbidos átalakulással létrejövő öntöttvasakat **fehérvasaknak** (1–26. ábra) nevezi a szakirodalom. Az elnevezés onnan származik, hogy a vaskarbid törete világos szürke fehér. Nagy keménységűek, sokkal keményebbek, mint a grafitosan kristályosodó és karbidos átalakulással létrejövő **szürkevasak**. A fehérvasak abrazívak és kopásállóak, valamint kis gyártási költséggel gyárthatók szemben más anyagokkal. Mindezek mellett nagyon ridegek, csak nyomó igénybevételnek szabad kitenni őket, nehéz önteni és megmunkálni. Főbb felhasználási területeik a hengerművek hengerei, vágótárcsák aprítógépekhez és keverőkhöz, abrazív ellenálló komponensek: Ni-Cr, és nagy Cr-tartalmú ötvözetek tipikus felhasználás ásvány örlőmalmoknál. Szövetszerkezete perlités mátrix (ferrit és vas-karbid eutektoidja) vagy cementittől mentes vagy lamellás cementittel. A hozzáadott ötvöző

elemek a fehérvasak tulajdonságait javíthatják, így pl. a króm (Cr) és a nikkell (Ni) javítja a szívósságot és a kopásállóságot. Elegendő mennyiségben ezek az elemek cementit és martenzit szerkezetek kialakulását segítik elő, melyek nagyobb keménységet és szívósságot adnak a fehérvasaknak. A szilícium és karbon koncentrációk alacsonyabbak, mint a szürkevasban, ami biztosítja, hogy nem képződik grafit. A fehérvasakat kokillaöntéssel és homokformába öntéssel formázzák, nem megmunkálhatók. A főbb hőkezelési módszereik az **ausztenitesítés, edzés, lágyítás, feszültségtelenítés és a temperálás**.

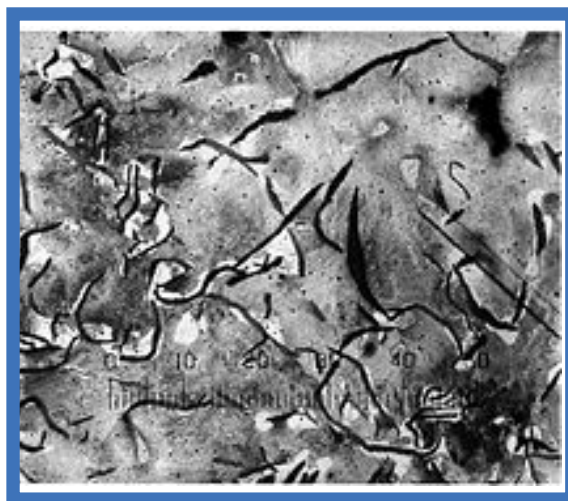
A karbidosan kristályosodó és karbidosan átalakult fehérvasak szövetszerkezetét szobahőmérsékleten ledeburit szekunder cementit és perlit alkotja. A ledeburitnak köszönhetően a fehérvasak kemény és kopásállóak de ridegek, ezt a ridegséget lehet feloldani a hőkezeléssel. Így lágyabb, szívósabb és megmunkálhatóbbá válnak. A **temperálást** az eutektoidos átalakulás kezdő hőmérsékleténél, azaz 723°C-nál nagyobb hőmérsékleten végezzük. Ezen a hőmérséklet-tartományon a vas-karbid elbomlik és ausztenit valamint szén ($\text{Fe}_3\text{C} \rightarrow 3\text{Fe} + \text{C}$) keletkezik. Ha a hőkezelést semleges közegben végezzük akkor a szén az öntvényben marad, és nagyon finom csomókat képez a fémes mátrixban, ezeket nevezzük temperszén-csomóknak. A temperálást pedig **fekete temperálásnak** (1–27. ábra) a grafit szürke színe, fekete törete miatt. Ha hőkezelés oxidáló közegben valósítjuk meg, akkor a fehérvasak felület közeli rétegéből a karbon kidiiffundál és a belsőbb rétegekből a karbon elvándorol a felületi rétegek felé. Ekkor a fehérvasak törete fehér, a temperálást pedig **fehér temperálásnak** nevezzük. A teljes temperálásnál a végső szövetszerkezet akár tisztán ferrites is lehet.

1–27. ábra Fekete temperált fehérvas szövetszerkezete (átvéve: [11])



A grafitosan kristályosodó és karbidosan átalakuló, vagy grafitosan kristályosodó és grafitosan átalakuló **szürke öntöttvasak** (1–28. ábra) törete a grafit jelenléte miatt szürke.

1–28. ábra Szürkevas szövetszerkezete (átvéve: [12])



A grafitos átalakulás csak akkor lehetséges, ha a szilícium és a karbon mennyisége kellően nagy ahhoz, hogy a karbid képződését blokkolja. Lassú hűtésnél keletkezik, ekkor a szén grafitként kristályosodik. A grafit kiválást segítő ötvözők: szilícium, nikkel, réz, foszfor, alumínium, kobalt. A szürkevasak jól önthető, kis zsugorodásúak, jó rezgéscsillapítók, jól forgácsolhatók, megfelelően korrózióállóak. A nyomószilárdsága kb. a szakítószilárdság háromszorosa. Hátránya a csekély szakítószilárdság és nyújthatóság, nagy ridegség. Alkalmazása: hajtóműház, motorblokk. Szövetszerkezete perlitből és grafitból vagy perlitből grafitból és ferritből áll. A ferrit jelenléte csökkenti a szilárdsági jellemzőket és a kopásállóságot, az ideális szövetszerkezet a perlit + grafit.

Hőkezelési módszereik, pl. a **feszültségcsökkentő izzítás**, mely során az öntési feszültség leépítése a fő cél. Éppen ezért a minél magasabb hőmérsékleten végzett hőkezelés lenne kívánatos, de a hőmérséklet növelésével csökken a szürkevasak szilárdsága, így a hőkezelés felső határa 550°C. A feszültségcsökkentő izzítást kb. 300–550°C között végezzük. A lágyítás célja a kifehéredett (ledeburitos) kérgű szürkevasak megmunkálhatóságának biztosítása, ugyanis a hőkezelés hatására a cementit ausztenitre és grafitra bomlik. További hőkezelések a normalizálás, az edzés és a nemesítés, melyekről már korábbi fejezetekben tanultunk.

Ellenőrző kérdések

1. Definiálja az öntöttvasat!
2. Melyek a grafitosító hatású ötvöző elemek az öntöttvasakban?
3. Ismertesse a grafitosító hatású ötvöző elemek jelentőségét!
4. Melyek a karbidosító hatású ötvöző elemek az öntöttvasakban?
5. Mit nevezünk fehérvasaknak?
6. Mikor mondjuk egy öntöttvasra, hogy szürkevas?
7. Mik a főbb hőkezelő eljárások a fehérvasaknál?

8. Ismertesse a fekete temperálás lényegét!
9. Jellemezze a fehér temperált öntöttvasat!
10. Melyek a főbb hőkezelő eljárások a szürkevasaknál?

1.2. MINTAELŐKÉSZÍTÉS FOLYAMATAI ÉS GÉPEI

A fémek és fémtövezetek szövetszerkezetének vizsgálatához elengedhetetlen a vizsgálati felület előkészítése, mely sok esetben hosszú és többlépcsős műveletsor. A mintadarab kimunkálásától kezdve, mely vágási feladatokat jelöl, egészen a maratási technikákig, melyekkel a szövetszerkezet egyes fázisait tudjuk láthatóvá tenni.

A mintaelőkészítés első lépése a próbatest, azaz a csiszolat kimunkálása a vizsgálati mintából.

1.2.1. Vágási eljárások és vágóberendezések

A **vágás** olyan anyagszétválasztó eljárás, melyek során meghatározott geometriájú, és méretpontosságú félkész- és késztermékek állíthatók elő. A vágási eljárásokat a hőhatás szempontjából két csoportra oszthatjuk:

- ◆ Hőhatással nem járó vágási eljárások.
- ◆ Hőhatással járó vágási eljárások, azaz termikus vágások.

A hőhatással nem járó vágási eljárások az alábbi csoportokba sorolhatók:

- ◆ Alakítóvágás: képlékeny alakváltozás, ill. repedésterjedés (nyírás, vágás, lyukasztás).
- ◆ Forgácsoló vágás: anyagrészecskék mechanikus leválasztása (fűrészelés, gyorsdarabolás, leszúrási esztergályozással).

A termikus vágási eljárásokat három fő csoportra bonthatjuk:

- ◆ **Égető vágások:** A vágási résben az anyag szinte teljes vastagságában elég, és a keletkező égéstermékeket a nagysebességű oxigénsugár kifújja a vágási résből. Pl. lángvágás.
- ◆ **Ömlesztő vágások:** A vágási résben az anyag teljes vastagságában megolvad, és az ömledéket nagy hőmérsékletű és sebességű gázsugár fújja ki a vágási résből. Pl. plazmavágás.
- ◆ **Gőzölögtető vágások:** A vágási résben az anyag elgőzölög, és a keletkező fémgőz gázsugár fújja ki a vágási résből. Pl. lézervágás.



Lángvágás

A lángvágás elve, hogy a helyileg gyulladási hőmérsékletre hevített fémet az oxigénsugár elégeti, és az égéstermék a vágási résből kifújja. A lángvágás folyamata a következő:

1. Hevítés égető gáz-oxigén lánggal a fém gyulladási hőmérsékletére, pl. acetilén-oxigén, propán-bután--hidrogén-földgáz keverék.
2. A felhevített fém elégetése oxigén sugárral.
3. A keletkezett égéstermék kifúvatása oxigén sugárral a létrejött vágási résen keresztül.

A láng csak a felületet hevíti, a mélyebben fekvő részeket pedig a fém égéshője, kismértékben a salak hője, és a hevítőláng melegíti. A lángvágás feltételei:

- ◆ a fém oxigénben elégethető legyen,
- ◆ a fém gyulladási hőmérséklete az olvadáspontja alatt legyen,
- ◆ a fém oxidjának az olvadáspontja kisebb legyen, mint a fém olvadáspontja ,
- ◆ az égéstermék higfolyósak és könnyen eltávolíthatóak legyenek,
- ◆ a fém égéshője nagy, a hővezetőképessége csekély legyen.

Ennek értelmében lángvágással nem sok fém vágható, így. pl a vas korlátozottan (0,25% karbon tartalomig kitűnően vágható e felett edződésre hajlamos), vanádium és a tallium igen. De sem az alumínium, sem a magnézium és a titán sem.

Plazmavágás

A korrózióacélok, az öntöttvasak, az alumínium, a réz és ötvözeteik égető vágással nem élezhetők le és nem is darabolhatók, mert a vágás során exotherm-reakció játszódik le, ami hőfejlődéssel jár. A plazmavágás során ilyen exotherm-reakció nem játszódik le, így ezek a fémek is vághatóvá válnak. A plazmavágás során az erősen fókuszált plazma a fémet megolvasztja és a gázok kinetikai energiája megolvasztott fémolvadékot eltávolítja a vágási résből. A leggyakrabban használt gázkeverék plazmavágásnál az argon+hidrogén. Minél nagyobb a hidrogén százalékos mennyisége annál gyorsabb a vágási sebesség és annál szebb lesz a vágott felület. A hidrogén százalékos mennyiségének növelése azonban az ív kialakulásának veszélyét hordozza és az ívgújtás is nehezkessé válhat. Így az ideális hidrogén mennyiség 20–40% között van. A hidrogén ezentúl az acélba diffundálhat és pelyhesedést okozhat, ezt kiküszöbölni a hidrogén lecserélésével lehet és így argon+nitrogént használnak, de ennek a vágási hatásfoka kisebb, mint a hidrogénnel. Az alumínium és réz ötvözeteit, valamint az ötvözetlen és erősen ötvözött acélokat a hidrogén-nitrogén keverékével vágják el.



Lézervágás

A fókuszált lézersugárral olyan nagy teljesítménysűrűség érhető el, hogy a fémek és fémötvözetek elolvadnak és elgőzölögnek. A vágáshoz folytonos lézert vagy olyan ismétlési frekvenciájú impulzuslézert használnak, melyek lyukak sorozatos átlapolásával a folyamatos vágás biztosítható. A lézervágásra jellemző, hogy a munkadarab vágása mechanikus érintés nélkül történik, továbbá a vágandó anyag mechanikai tulajdonságai nem befolyásolják a vágást. A vágórés 0,2 mm körüli, sorjamentes, a hőhatás-övezet kicsi. A vágott felület minősége jó, utólagos megmunkálást nem igényel. Bonyolultabb geometriájú vágási vonalak is kivitelezhetők, éles bemetszések és vékony anyaghidak stb.

Próbatestek kimunkálása

A próbatestek kivágásánál kulcsfontosságú, hogy a mintát jelentősebb hőhatás ne érje, mert akkor még vizsgálat előtt szerkezetváltozás következhet be, így a vizsgálati eredmények nem a valós szövet-szerkezetet mutatják. Éppen ezért a megmunkálás során, így a vágási technikáknál is az alkalmazott hűtő- és kenőfolyadékokkal szemben általános elvárásokat fogalmaznak meg:

- ◆ jó hővezető képesség,
- ◆ a megfelelő kenés biztosítása,
- ◆ a munkadarab és a szerszám védelme a korrózióval szemben,
- ◆ habzásmentesség
- ◆ stabilitás a tárolás és felhasználás során.

Ezek a paraméterek rendkívül fontosak a megmunkálási folyamat szempontjából, így a **hűtő-kenő folyadékok** kiválasztásakor körültekintően kell eljárni.

A **100%-ban ásványi olajat** tartalmazó, drágább folyadékok kiválóan alkalmazhatók alacsony sebességű vágásoknál, ahol számít a felületi minőség. Célszerű az ilyen folyadékok alkalmazása előtt meggyőződni arról, hogy a legjobb kenés biztosított vagy sem, továbbá jó-e az oxidációval szembeni védelem stb.

Az **olaj-víz emulziók** készítésekor vízzel elegyedő olajokat keverünk 85–95%-os vízmennyiséggel. Eredményként általános célú, a tiszta olajoknál sokoldalúbb folyadékot kapunk. Ezek a folyadékok általánosságban a lassabb, kisebb igénybevételű vágásokhoz alkalmazhatók. Azonban az emulziók esetében adalékokkal elérhetők a tiszta olajok által nyújtott előnyök. Az olajhoz adott víz növeli az oxidáció valószínűségét és a baktériumok elszaporodásának esélyét. Megfelelő karbantartás és tárolás nélkül csapadékképződés mehet végbe, ami károsítja a munkadarabot és csökkenti a felületi minőséget, mind ezek mellett a víz keménységét is figyelembe kell venni.

A természetes alapú folyadékok mellett a **szintetikus folyadékok** által nyújtott lehetőségeket is meg kell vizsgálni, mivel a homogén molekulaszervezetű szintetikus folyadékok kitűnő hűtési tulajdonságúak. Emellett kiváló kenési tulajdonságokat is biztosítanak, így a magas hőtermeléssel járó és nagy sebességű alkalmazásokhoz is felhasználhatók, ahol már az olajalapú folyadékok nem megfelelőek.



Számos előnyük mellett azért vannak hátrányaik is. Pl. a páráképződés jelentős egészségügyi kockázatot jelent a dolgozók számára, továbbá a kitűnő hűtési tulajdonságok csak a kenési képességek romlásával együtt tarthatók fenn. Nem megfelelő kezelés nélkül a folyadék könnyen szennyeződhet, és a felületi minőség romlik. Ezt az igényes tárolással lehet elkerülni.

A fenti hátrányok kiküszöbölésére alkalmaznak félszintetikus folyadékokat is, melyek elkészítésekor a szintetikus hűtő- vagy kenőfolyadékhoz 2–30% olajat kevernek. Így számos előnyös tulajdonság érhető el. Pl. széles körben alkalmazható alacsony és magas megmunkálási sebesség mellett is, csökken a páráképződés mértéke, a hűtési és kenési tulajdonságok egyensúlyban vannak, és a hosszú szerszám élettartamot is biztosítani lehet. A félszintetikus folyadékok is egyfajta általános célú megoldásként használhatók. De, mint a szintetikus folyadékoknak, a félszintetikus folyadékoknak is vannak nem kívánatos tulajdonságaik. A kemény víz okozhat problémákat a megmunkálás során, valamint könnyen szennyeződnek más folyadékokkal.

Vágóberendezések

A minták kimunkálása nagyobb méretű darabokból, legtöbbször **szalagfűrészszel** történik. Ennek segítségével a minta mérete kb. 20x20x20 mm, így már metallográfiai minta előkészítésre alkalmassá válik.

A szalagfűrészgépeknél a végtelenített fűrészpengét két tárcsa feszíti ki (1–29. ábra). A fűrészlap egyenes szakaszán felszerelt asztalon mozgatják a munkadarabot. A fűrészpenge haladó mozgás közben a munkadarabot az asztalra szorítja. Részei: állványszerkezet, asztal, szalagvezető tárcsák, feszítő és billentő berendezés (szalagé) fűrészpenge vezető és támasztó berendezés, védőberendezés, hajtómű.

1–29. ábra Szalagfűrészgép (átvéve: [13])



A kézbe vehető méretű munkadarabokból történő minta kimunkálása nem igényel fűrészgépet, sok esetben egy asztali vágógép is megfelel a kívánt minta kivágására.

A vágógépeket (1–30. ábra) vékony metszetek készítésére tervezték, az alábbi alapelvekkel összhangban: (1) sík és párhuzamos vágás kis felületi érdességgel ($R_a < 1 \mu\text{m}$); (2) nagyon kíméletes, sza-

bályozott vágás a minta érzékelhető deformációja nélkül; (3) minimális anyagvesztés az alkalmazott vékony vágótárcsákkal; (4) jelentős melegedés nélküli vágás, még száraz vágás esetén is.

1–30. ábra. Kézi vágógép (átvéve: [14])



Ellenőrző kérdések

1. Definiálja a vágást!
2. Csoportosítsa a vágási eljárásokat!
3. Ismertesse a hőhatással nem járó vágási eljárásokat!
4. Definiálja az égető, az ömlesztő és gőzölögtető vágásokat!
5. Ismertesse a lángvágás lényegét!
6. Ismertesse a plazmavágás folyamatát!
7. Hasonlítsa össze a láng-, plazma és lézervágási eljárásokat!
8. Milyen hűtőközegeket használnak a korongos vágógépeknél?
9. Jellemezze a vágásnál alkalmazható hűtő-kenő folyadékokat!

1.2.2. Beágyazási technikák

A különböző vágási technikákkal kimunkált, kisméretű darabok esetén, mely általában a 10x10x10 mm méretűnél kisebb darabokat jelent, azok gyantába történő beágyazását végezzük. Ennek két alap-típusa ismert a hideg, azaz szobahőmérsékleten végezett gyantába történő beágyazás, és a meleg, azaz növelt hőmérsékleten végzett változata.

A **hideg beágyazás** során legtöbbször kétkomponensű térhálós polimert használunk, az egyik talán legkönnyebben beszerezhető, és legolcsóbb gyanta az akrilgyanta, mely kereskedelmi forgalomban kapható és áll egy por, valamint egy folyadék komponensből. Ezek pépállagú általában 2:1 arányú keverékét (gyantapor: gyanta folyadék) öntjük rá a beágyazó mintatartóba helyezett kisméretű vizsgálati mintára (1–31. ábra).



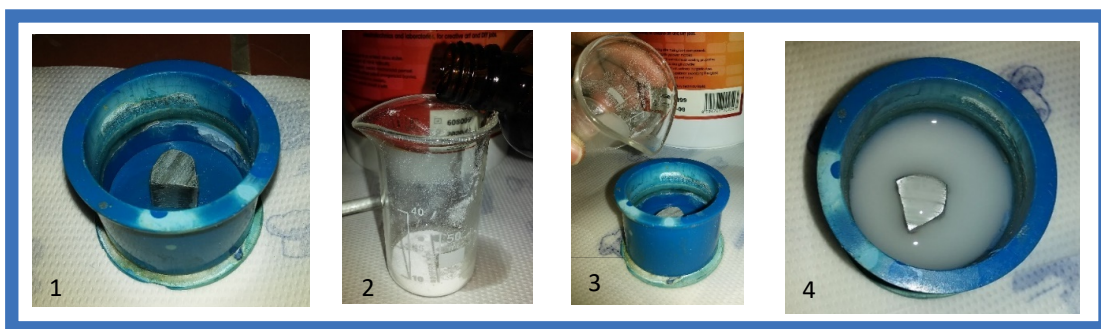
A kötési idő/térhálósodási idő kb. 1–2 óra, de ha minél jobb kötésre törekszünk, akkor 24 órát is hagyhatjuk térhálósodni (Ez természetesen a vizsgálatok sűrűségének a függvénye, illetve az esetleges határidőké).

1–31. ábra. Kétkomponensű hideg beágyazó gyanta (folyadék+por)



A hideg beágyazási technikákat elsősorban olyan fémek és fémötvözetek esetén célszerű alkalmazni, amikor nem szabad, hogy bármiféle hőhatás érje a vizsgálati mintát, mely hőhatás a vizsgálat megkezdése előtt szövetszerkezeti változást idézne elő.

Beágyazási művelet sor:



1. behelyezzük a mintát a beágyazó tégelybe;
2. elkészítjük a beágyazó gyantát, port a folyadékkal összekeverjük és pépes állagú folyadékot kapunk;
3. ezt a pépet a tégelyben lévő minta köré öntjük, ha elektropolírozni is szeretnénk akkor a fémes mintára nem öntünk gyantát;
4. hagyjuk térhálósodni, megkötni a kétkomponensű gyantát.

Melegbeágyazásnál, azaz a növelt hőmérsékleten végzett beágyazási technika során a kis méretű darabokat egy hőre lágyuló és térhálósodó granulátum használatával hozzuk akkora méretűre, hogy a mintaelőkészítési folyamat eredményesen lefolytatható legyen. A melegbeágyazás folyamata során kb. 150–180°C-ra hevül fel a minta és ezen a hőmérsékleten nem történhet a vizsgálati fém-fémötvö-

zetben semmilyen szövetszerkezeti változás. Ha ez biztosítható, akkor a melegbeágyazás (1–32. ábra) elvégezhető. Ekkor a mintát a melegbeágyazó gép tálcájára helyezzük, leengedjük a mintát a hengeres prés aljára, majd a melegbeágyazó polimer granulátumot köré szórunk, végül a beágyazó gépet lezárjuk. A beágyazási paramétereket, mint a fűtési hőmérséklet, fűtési idő, hűtési idő, és alkalmazott nyomás a beágyazási ciklus indítása előtt meg kell adni. Ha csak egyfajta melegbeágyazó polimert használunk a minták beágyazásához, akkor elegendő egyszer beállítani és ezt követően a gép megjegyjezi. Az alkalmazott beágyazó granulátumhoz a forgalmazó cégek beágyazási paraméter javaslatokat is megadnak a honlapjukon, ezeket célszerű az első alkalmazás előtt áttekinteni és szükség esetén letesztelni. Ami még nagyon fontos lehet a melegbeágyazás során a gyanta és a minta térfogatának aránya, ugyanis, ha kevesebb, mint a kívánt érték, a gép nem tudja megfelelőképpen összepréselni és így a térhálósodási folyamat is részleges lesz, ami a beágyazó gyanta könnyű leválását eredményezi a mintáról.

1–32. ábra. Melegbeágyazó gép – melegbeágyazó polimer granulátum



A melegbeágyazási technikákhoz egy speciális fém+gyanta-keveréket is alkalmaznak, ezt vezető gyantának nevezik. A gyantához „vezető” részecskéket régebben réz, manapság leggyakrabban vas szemcséket adagolnak, melyek, ha megfelelő arányban vannak összekeverve a gyantával egy összefüggő hálózatot képesek alkotni a beágyazott minta körül (1–33. ábra). Így pl. az intenzív elektronnyalábbal pásztázott minta felületéről könnyen elvezetik a hőt, vagyis megakadályozzák, hogy a gyanta felmelegedjen és benne helyi megolvadások jöjjenek létre, melyek a pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálatok során készített felvételek minőségét jelentős mértékben rontják.

1–33. ábra



Ezt hívják a szaknyelvekben úgy, hogy „mászik a minta”. A vizsgálat során a monitoron csak azt lehet látni, hogy a kép folyamatosan mozog, ahogy az elektronnyaláb végigpásztázza a mintát, néha még lépcsőzetes alakzat is látszik a kép szélén, mely ezt a mászást prezentálja.

Azonban arra mindenképpen figyelni kell, hogy csak olyan anyagot ágyazzanak be, melyeknek a már többször említett 150–180°C-os kb. 4–5 perces hőntartás nem okoz szövetszerkezeti változásokat. Ilyen anyagok pl. az acélok, vagy öntöttvasak, a szilárdoldatos alumínium-ötvözetek, melyekben kiválási folyamatok nem játszódnak le ebben a hőmérséklet-tartományban.

További kritérium, a tökéletes és karcmentes felületű minta elérése során, hogy a vezető gyantába ágyazott mintának nagyobb legyen a keménysége, mint a vezetőrésezcskének. Ugyanis a puhább minták esetén pl. alumínium, a csiszolás és polírozás során a vezető részecskék kifordulhatnak a gyantából, és mély karcokat hozhatnak létre a vizsgálati minta felületén, melyet csak nagyon nehezen, vagy sok esetben nem is lehet eltávolítani a minta felületéről. Ezért mindig a szövetszerkezet-vizsgáló technikának leginkább megfelelő, és felületi minőséget sem rontó beágyazási technikát kell alkalmazni.

Ellenőrző kérdések

1. Miért van szükség a beágyazási technikákra?
2. Ismertesse a hidegbeágyazási technika folyamatát és az alkalmazható anyagokat!
3. Mi a melegbeágyazás lényege?
4. Hasonlítsa össze a hideg és meleg beágyazási technika alkalmazási területeit!
5. Miért tesznek fém részecskéket a melegbeágyazó gyantába és hol használnak ilyen keveréket?

1.2.3. Csiszolás

A beágyazást követően elkezdhetjük a tényleges mintaelőkészítési műveletet, melynek első lépése a csiszolás. Csiszolás során a kiindulási minta sok esetben vágott vagy köszörült felület, illetve, ha beágyazott mintát készítenek elő akkor gyantával körbefolyt felület. Ebben az esetben a csiszolási műveletsort azzal kell kezdeni, hogy a vágási nyomokat, illetve a gyantát eltávolítjuk a felületről.

A csiszolási műveleteket az alkalmazott csiszolópapír minősége szerint két csoportba sorolhatjuk, így beszélhetünk durva csiszolásról és finom csiszolásról. Durva csiszolás során alkalmazott csiszoló papír P80, P120, P240, P320, amely azt jelenti, hogy 1 mm² területen rendre 80, 120, 240, 320 darab szilíciumkarbid szemcsét ragasztanak fel. A finom csiszolás értelemszerűen az ettől több részecske/négyzetmillimétert tartalmazó papírok használatát jelenti, vagyis P400, P600, P800, P1000, P1200, P2400, P2500, P4000.

A mintaelőkészítés során is meg kell határozni egy optimális mintaelőkészítési időhatárt, vagyis nem célszerű a fent bemutatott összes papírt alkalmazni egy-egy minta előkészítése során.

Ha áttekintjük az anyagcsaládokat, tehát a vas-acél, réz és alumínium anyagokat, akkor elmondható, hogy a legkevesebb időt az acélminták előkészítése igényli, melyekhez a kiinduló felületi minőséghez képest, P120/P240, P400, P600 papírokat alkalmaznak leginkább, és ezt követően már a polírozási műveletek következnek. Ettől hosszabb időt igényelhet egy rézminta előkészítése, melynél már finomabb,



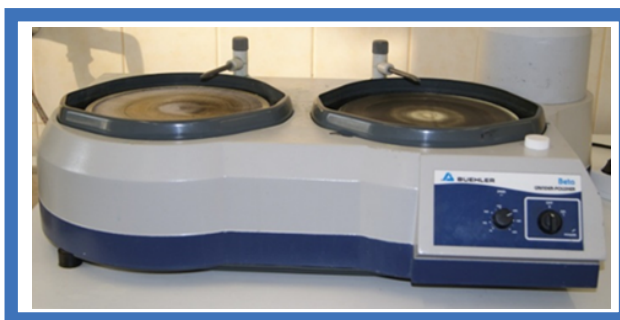
tehát P240, P400, P600 és P800/P1000 papírt is alkalmazhatnak a minta jellegétől függően (öntött vagy alakított állapotú).

A leghosszabb, és talán a legnehezebben előkészíthető anyagok a tiszta alumínium és alumínium-ötvözetek. Ezek tulajdonképpen mintafüggők, tehát egyes esetekben elegendő a P240, P400, P600 papír használata, de vannak olyan ötvözetek, melyekhez P800, illetve P1000 papírt is igényelnek, hogy a csiszolt felület esetén kellő finomságú karcokat érjenek el, így megkönnyítve, esetleg lecsökkentve a polírozási műveletek számát.

Az eddigiekben a csiszolópapírok és az egyes anyagcsaládok közti kapcsolatot említettük, de még magáról a csiszolás menetéről és kivitelezéséről nem esett szó.

A csiszolás kezdetekor a mintát a csiszolópapírra merőlegesen helyezzük a csiszolópapírra és lehetőleg egyenletes nyomással odanyomjuk, hogy a mintát sugárirányban kifelé mozgatva tudjuk előkészíteni. Amikor a minta felületén már egy irányba mutató karcok jelennek meg, és a fény felé fordítva nem látunk egynél több síkot, akkor az adott papíron befejezettnek tekinthető a csiszolás és rátérhetünk a következő finomságú csiszolópapír használatára. Az alkalmazott papírok közötti váltások során minden esetben vizes öblítést kell alkalmazni, mert a felragasztott szilíciumkarbid szemcsék csiszolás során kipereghetnek a papírból és egy finomabb papírra való áttérés során felkarcolhatják a minta felületét így tönkre tehetik az addigi mintaelőkészítést. Tehát a vizes öblítés elengedhetetlen része a többlépcsős csiszolási műveletnek. Az egyes lépcsők természetesen az egyes papírok alkalmazását jelentik. Az egyes papírváltások esetén nem csak a vizes öblítés a fontos, hanem a vizsgálati minta 90°-os forgatása is, hiszen, ha belegondolunk abba, hogy nem forgatjuk a mintát, akkor egyre mélyebb és sűrűbb karcok keletkeznek a minta felületén, míg azonos irányú 90°-os forgatással, a karcok mélységei csökkenthetők és egyre finomabb karcokkal rendelkező felületet kapunk, melyet már polírozással könnyen el tudunk távolítani.

1–34. ábra. Kézi egytárcsás és kéttárcsás csiszoló valamint csiszoló-polírozó gépek



A csiszolási technikákat az alkalmazott berendezések alapján is csoportosíthatjuk, így kézi (1–34. ábra) és gépi (1–35. ábra) csiszolásról beszélhetünk. Már a nevében is benne van, hogy az első esetben az emberi kézfej és az ujjak szolgálnak a mintatartó/rögzítő egységként, míg a második esetben erre kialakított mintatartó fej szolgál. A kézi csiszolás hátránya, hogy a mintát síkban tartani hosszú évek ru-

tinja során lehet – ellenkező esetben 2–3–4 sík is kialakítható –, míg a gépi csiszolás esetén ilyen rutinra nincs szükség. Ugyanis csak be kell helyezni a mintákat a mintatartóba, és rá kell engedni a leszorító tappancsokat, hogy a minta 90°-os szöget zárjon be a csiszolópapír síkjával. A kézi csiszolás esetén még a minta merőlegesen tartása mellett a sugár irányban történő mozgatás is fontos, hogy a csiszolás még hatékonyabb legyen. Ezek mellett, figyelembe kell venni azt a tényt is, hogy csiszolás során a minta és a csiszolópapír között igen jelentős súrlódás lép fel, mely jelentős hőbevitelt okoz a mintában, ennek megakadályozása érdekében hűtőfolyadékot, azaz vizet használunk, vagyis folyó vízben csiszolunk, ezzel folyamatosan hűtve a minta felületét.

1–35. ábra. Gépi csiszolás leszorító tappancsokkal



Ellenőrző kérdések

1. Mikor beszélünk durvacsiszolásról?
2. Mit értünk finomcsiszolás alatt?
3. Mit jelent a P+ szám a csiszoló papírokon?
4. Miért fontos a vizes öblítés a papírváltások között?
5. Mi az előnye az automata csiszológépnek a kézzel szemben?

1.2.4. Polírozás

Polírozással a már megcsiszolt felületről távolítjuk el a finom karcokat, hogy a szövethépek készítésénél a minta szövetszerkezetét lássuk, ne pedig a párhuzamos karcokat. A polírozáshoz polírozó kendőket használunk, melyek felületét gyémánt szuszpenzióval locsoljuk meg vagy gyémánt pasztával kenjük be, annak érdekében, hogy a polírozás során a finom karcokat legyen, ami finoman „lekoptatja”. Természetesen a polírozás során is fellép súrlódás a minta felülete és a polírozó kendő között, ezért kenő

folyadékot alkalmazunk, hogy a minta felülete ne tudjon felmelegedni és ezzel előre nem látható szövet szerkezeti változásokat okozzon. A polírozás úgy is felfogható, mint a nagyon finom csiszolás, hiszen a 9 és 6 mikronos gyémánt szuszpenzióval folytatott polírozás P1200, P2400 csiszolásnak feleltethető meg. Tehát ahogy már korábban is említettük, az optimális mintaelőkészítési műveletsor megalkotása során választhatunk hosszabb csiszolást, egészen P1200, P2400 papírig, vagy P800-P1000 után 9, 6 mikronos polírozást. A gyakorlatban a speciális előkészítést nem igénylő fémek és fémötvözetek esetén, a 3 és 1 mikronos polírozást alkalmazzák az előbb említett P800-P1000 papír után. Ez akkor tehető meg, ha pl. szénacélokat vagy ötvözetlen acélokat készítünk elő, ugyanis ebben az esetben a P600 papír után a minta „igénytelensége” miatt elegendő a 3 és 1 mikronos polírozás. Természetesen az acéloknál is vannak kivételek, pl. a TRIP- vagy TWIP-acélokat, ahol P800–P1000 csiszolás után 9, 6, 3 és 1 mikronos polírozást alkalmaznak. De ez minden esetben a vizsgálatechnika által megkövetelt felületi minőségi igényeinek van alárendelve. Egy optikai szövetszerkezet-felvételéhez, és elemzéshez elegendő lehet a 3 mikronos posztóval létrehozott felület, míg egy visszaszórt elektrondiffrakciós (EBSD) detektorral végzett szemcseorientációs vizsgálat és elemzéshez a koloid szuszpenziós polírozás is kevés.

1–36. ábra. Automata polírozó gép – kenőfolyadék adagolóval



Visszakanyarodva a polírozás mikéntjéhez, a csiszolásnál említett csoportosítások itt is megtehetőek. Vagyis beszélhetünk kézi illetve gépi polírozásról (1–36. ábra). A kézi polírozás esetén a kézi csiszoláshoz hasonlóan a polírozó kendőre merőlegesen kell tartani a mintát, de a csiszolással ellentétben nem sugárirányú mozgatást, hanem a polírozó kendő mozgási irányával ellentétes körkörös mozgást kell végezni, amíg a minta teljes felülete tükörfényes lesz. Felmerül a kérdés, honnan tudjuk, hogy már megfelelő a polírozási felületi minőség. A legegyszerűbb megállapítási mód, ha ránézzünk a minta előkészített felületére és kristálytisztán látjuk magunkat benne. Ha ezt elértük, akkor makroszkópiusan jó a felületi minőség. Ha ettől precízebb minősítést szeretnénk tenni, az optikai mikroszkóp alá helyezve a mintát különböző nagyításokban nézzük meg a felületet, hogy vannak-e még karcok vagy nincsenek.

A polírozásnak is vannak finomsági szintjei, vagyis a normál polírozás az egymikronos szuszpenzió/gyémánt paszta használatával fejeződik be. De egy mikron alatti szemcséket tartalmazó oldatokat, úgynevezett kolloid oldatokat is alkalmazhatunk, hogy a szabadszemmel nem látható igen vékony karokat is eltüntessük a felületről. Ezek többnyire alumínium-oxid vagy szilícium-dioxid (szilika) részecskéket tartalmaznak akár 0,05–0,1 mikrométeres szemcsemérettel. Azonban a kolloid szilika alkalmazása esetén vigyázni kell, hogy a polírozási idő csak a szükséges idő legyen – ez kb. 1 perc – valamint 10 másodpercenként desztillált vízzel kell locsolni a polírozó kendő felületét, hogy a szilikarészecskék ne kristályosodjanak ki a polírozó kendő felületén és ezáltal ne tudják összekarcolni a már előkészített felületet. Ugyanakkor ezek a polírozások az oldat kémhatása miatt már kismértékű maratásnak is megfelelnek, tehát ezt követően akár már a szövetelemeket is láthatjuk az optikai mikroszkóp alatt.

Ellenőrző kérdések

1. Miért van szükség a polírozásra?
2. Hogyan végezzük el a polírozást?
3. Milyen eszközöket és anyagokat alkalmazunk polírozáskor?
4. Mikor használunk kézi és mikor gépi polírozást?
5. Milyen felületi minőség elérése a cél EBSD mintaelőkészítésnél?

1.2.5. Maratás

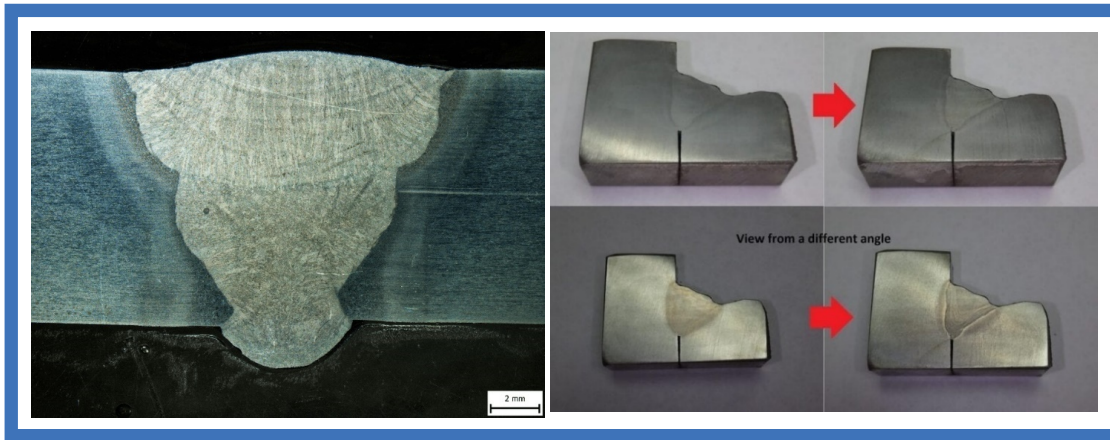
A csiszolt és polírozott fém, illetve fémötvözet-mintán maratással tudjuk előhívni a szövetszerkezetet. Ez egyben a metallográfiai mintaelőkészítés utolsó lépése. Különböző maratási technikák ismertek. A teljesség igénye nélkül a továbbiakban a hagyományos korróziós maratásról, azon belül a makro illetve mikro maratásról, és a színes maratásról lesz szó. Már itt a részfejezet elején meg kell jegyezni, hogy az alkalmazott marószerek készítéséhez használt savak és lúgok veszélyes anyagoknak és használat után veszélyes hulladékoknak minősülnek így tárolásuk és elszállításuk különös figyelmet igényel.

Korróziós maratás

A korróziós maratás során a különböző fémek savakkal és lúgokkal szembeni viselkedését használják ki. Az elektrokémiai standard potenciálértékek függvényében kiválasztható, hogy melyik fém milyen savban oldódik, illetve az amfoter jellegű fémek lúgokban is képesek oldódni. Ezek alapján kiválasztott savaknak a híg oldataiba belemártott polírozott felület reakcióképesebb anyagi részei, mint pl. a szemcsehatár, vagy korrózióra hajlamosabb fázisok fognak először oldódni, így a fém, illetve fémötvözet szövetszerkezete láthatóvá válik akár szabad szemmel vagy optikai mikroszkóp alatt.



1–37. ábra. Makromaratott hegesztési kötés (átvéve: [15])



Makromaratás során olyan tömény savakat, illetve savkeverékeket használnak, melyek jelentősen kimarják a vizsgálati minta felületét, főként a szemcsehatárokat, így egy öntött vagy durvaszemcsés szerkezet esetén már kis nagyításban akár sztereomikroszkóp alatt (maximális nagyítás 50x) láthatóvá válik a szövetszerkezet. De ezt a technikát alkalmazzák hegesztési varratok esetén is (1–37. ábra), amikor a heglencse alakjára, vagy a beolvadási mélységre kíváncsiak.

Ezt az eljárást tehát a fémek és ötvözetek heterogenitásának vizsgálatára használják. Így pl.

- ◆ Megszilárdulási vagy mechanikai folyamatból származó különböző szerkezeti hibák (differenciálódás szemcseméretben, az alakváltozási folyamat nyomaiban, oszlopos vagy dendrites szerkezetekben stb.),
- ◆ A heterogenitások a karburizációs vagy dekarbonizációs folyamatok, szegregáció és karbid-ferrit sáv kialakulása,
- ◆ Fizikai hibák (porozitások, repedések stb.) észlelhetők a makromaratási eljárás során.
- ◆ Ezen túlmenően a hegesztési, hőkezelési és oltási hatások megfigyelése (mélysége érintett terület, repedések jelenléte), a minta mikroszerkezetén is hasznosítható makromaratási folyamat.

1–3. táblázat. Acéloknál gyakran használt marószerek

Sorszám	Marószer	Megjegyzések
1.	1–10 ml HNO_3 , 90–99 ml metanol vagy etanol	Nital néven ismert. Ez a leggyakrabban használt marószer a vas és vasalapú ötvözetek maratására, megmutatja a ferrit szemcsehatárokat és fázisokat a minta szövetszerkezetét.
2.	4 gr pikril sav, 100 ml etanol	Pikral néven ismert. ferritet és cementitet tartalmazó mintákhoz használják a fázisok kimutatására. De nem lehet vele a ferrit szemcsehatárokat megjeleníteni.
3.	1–4 g $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$, 10 g KOH, 100 ml víz	Frissen kell használni. A minta akkor van kész, maratott állapotban amikor a minta hőmérséklete eléri a forráspontját. A cementit-fázisokat feketének és a perlit-fázisokat barna színben látjuk a maratott mikroszkópos képen.
4.	100 ml etanol, 5 ml HCl, 1 g pikril sav	Vilella reagens. Ferrit és karbid szerkezetű mintákhoz használják. információkat kaphatunk az ausztenit szemcseméretéről és a rozsdamentes acél fázisairól.
5.	30 ml víz, 25 ml etanol, 40 ml HCl, 5 g CuCl_2	Fry reagens. Az acél hidegalakítás során keletkezett hibáit hívja elő.
6.	15 ml HCl, 20 ml víz, 1 g CuCl_2 , 5 g pikril sav, 135 ml etanol	Noren reagens. Hegesztés során keletkező repedések kimutatására szolgál.
7.	10 g oxál sav, 100 ml víz	Ez egy elektrolitikus marószer, amelyet acélokhoz használnak. A katód és az anód anyaga közti távolság 25 mm, az alkalmazott feszültség 6V. A karbidok 15–30 másodperc alatt válnak ki, a szemcsehatárok pedig 45–60 másodperc elteltével válnak láthatóvá.

Az acéliparban ezt az eljárást széles körben használják minőségellenőrzésre. A tuskó szerkezetei, szegregációt és zárványok jelenlétét is ki tudják mutatni. Kovácsolt ötvözetekben, a kovácsolás után, az alakítási nyomokat is elő lehet hívni, valamint a kovácsolási folyamat optimalizálására is lehetőség nyílik a maratott felület elemzését követően. A makromaratáshoz maximum P400 csiszoló papírt használnak. Többnyire nincs szükség a minta felületének polírozására a makromaratás előtt.



1–4. táblázat. Makromarószerek rozsdamentes acélokhoz (átvéve: [16])

Sorszám	Marószér	Megjegyzések
1.	50 mL HCl, 10 g CuSO ₄ (rézszulfát), 50 mL H ₂ O	Marble marószér általános célú makro marószér, szükség szerint melegíthető.
2.	50 mL HCl, 50 mL H ₂ O, 20 mL 30% H ₂ O ₂ keverve HCl and H ₂ O,	70–75°C-ra kell melegíteni, a mintát belemerítve és hozzáadni a hidrogén-peroxidot, az utolsó lépésben, hogy megállítsuk a habzást nem keverhető
3.	(a) 15 g (NH ₄) ₂ S ₂ O ₈ (ammónium perszulfát) and 75 mL H ₂ O (b) 250 g FeCl ₃ and 100 mL H ₂ O (c) 30 mL HNO ₃	Lepito-marószér No. 1 etch. (a) és (b) kombinációja, aztán hozzáadjuk a (c)-t; a mintát szobahőmérsékleten bemerítjük az oldatba és frissen készített oldatot használunk.
4.	1. rész HCl és 1. rész H ₂ O	Hagyományos meleg maratás 70–80°C-on használják, 15–45 min; meleg 20%-os vizes HNO ₃ -oldatba mártva, hogy fényes felületet eredményez.
5.	10–40 mL HNO ₃ , 3–10 mL 48% HF, 25–50 mL H ₂ O	70–80°C-on használják, belemerítjük a mintát amíg a megfelelő kontraszt szintet elérjük.
6.	50 mL HCl and 25 mL telített CuSO ₄ in H ₂ O	75°C-on használják, belemerítjük a mintát amíg a megfelelő kontraszt szintet elérjük.

Az 1–4. táblázat néhány makro-marószér keveréket mutat, mely összetételét tekintve igen veszélyes anyagokat jelent. Ezeknek a marószereknek – és a továbbiakban is – az elkészítéséhez vegyi fülke szükséges, a megfelelő elszívás mellett lehet ezeket a reagenseket előkészíteni. Főleg abban az esetben, ha a maratást nem szobahőmérsékleten végezzük, mert ilyenkor emberi egészségre káros gázok, és gőzök képződnek.

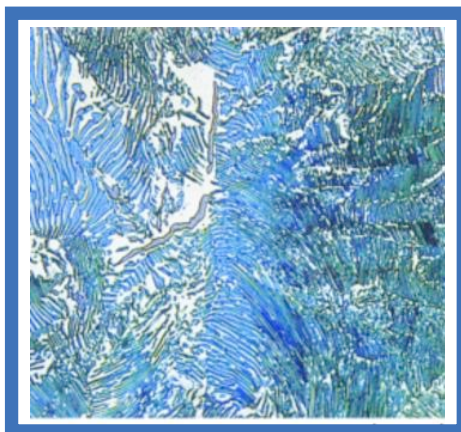
A **mikromaratás** tulajdonképpen a különböző savak és lúgok híg oldatainak alkalmazásával történik. Főként bemártásos technikát alkalmaznak, hogy a vizsgálati felület mikroszerkezetét előhívják. Ilyenkor egy csipesz segítségével a vizsgálati mintát az előkészített felülettel felfelé helyezik bele a marószérbe úgy, hogy a mintát ellepje. Így a maratás során látható, hogy halad előre a folyamat és a túlmarás, a felület megégése elkerülhető.



Színes maratás

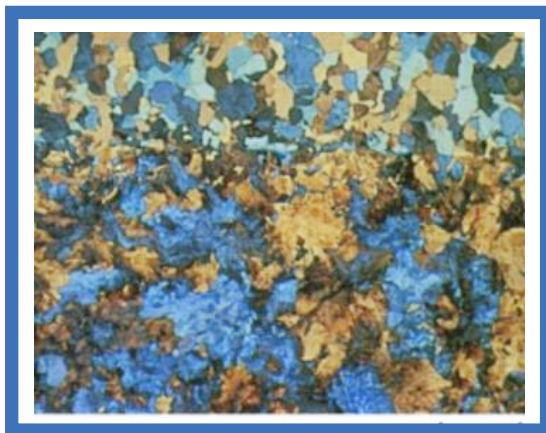
Az előzőekben említett maratási eljárás az oldódási (korróziós) maratás, de ismeretes egy másik módszer is, mely lehetővé teszi a szövetszerkezet előhívását, ez a színesmaratás (1–38–1 – 39. ábra). Az eljárás során alkalmazott marószereket a megfelelő elszíneződés érdekében kémiaiilag úgy állítják be, hogy a minta felületén egy stabil általában 0,04–0,5 µm vastagságú filmet képezzenek. Ezek a vékony filmek oxid, szulfid, komplex molibdát, szelén vagy kromát-típusú filmek lehetnek. Attól függ, hogy milyen marószert alkalmazunk. A marószer típusát pedig az határozza meg, hogy milyen anyagot akarunk maratni. A minta felületén képződött filmnek köszönhetően, a fénymikroszkópos vizsgálatok során az eltérő kémiai és fizikai tulajdonsággal rendelkező fázisok, más színben látszódnak (interferencia jelenség játszódik le), így azok könnyen elkülöníthetők egymástól.

1–38. ábra. Maratott Fe-1C ötvözet (marószer: 1 g Na_2MoO_4 in 100 mL H_2O), perlit cementitje kék 500× (átvéve: [17]).



A filmképződéshez úgy kell beállítani a marószer pH-ját, hogy a kialakuló film ne oldódjon fel. A létrejött film alatt gyakorlatilag a minta nem maródik. A legtöbb színes marószer Beraha és Klemm nevéhez fűződik, akik számos olyan receptúrát hoztak létre, melyek segítségével vas-, alumínium- és rézbázisú anyagok mikroszerkezeti sajátosságai tárhatók fel. Bármely típusú színes marószerrel is dolgozunk, a mintát a bemerítéses eljárással „maratjuk” meg. A mintát a marószerbe mártva, nem mozgatva, megvárjuk, míg a keletkezett film eléri a kívánt makroszkópos szint. Ezt követően folyóvízbe majd alkoholba mártjuk, és meleg levegővel szárítjuk. Fontos, hogy a filmet ne sértsük meg semmivel, vagyis a minta felületét nem töröljük át vattával a szárítás során. Több esetben a színesmaratás előtt egy általános marószerrel előmaratást kell végezni, hogy kontrasztosabb elszíneződést érjünk el. Az előkészítés során törekedni kell a tökéletesen karcmentes felületre, mivel a maratás során a karcok erősen láthatóvá válnak, és a mintán maradt szennyeződések értékelhetetlen csapadékot eredményeznek.

1–39. ábra. Szénacéllal dörzshegesztett armcovas (marószer: Klemm's I reagens) 200×. átvéve: [18].)



Szabványok:

1. MSZ EN ISO 14284:2003 – Acél és vas. Mintavétel és a próbatestek előkészítése a vegyi összetétel meghatározásához. (ISO 14284:1996) ICS: 77.080.01. Vasfémek általában. Megjelenés dátuma: 2003-01-01.
2. MSZ EN ISO 643:2020 Angol nyelvű! – Acélok. A látszólagos szemcsenagyság metallográfiai meghatározása. (ISO 643:2019, 2020. márciusi helyesbített változat) ICS: 77.040.99. Egyéb fémvizsgálati módszerek. Megjelenés dátuma: 2020-06-01.
3. MSZ EN 10247:2017 Angol nyelvű! – Acélok nemfémes zárványainak metallográfiai meghatározása összehasonlító képsorozat alkalmazásával ICS: 77.040.99 Egyéb fémvizsgálati módszerek. Megjelenés dátuma: 2017-11-01.
4. MSZ 2668:1986 – Acélok nemfémes zárványainak metallográfiai meghatározása; (ICS: 77.040.99) Egyéb fémvizsgálati módszerek. Megjelenés dátuma: 1986-10-01.

Ellenőrző kérdések

1. Ismertesse a maratás szükségességét!
2. Mit értünk makromaratáson?
3. Milyen információk hívhatók elő mikromaratásnál?
4. Ismertesse a mikromaratás folyamatát és marószereit!
5. Mit értünk korrozív maratáson?
6. Mi a színes maratás lényege?
7. Ismertesse a színes maratás folyamatát!



1.3. SZÖVETSZERKEZET-VIZSGÁLAT

1.3.1. Optikai mikroszkóp felépítése

A parányi élőlények birodalma egészen az 1600-as évekig ismeretlen volt az emberiség számára, bár bizonyos üveglencsék nagyító hatását már ismerték és fel is használták szemüvegek gyártásához. 1608-ban a németalföldi Zacharias Jansen véletlenül fedezte fel, hogy két egymás mögé helyezett nagyító lencsével a nagyítás mértéke megsokszorozható. De az első parányi élőlényt „mikroszkópon” keresztül Antoni von Leeuwenhoek pillantotta meg. Ezzel fény derült arra a csodára, melyet manapság mikrokozmosznak nevezünk és egyedül a mikroszkópok segítségével képes feltárni az ember.

Ma már egy laboratórium elképzelhetetlen mikroszkóp nélkül. Különböző mikroszkópokat alkalmazunk a legkülönbözőbb alkalmazási területeken, mint pl. kutatóintézetekben, kórházakban, és akár az orvosi gyakorlatban, vagy az anyagfejlesztések, fémek – fémötvözetek szövetszerkezetének megismerése kapcsán.

Manapság az egy vagy két lencséből álló nagyítóüvegeket nagyítóknak nevezzük, amelyen tulajdonképpen Leeuwenhoek „mikroszkópja” is volt. Ahhoz, hogy megértsük a mikroszkópok és azon belül az optikai mikroszkópok működését, ismernünk kell a nagyítás fogalmát. A tárgyakat azért látjuk mert azok fénysugarakat bocsátanak ki vagy tükröznek vissza, a fénysugarakat pedig érzékeli a szemünk. Ezek a fénysugarak érkezhetnek a Napból, vagy valamilyen fényforrásból. Ez az optikai mikroszkóp esetén egy izzó, mellyel megvilágítjuk a vizsgálati tárgyat. A tárgyra érkező fénysugarak vagy elnyelődnek vagy visszaverődnek. A fénysugarak alapvetően egyenes vonalban terjednek. Amikor a fénysugár nagyítólencsén halad keresztül, akkor a lencse eltéríti a haladás irányát az addigi egyenestől.

Ezt legjobban úgy szemléltethetjük, hogy ha az addig párhuzamosan haladó fénysugarak útjába egy gyűjtőlencsét helyezünk, és a lencse mögé egy papírlapot, melyen a fókuszált pontban, ahol a fénysugarak összegyűltek meggyullad és kiég. A lencse és a papír közti távolság a gyűjtőtávolság, mely a lencse ívelttségétől függ. Minél nagyobb a lencse görbültsége, annál kisebb a gyűjtőtávolság.

Egy átlagos ember kb. 25 cm-es távolságból veszi szemügyre a tárgyakat. Egy lencse melynek a gyűjtőtávolsága 5 cm, akkor a rendes távolság egyötödéről nézzük a tárgyakat, vagyis a nagyítás ötszörös. A nagyítást bármely lencsére ki tudjuk számítani, ha ismerjük a lencse gyűjtőtávolságát. Minél kisebb a gyűjtőtávolság a nagyítás annál nagyobb. Pl. 1 cm-es gyűjtőtávolság esetén ez a nagyítás huszonötös, 25x. Ezt a nagyítást egy egyszerű nagyítóval is elérhetjük, de ha tovább akarjuk nagyítani a tárgyat, akkor két nagyítólencsét kell egymás mögé helyeznünk, így az első nagyított képét a második lencse tovább nagyítja. A teljes nagyítás a két lencse nagyításának a szorzata lesz. Pl., ha az egyik lencse nagyítása 2,5x, míg a másiké pedig 10x, akkor a teljes nagyítás 25x.

A mikroszkóp elnevezést a 17. században alkották meg, két görög szó összeépítésével, a mikro (pici, parányi) és a skopein (nézni) szavakból. A lencsék elnevezése is hasonló, a vizsgálatra szánt tárgyhoz, azaz a vizsgálati objektumhoz közelebbit, objektív lencsének nevezik, míg azt a lencsét, amelyiken keresztül a mikroszkópba nézünk, a szem latin neve (szem=oculus) okulárnak. A lencsét egy csőbe helyezik, melyet tubusnak hívnak, mely megakadályozza, hogy kívülről fény jusson be a lencsére, és biztosítja az optimális távolságot a két lencse között, hogy éles képet lássunk.



A korszerű mikroszkópok többszörös lencserendszerekből épülnek fel, melynek részét képezi az okulár és a többféle nagyítást lehetővé tevő objektívrevolver, amelyen általában 2,5x, 5x, 10x, 20x, 50x és 100x nagyítású lencsék foglalnak helyet. Így egy jófelszerelt optikai mikroszkóp, ha tudjuk, hogy az okulár nagyítása minden esetben 10x-es akkor a teljes nagyítás 25x, 50x, 100x, 200x, 500x és 1000x.

A nagyítási lencserendszer kialakítása a legfontosabb egy mikroszkóp megalkotásához, de emellett még számos dologra oda kell figyelni. Pl. a készülék stabil alapokon kell, hogy álljon, mert a vizsgálat során jelentkező rázkódások, apró mozgások, felnagyítódnak a mikroszkóp alatt és rontják a felvételek minőségét.

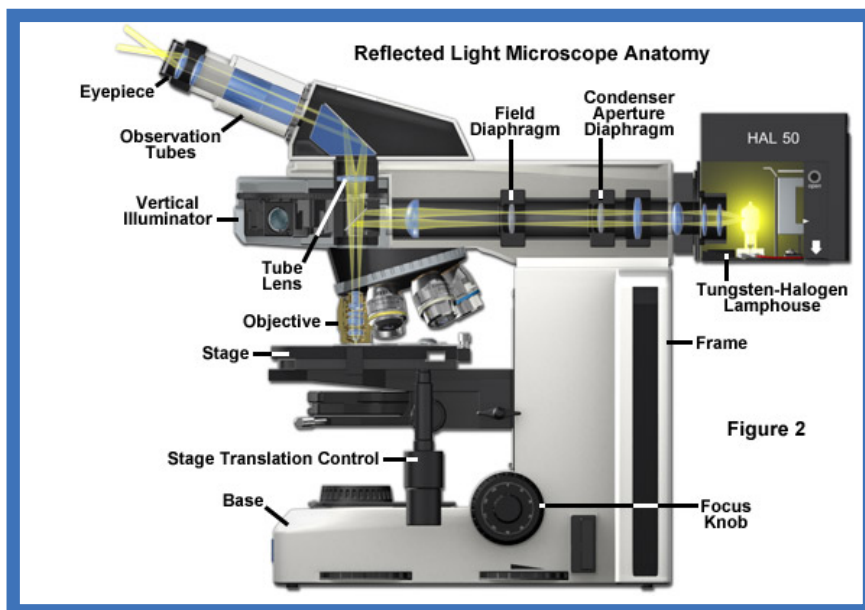
A mikroszkóp működése, fényútja

A fémek és ötvözetek mikroszerkezetét optikai mikroszkóppal vizsgálják. Az optikai mikroszkóp maximális 2000x-es nagyítással és 1000Å felbontóképességgel rendelkezik. Nagyobb nagyítású elemzésekhez elektronmikroszkópiát kell alkalmazni, amely nem tartozik ennek a jegyzetnek a tárgykörébe. A biológiai mikroszkópokkal ellentétben a fém mikroszkópok visszavert fényt használnak. A mintára eső fény visszaverődik a minta felületéről. Bármilyen a minta felületéről visszaverődött fény a mintáról hordoz információt, annak jellemzőit mutatja. Az optikai tengelyre megközelítőleg merőleges fénynyalábok (pl. a beeső fénysugárra merőleges jellemzők) bejutnak az objektívbe, áthaladnak rajta, majd a síküveg reflektoron keresztül jutnak el az okulárhoz, és képezik a minta világos képét, amit az ember lát. Bármilyen az optikai tengelytől elhajló mintarészekről érkező visszaverődött fénynyalábok, (azaz nem merőlegesek a beeső fénysugárra) szétszóródnak, és nem jutnak el az objektívhez. Ezáltal sötétben látszódnak a mikroszkópos felvételen. A minta tényleges képe, amelyet a mikroszkóp okulárja/okulárjai alkotnak, világos az optikai tengelyre merőleges és ferde, azaz sötét részekből tevődnek össze. Ily módon a különféle a metallográfiai minta mikroszerkezeti jellemzői (például szemcsehatárok, fémes és nem fémes zárványok) mind feltáruulnak a minta felvételén.

Egy tipikus álló, összetett, visszavert fényű mikroszkóp két okulárral ellátott kémlelőcsővel (1–40. ábra) és gyakran egy trinokuláris (három okulár) csőfejjel rendelkezik a hagyományos vagy digitális/videokamera-rendszer felszereléséhez (nincs ábrázolva). Az alapfelszereltségű okulárok általában 10-szeres nagyításúak, és a legtöbb mikroszkóp négy-hat objektív tárolására alkalmas orrcsővel van felszerelt. A tárgyasztal mechanikusan vezérelhető egy mintatartóval, amely x- és y-irányban fordítható, és a teljes tárgyasztal precíz fel-le mozgásra képes durva és finom fókuszáló mechanizmussal. A beépített fényforrások a 20 és 100 wattos wolfram-halogén izzóktól a nagyobb energiájú higanygőz- vagy xenonlámpákig terjednek, amelyeket a fluoreszcens mikroszkópiában használnak. A fény a lámpaházból egy függőleges megvilágítón keresztül jut el a minta felületéhez. A függőleges megvilágító vízszintesen, a mikroszkóp optikai tengelyéhez képest 90 fokos szögben és az asztallal párhuzamosan helyezkedik el, a lámpaház pedig a megvilágító hátuljához van rögzítve. A fényforrásból a fény domború lencserendszeren jut el a minta felületéhez, ahonnan visszaverődik, és a visszaverődött sugarakat vezetjük az okulárba, melyen keresztül a fémek és fémötvözetek mikroszerkezetét szemlélhetjük. A durva és finombeállító gombok kis vagy nagy lépésekben emelik vagy engedik le a tárgyasztalt, hogy a mintát élesre állíthassuk.



1–40. ábra. Optikai mikroszkóp és a fényút (átvéve: [19])



Szabványok:

MSZ 8623:1983 – Képméretarányok fémek metallográfiai vizsgálatához (ICS: 77.040.99) Egyéb fém-vizsgálati módszerek. Megjelenés dátuma: 1984-05-15.

Ellenőrző kérdések

1. Ismertesse az optikai mikroszkóp felépítését!
2. Milyen főbb részei vannak a fémmikroszkópnak?
3. Hogyan alkot képet a fénymikroszkóp?
4. Milyen a létrehozott kép a fénymikroszkópban?
5. Milyen felületi minőség szükséges az optikai mikroszkópos vizsgálatokhoz?

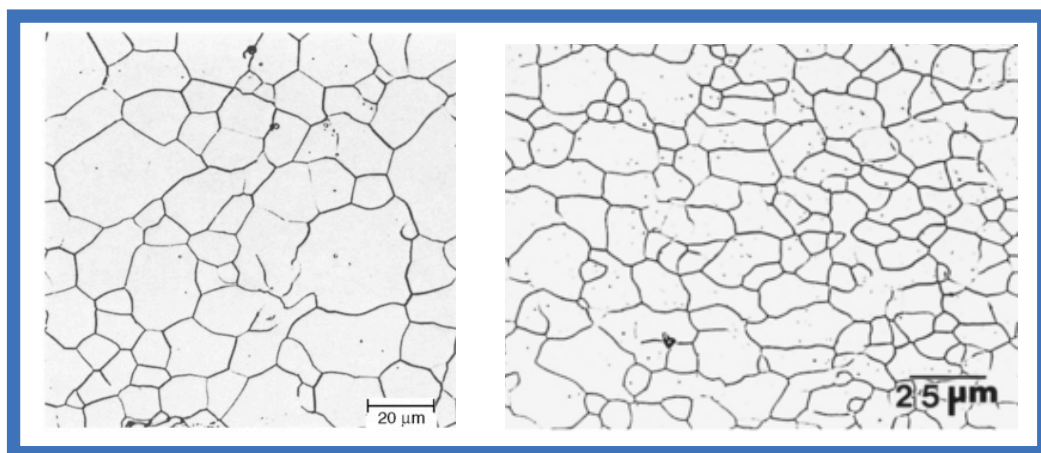
1.3.2. Szövetszerkezetek felismerése

Ferrit:

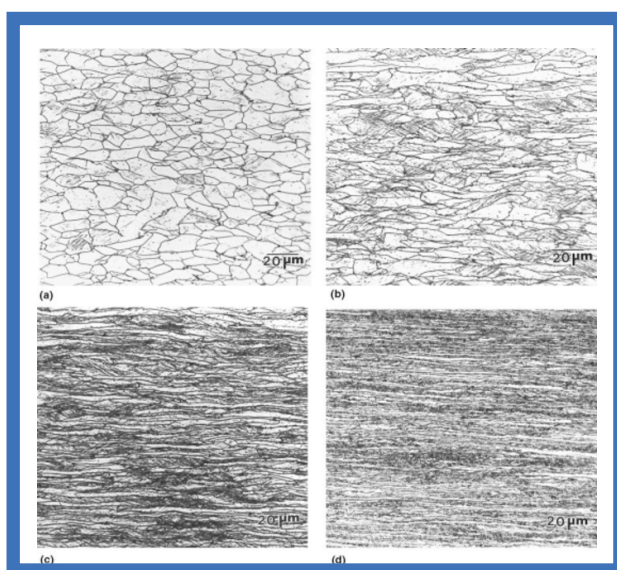
A Fe–C-diagram alapján a szobahőmérsékleten stabil szövetelem a **ferrit**, melyet a szakirodalom 911°C-ig és 1392–1536°C között tekint stabil szövetelemnek. Ennek értelmében a ferritet definiálhatjuk a karbon $\alpha(\delta)$ -vasban való interstíciós szilárdoldataként. A ferrit térben középpontos kockarácsú, és 769°C-ig ferromágneses, efölött már paramágneses, a leglágyabb és így a legjobban alakítható szövetelem.



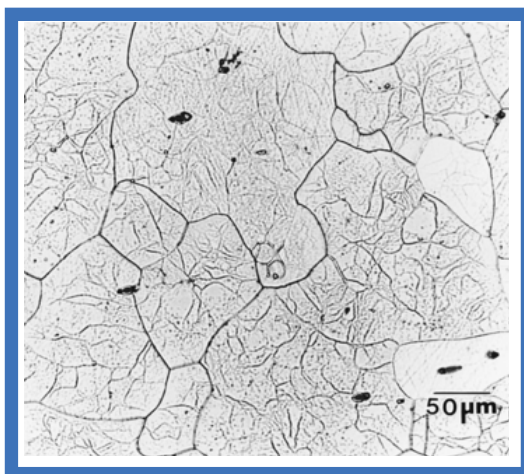
1–41. ábra. Ferrit (átvéve: [20])



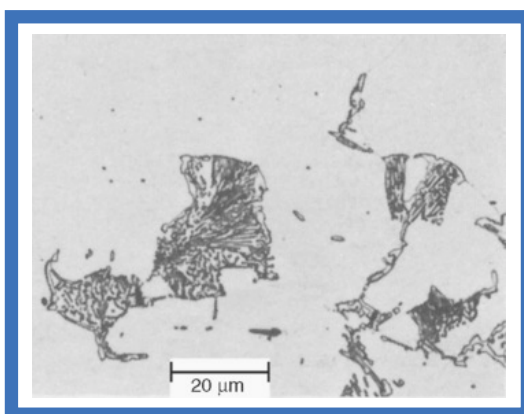
1–42. ábra. Hidegen hengerelt, kis karbontartalmú acél-, ferritszemcsék, különböző alakítási mérték esetén (a) 30%, (b) 50%, (c) 70%, and (d) 90%. Marshall's reagent. 500×
(átvéve: [20])



1–43. ábra. Nagyon kis karbontartalmú acél (vas) nagy ferritzemcsék erezzel (átvéve: [20])

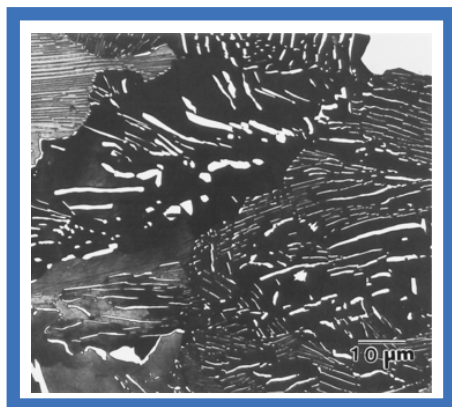


1–44. ábra. Ferrit-mátrixban perlitszigetek lassan hűtött UNSG10080 acélban (átvéve: [20])

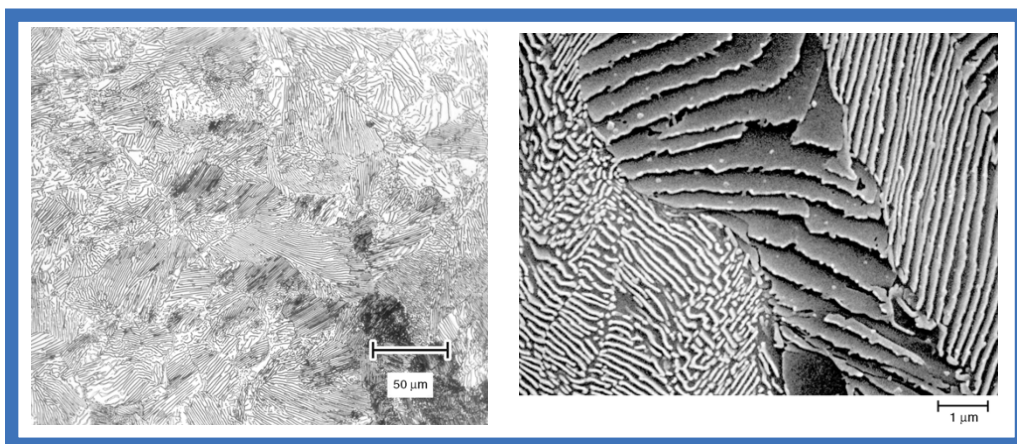


Perlit: Ferritből és cementitből álló 0.8 % széntartalmú eutektoid. Ausztenitből keletkezik 723°C-on. Két fajtája van a lemezes, és szemcsés perlit. A lemezes perlitben a ferrit- és cementitlemezek periódikus ismétlődésben figyelhetők meg. Egyensúlyi körülmények között ez a típus keletkezik. Nemesítő hőkezelés (később lesz szó róla) során keletkezhet a szemcsés perlit vagy szferoidit, mely ferritbe ágyazott karbidszemcséket jelent. A perlit keménysége, szilárdsága kb. háromszorosa a ferritének. A lemezes perlit csak kis mértékben, míg a szemcsés perlit jobban alakítható.

1–45. ábra. Perlites mikroszerkezet – színes maratástól a ferrit megfeketedett, a cementitlemezekre nem volt hatással azok fehérek maradtak – Beraha-reagens; (átvéve: [20])

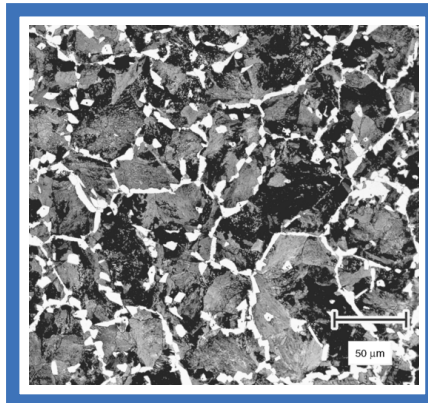


1–46. ábra. Perlit kolóniák – 4% pikrál, 200x nagyítás; (átvéve: [20])



Auszenit: stabilitását tekintve a szénvas esetén 911–1392°C között stabil, felületen középpontos kockarácsú. Definíciója szerint a karbon γ -vasban való interstíciós szilárd oldata. A rácsszerkezetének köszönhetően jól alakítható, és jellegzetessége, hogy sok ikerkristályt tartalmaz. Nem ferromágneses.

1–47. ábra. Proeutektoidos szemcsék kirajzolják az eredeti ausztenit szemcsehatárt, a mátrix (fekete) perlit 4% pikrálmaratás; (átvéve: [20])

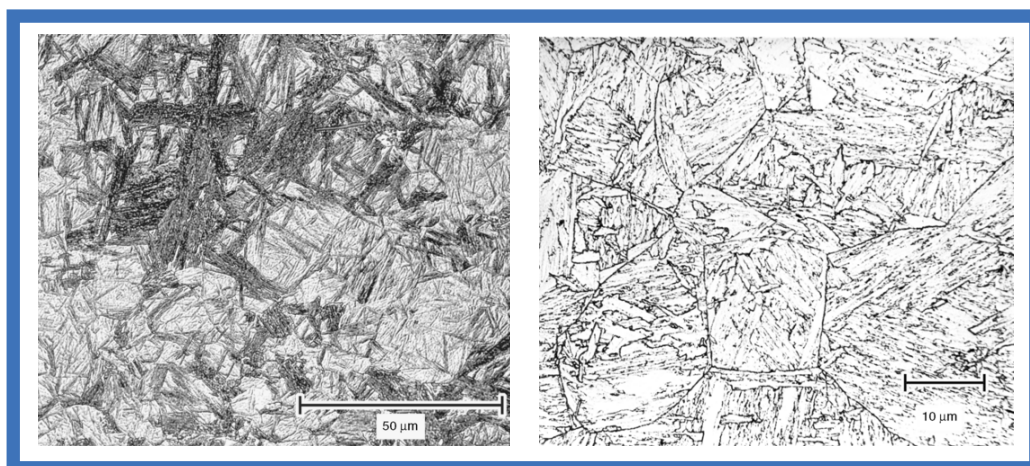


Bainit: az acélt gyors hűtéssel az A_1 hőmérséklet alá hűtjük, azaz 550°C és M_s közé, akkor megakadályozzuk a perlitképződését, mert a hőmérséklet és időfüggő folyamatot a diffúziót blokkoljuk, és egyre inkább a $\gamma \rightarrow \alpha$ átalakulás hajtóereje válik dominánssá. Ez a folyamat a bainites átalakulás.

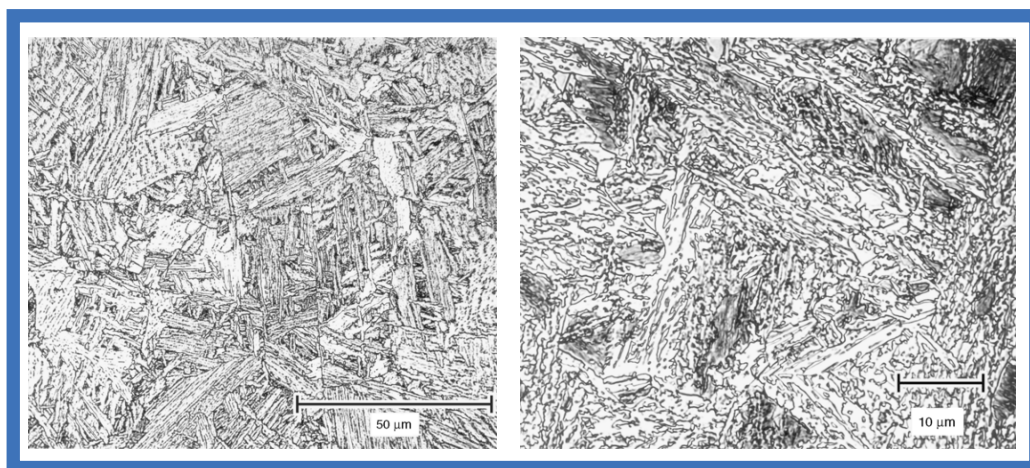
- ◆ Az $550\text{--}350^\circ\text{C}$ között képződő **felső bainit**nél elsőként ferritcsíra jelenik meg az ausztenit kristályhatáron, mert a $\gamma \rightarrow \alpha$ átalakulás hajtóereje igen nagy. A ferritkristály t-alakú és a karbonatomokat maga előtt tolja. A karbonatomok jelentős mértékben feldúsulnak, és cementit lemezke képződik. Így a felső bainit tulajdonképpen cementitlemezkéket tartalmazó tűs ferritkristályok.
- ◆ A 350°C - M_s között képződő **alsó bainit** szövetszerkezetét tekintve finomabb tűs jellegű (13. b), mint a felső bainit, mert a növelt túlhűlés okán a karbon diffúziója még kisebb a $\gamma \rightarrow \alpha$ átalakulás hajtóereje pedig igen nagy. A vékony ferritlap képződik martenzites átalakulással, azaz rácsátbillenéssel. A karbon lassan precipitál – ϵ -karbid keletkezik.

Martenzit: Az ausztenit drasztikus hűtése kb. 350°C -ra már teljes mértékben megakadályozza a diffúziós folyamatot és az anyagban rácsátbillenéssel, martenzites szövetszerkezet jön létre. Ennek legfőbb ismertető jele a tűs szerkezet. Ilyenkor a karbonatomok a helyükön maradnak és tetragonálissá torzítják a kristályrácsot. A martenzit tulajdonképpen karbonatomokkal túltelített ferrit.

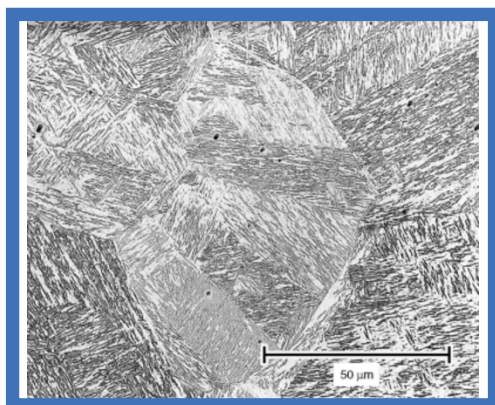
1–48. ábra. Bainit és martenzit, 500x, pikrál és nital maratás; (átvéve: [20])



1–49. ábra. Kis karbontartalmú acél, bainites szerkezet, 4% pikrál, 2% nital maratás, 500x nagyítás; (átvéve: [20])

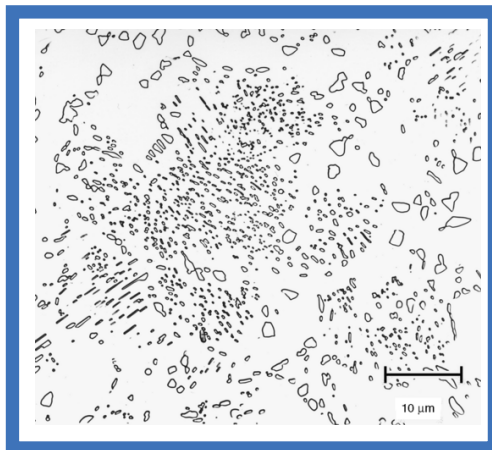


1–50. ábra. Vízben edzett kis karbontartalmú acél – léces martenzit, 2% nital, 500x nagyítás; (átvéve: [20])



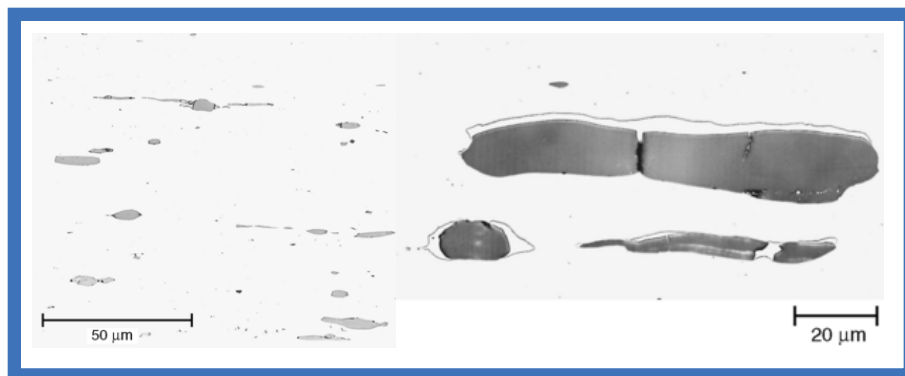
Szferoidit: A szívósság elérését célzó hőkezelés a nemesítés. A nemesítés pedig ausztenitesítés, edző hűtés és nagyhőmérsékletű megeresztés. A nagyhőmérsékletű megeresztés során kialakuló szövet-szerkezet a szferoidit, amely ferrites alapba ágyazott igen finom karbidrögök.

1–51. ábra. Szferoidizált acél, 1000x nagyítás, 4% pikrál maratás; (átvéve: [20])



Zárványok:

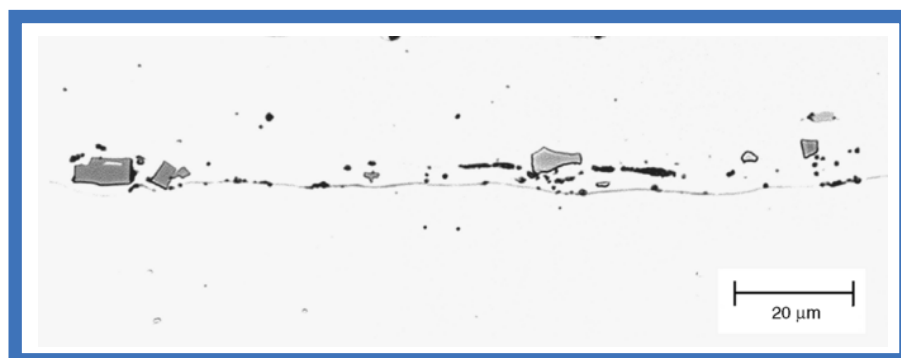
1–52. ábra. Mangán-szulfid zárvány, maratlan állapot; (átvéve: [20])



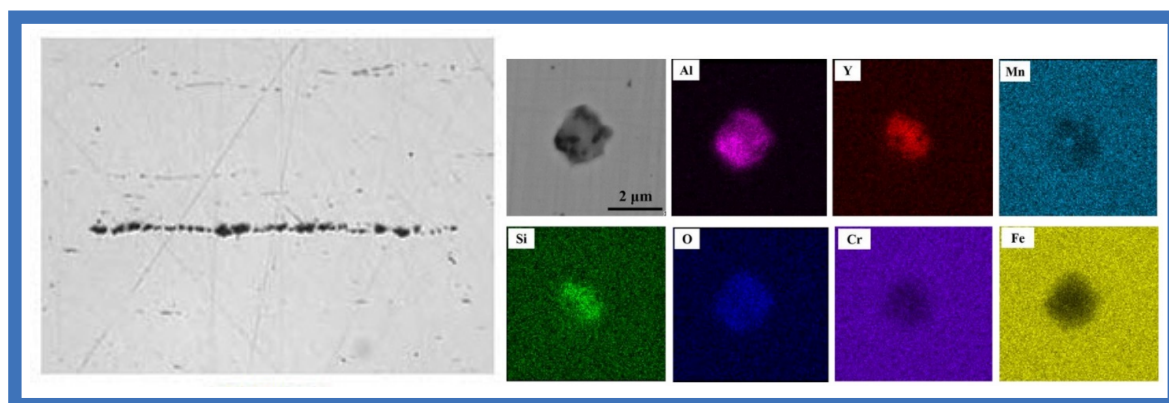
1–53. ábra. Szilikázzárvány acélban; (átvéve: [20])



1–54. ábra. Titánium-nitrid zárvány acélban, 500x nagyítás; (átvéve: [20])



1–55. ábra. Aluminium-oxid zárvány



IRODALOM

1. Zorkóczi Béla (1975): *Metallográfia és anyagismeret*. Budapest: Tankönyvkiadó.
2. Verő József–Káldor Mihály (1977): *Fémtan*. Budapest–Miskolc: Nemzeti Tankönyvkiadó.
3. Tóth Tamás: *Vasötvözetek*.
4. Verő József–Dr. Káldor Mihály (1987): *Vasötvözetek fémтана*. Budapest: Műszaki Könyvkiadó.

KÉPHIVATKOZÁSOK

- [1] <https://uabooks.top/824-8-kristlyos-s-amorf-anyagok.html>
- [2] https://www.nkp.hu/tankonyv/kemia_9_a/lecke_05_012
- [3] http://2.bp.blogspot.com/-AoLtlDytR0/T4KBm3qxNBI/AAAAAAAAAEEs/OBKBwgPjB_o/s1600/kov%C3%A1cs2.bmp



- [4] Internet article of Miguel Angel Yescas-Gonzalez and H. K. D. H. Bhadeshia; from the PhD thesis work of Miguel Angel Yescas-Gonzalez
- [5] Metallogr. Microstruct. Anal. (2012) 1:320–326
- [6] <https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=13961>
- [7] tudasbazis.sulinet.hu
- [8] www.tf.uni-kiel.de
- [9] International Journal of Metalcasting volume 11, pages347–355 (2017)
- [10] Archives of Material Science and Engineering Volume 51, Issue 1, (2011) Pages 5-15
- [11] <https://materials-today.com/cast-iron-types-microstructure>
- [12] https://www.wikiwand.com/en/Gray_iron
- [13] <http://elmag.hu/elmag-special-420-di-felautomata-szalagfureszgep>
- [14] https://www.atestor.hu/asvanyi_mintaelokeszites/asvany_darabolas/metkon_geocut_vagogepe.html
- [15] Metals 2019, 9(6), pp 619; Fig.1.; és <https://www.etchantstore.com/product-category/weld-inspection-etchants/>
- [16] ASM Handbook, Volume 9: Metallography and Microstructures, G.F. Vander Voort, editor, p674
- [17] G.F. Vander Voort) átvéve: ASM handbook, Volume9, 733 old.
- [18] ASM Handbook Volume 9, 736 old.
- [19] <http://zeiss-campus.magnet.fsu.edu/articles/basics/reflected.html>
- [20] ASM Handbook Vol09



2. Keménységmérés

A keménységmérés a műszaki gyakorlatban az egyik leggyakrabban alkalmazott anyagvizsgálati módszer, mert viszonylag gyorsan és egyszerűen meghatározható anyagjellemzők birtokába juthatunk.

A keménységet általában benyomó vizsgálatokkal határozzák meg, melynek során annak a lenyomatnak a nagyságát mérik meg, amelyet a szilárd anyagba nyomott kemény benyomó fej okozott.

Keménységnek nevezzük egy szilárd halmazállapotú vizsgálati minta ellenállását egy nála keményebb idegen testnek az anyag felületén keresztül történő benyomódásával szemben. Keménységmérés során ezt az ellenállást kell meghatározni.

A **keménység jele** betűjelből és számjelekből áll. A betűjel első betűje: **H** – amely a német Haarte, ill. az angol hardness (keménység) szó kezdőbetűje. Második betűje a keménység vizsgálati módszerének kezdő betűje, esetleges harmadik betűjele a keménységvizsgálati módszer alfajára utal.

A keménységmérést számos szempont szerint osztályozhatjuk, az alábbiakban nézzünk meg ezek közül néhány lehetséges felosztást.

A keménység mérésnek statikus és dinamikus módjai vannak. Alapelvük közel azonos, a benyomó fejet meghatározott erővel benyomják a vizsgálandó anyagba és megméri a képlékeny és rugalmas részből összetevődő helyi alakváltozás nyomát.

Statikus méréssel csak a képlékeny alakváltozással arányos nyom határozható meg. Ezek a legjellemzőbb mérési eljárások, más néven szűrő keménységvizsgáló eljárások.

A benyomó erő nagyságától függően megkülönböztetik a makrókeménységet (ha a benyomó erő $F > 30\text{N}$), közepes keménységet (ha a benyomó erő $F \sim 2\text{--}30\text{N}$ közé esik) és mikrókeménységet (ha a benyomó erő $F < 2\text{N}$).

A mérés során kemény, jól definiált geometriájú (gömb, kúp vagy gúla alakú) benyomófejet, meghatározott nagyságú, felületre merőleges erővel a mintába nyomunk. A fej addig hatol az anyagba, amíg lenyomata olyan nagyra nem válik, hogy a felületi nyomás már nem okoz további képlékeny alakváltozást. Ha a minta kemény, akkor kisebb, ha pedig puha, akkor nagyobb nyom keletkezik. A keménységet (H) a mérőfejre ható (F) terhelő erő és a mintában keletkezett lenyomat (S) felületének hányadosaként definiáljuk.

A Rockwell-eljárásnál a keménységet közvetlenül a benyomódás mélységével jellemzik. Keményebb anyaghoz tehát nagyobb keménységérték tartozik. Statikus keménységmérési eljárások közé tartozik a Brinell-, a Vickers- és a Rockwell-módszer.



Dinamikus mérés során a benyomó fejet meghatározott távolságból, mozgási energiával a vizsgálandó anyaghoz ütik, ill. az anyagra ejtik és mérik a visszapattanást, vagy az ütőgolyó nyomának átmérőjét. A dinamikus vagy rugalmas ütkeményesség-mérések például az ejtő-keményesség vizsgálatok (szkleroszkóp, Leeb-eljárás) az ingás kalapácsot használó keménységmérés (duroszkóp) vagy a Poldi-féle keménységmérés.

A vizsgálat lefolytatásának hőmérséklete szerint lehetnek:

- ◆ hideg, (0...35 °C), valamint
- ◆ meleg (40...900 °C) eljárások.

Hogyan választjuk ki a keménységmérési eljárást?

A vizsgálati eljárás kiválasztásánál többféle szempontot figyelembe kell venni:

- ◆ a vizsgált munkadarab anyagát, méretét, alakját,
- ◆ a vizsgálat pontossági követelményeit,
- ◆ a munkadarab felületén megengedett sérülés, melyet a vizsgálóeszköz okoz,
- ◆ a vizsgált felület megközelíthetőségét,
- ◆ vizsgálati körülményeket,
- ◆ a vizsgálat idejét.

További fontos szempont lehet a rendelkezésre álló mérőberendezés mérőképessége, a dokumentálhatóság, a korábbi eredményekkel való összevetés lehetősége, gazdaságossága.

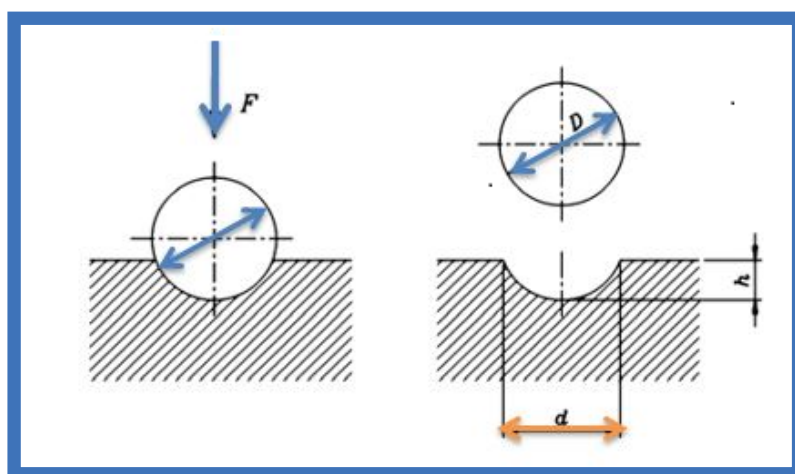


2.1. FÉMEK ÉS ÖTVÖZETEINEK KEMÉNYSÉGMÉRÉSE SZÚRÓ KEMÉNYSÉG MÉRÉSI MÓDSZEREKKEL

2.1.1. Keménységmérés

A Brinell-módszer esetén egy D-átmérőjű, edzett vagy keménységű, polírozott acélgolyót nyomnak a vizsgálandó munkadarab felületébe, a felületre merőlegesen, meghatározott terheléssel és adott ideig (2-1. ábra).

2-1. ábra Brinell-keménységmérés elve



A terhelés hatására egy D-átmérőjű, h mélységű, gömbsüveg alakú lenyomat képződik. A 2-1. ábra jelöléseivel a gömbsüveg felülete $D \times h$, ahol D a golyó átmérője, h a gömbsüveg magassága.

Brinell-keménységen az F terhelő erő és a lenyomat felületének hányadosát értjük, jele HB.

$$HB = \frac{\text{Erő (F)}}{\text{A benyomódás felülete}} = \frac{F}{D\pi h}$$

A vizsgálathoz 4000N/mm² keménységig edzett acélgolyót, HBS 6000N/mm² keménységig Volf-ram-karbid golyót (HBW) alkalmaznak.

A mértékegységek nemzetközi rendszerének (SI) hatályba lépése óta a benyomódást létesítő erőt N-ban kell mérni, ennek következtében a benyomódás felületének egységére vonatkoztatott keménységértékek, a HB és HV keménységi számok kereken egy nagyságrenddel nagyobbak lennének a megszokottnál. Ezért, hogy ezek ne változzanak meg, a terhelő erőt N-ban mérik, és megszorozzák 1/9,81-el, azaz 0,102-vel. Az így kiszámított HB- és HV-értékek megegyeznek a megszokottakkal, amelyeknek kp/mm² volt a dimenziójuk. Ezt a dimenziót az új rendszerben nem használják, hanem a keménységet mértékegység nélküli számnak tekintik.

A fentiek alapján tehát:

$$HB = \frac{0,102 \cdot F}{D\pi h}$$

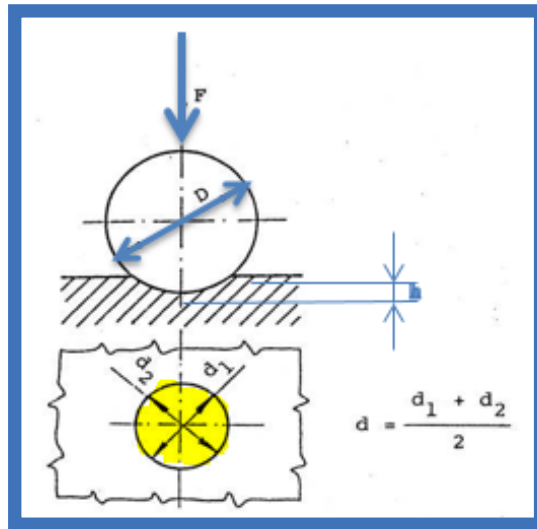
ha a terhelő erő, az F értéke N-ban adott.



A gömbsüveg magassága (h) közvetlenül nem mérhető, de a golyó átmérőjéből (D) és a lenyomat jól mérhető átmérőjéből meghatározható:

$$h = \frac{D - \sqrt{D^2 - d^2}}{2} \cdot m$$

2-2. ábra. Brinell-keménység számítása



A Brinell-keménység kiszámítására az alábbi összefüggés szolgál:

$$HB = \frac{0,102 \times 2 \cdot F \text{ (N)}}{\pi \cdot D \cdot (D - \sqrt{D^2 - d^2})}$$

Mivel a mérés eredménye függ a vizsgálat körülményeitől – elsősorban a terhelő erő nagyságától és az alkalmazott golyóátmérőtől – ezért ezeket szabványosítani kellett.

Golyóátmérők

A vizsgálathoz használt szabványos golyók 10; 5; 2,5; 2; és 1 mm átmérőjűek (2-3. ábra), és a golyók keménységét szabvány írja elő. A golyó átmérőjét a próbatest vastagságának függvényében választjuk meg, tekintettel arra, hogy ha vékony lemezeknél nagy átmérőjű golyót használunk, vagy a lenyomat átmérője lesz túlságosan kicsi és így nem mérhető pontosan, vagy pedig, ha a golyó túlságosan mélyen hatol be a tárgyba, akkor a keménységmérés eredménye nem lehet pontos, mert a tárgytartó keménysége a mérés eredményét befolyásolja. Éppen ezért a tárgynak (próbatest) olyan vastagnak kell lennie, hogy a vizsgálat után a hátoldalon a benyomódás semmilyen alakváltozást ne okozzon. Ennek érdekében a próbatest legkisebb vastagsága a benyomódás mélységének legalább tízszeresének kell lennie.



2–3. ábra. Brinell-keménységmérő fejek

**A terhelőerő nagysága**

A golyóátmérőt és a hozzá tartozó terhelést úgy kell megválasztani, hogy a lenyomat d átmérője: $0,25 D < d < 0,6 D$ közé essen. Ezeket az előírásokat betartva a terheléstől kevésbé függő mérőszámot kapunk.

A Brinellkeménység-értékek terhelőerőtől való függését úgy szabályozzák, hogy az erő és a golyóátmérő négyzetének hányadosát állandó értéken tartják, azaz $F / D^2 = \text{állandó}$.

$$F = 9,81 \cdot K \cdot D^2 \text{ (N)}$$

A K terhelési tényező dimenziója N/mm^2 , (amelynek értékeit a szokásos anyagminőségek esetében a 2–1. táblázat foglalja össze).

2–1. táblázat. a K terhelési tényező értékei az anyagminőség függvényében

Golyóátmérő	Terhelés F (N) ($F = K \cdot D^2$, kp)				
D (mm)	$K=30$	$K=10$	$K=5$	$K=2,5$	$K=1$
10	29430 (3000)	9800 (1000)	4900 (500)	2450 (250)	980 (100)
5	7355 (750)	2450 (250)	1225 (125)	613 (62,5)	245 (25)
2,5	1840 (187,5)	613 (62,5)	306,5 (31,2)	153,2 (15,6)	61,6 (6,2)
2	1176 (120)	392 (40)	196 (20)	98 (10)	39,2 (4)
1	294 (30)	98 (10)	49 (5)	24,5 (2,5)	9,8 (1)
Vizsgálható anyagok	acél, nagy-szilárdságú ötvözetek, öntöttvas	réz, nikkel és ötvözeik	Alumínium, magnézium, cinkés ötvözeik	Csapágy ötvözetek	ón, ólom
HB-keménység	96 ... 450	32 ... 200	16 ... 100	8 ... 50	3,2 ... 20

A zárójelben levő kerek számértékek a terhelőerő SI-rendszert megelőző, kp-ban megadott értéke szerepel, melyet 9,81-el megszorozva ($1\text{kp}=9,81\text{N}$) megkapjuk a terhelés N-ban beállítandó értékét.

A Brinell-keménység nem független az alkalmazott terhelőerőtől. Ha egy meghatározott átmérőjű golyót különböző nagyságú erővel nyomjuk az anyagba, nem mindig ugyanazt a HB értéket kapjuk, ezért kell a vizsgálat adatait pontosan előírni.

A mérés időtartama

A Brinell-vizsgálat eredményét a kísérlet időtartama is befolyásolja. Ennek oka az, hogy minden maradó alakváltozásnál az alakváltozás csak egy bizonyos idő után jut nyugalmi állapotba. Ez az idő annál rövidebb, minél lassabban folyt le a terhelés. A Brinell-vizsgálatnál a terhelőerőt 0-ról 15 sec alatt növeljük fel a vizsgálatnak megfelelő értékekre, majd a terhelést még egy ideig rajta tartjuk a vizsgálati darabon.

Ez az idő az anyag keménységének függvénye, minél keményebb az anyag, az idő annál kisebb.

A szokásos értékek:

◆ acél anyagoknál	15 sec
◆ alumínium és réz ötvözetek	30 sec
◆ színelumínium, réz	120 sec
◆ ólom, ón és ötvözetek	180 sec

A vizsgálati eredmények megadása

A Brinell-vizsgálatok alkalmazásakor csak azok az eredmények hasonlíthatók össze, amelyeknél az alábbi három paraméter azonos volt:

- ◆ a terhelőerő nagysága,
- ◆ a golyó átmérője és
- ◆ az időtartam, amíg a maximális terhelőerő rajta volt a darabon.

Így a vizsgálati eredménnyel együtt mindig meg kell adni ezen paraméterek aktuális értékét az alábbi jelölés szerint: HB/D(mm)/0,102F(N)/t(sec).

Így például a 350HB/2,5/187,5/15 jelölés azt jelenti, hogy az adott anyag keménységét 350-nek mérték 2,5 mm-es golyó átmérővel, 187,5 kp – azaz $187,5 \cdot 9,81 = 1840\text{ N}$ – terhelőerővel és 15 másodperc terhelési idővel. Ennek eredményeként a Brinell-keménység mérőszáma 350.



A Brinell-keménységmérés folyamata

a) A vizsgálandó anyagot (próbatest) elő kell készíteni (pl. mintakivágás, köszörülés, csiszolás stb.):

- ◆ A felület fémtiszta és oly mértékben sík legyen, hogy a benyomódás átmérőjét kellő pontossággal (0,001 mm) meg lehessen mérni.
- ◆ Az előkészítő eljárás okozta hőhatás, vagy hidegalakítás a próbatest keménységét ne befolyásolja.
- ◆ Azonosító jellel kell ellátni a vizsgálandó anyagot (próbatestet).

b) A vizsgálat körülményeinek, paramétereinek meghatározása:

- ◆ A terhelőerő, golyóméret, időtartam a vizsgálandó anyag (próbatest) anyagminőségének megfelelő legyen.
- ◆ A környezeti hőmérséklet a vizsgálat során 10...35 °C között legyen.

c) A mérés végrehajtása:

- ◆ A mérendő munkadarab elhelyezése a tárgyasztalon, a terhelésre merőlegesen és elmozdulásmentesen.
- ◆ A mérendő munkadarabot úgy kell beállítani, hogy a lenyomatok a darab szélétől és egymástól legalább 2,5d–3d távolságra legyenek.
- ◆ A keménységmérés végrehajtása: a szűrőszerszámot lökés és rezgés nélkül, egyenletes terheléssel kell a munkadarabra benyomni.
- ◆ A terhelés megszüntetése után a lenyomat két egymásra merőleges átmérőjét (d) mérjük meg a keménységmérő gépre szerelt mérőberendezés segítségével 0,001mm pontossággal. A két érték átlagának, és a terhelő erőnek a függvényében kiszámoljuk a Brinell-keménységet a megadott képlet alapján (esetleg a szabványban megadott táblázatból keressük ki).

d) Mérési jegyzőkönyvet készítünk, melynek az alábbi pontokat tartalmaznia kell:

- ◆ a keménység számértékét, pl. 250,
- ◆ a keménység betűjelét, pl. HBS, vagy HBW,
- ◆ a D-golyóátmérőt,
- ◆ a vizsgálati terhelés jelét (kg-ban megadott terhelés) pl. 187,5,
- ◆ a terhelési időt másodpercben, pl. 15,
- ◆ a mérés hőmérsékletét, ha az magasabb hőmérsékleten történik.

A Brinell-keménységmérési módszer alkalmazása

- ◆ Elsősorban öntöttvasak, könnyű- és színesfémek, kisebb keménységű, lágyított normalizált acélok mérésére használják.
- ◆ A Brinell-keménységmérés acélgolyó esetén 450 HB-nél, keménység esetén 650 HB- nél keményebb anyagok mérésére nem alkalmas, mert a golyó esetleges deformációja a mérést befolyásolja.



Előnye:

- ◆ átlag keménységértékeket ad,
- ◆ gyorsan meghatározható,
- ◆ a Brinell-keménységértékből megbízhatóan következtethetünk az anyag szilárdságára.

Ez az összefüggés acélok esetében: $R_m \text{ (N/mm}^2\text{)} = 3,45 \text{ HB}$.

Hátránya:

- ◆ a mérési eredményét jelentősen befolyásolják a vizsgálati paraméterek,
- ◆ viszonylag nagy lenyomatot eredményez, ezért roncsolja a felületet és vékony próbatestek nem mérhetők vele,
- ◆ a mérendő darabok nagysága korlátozott.

2.1.2. Vickers-keménységmérés

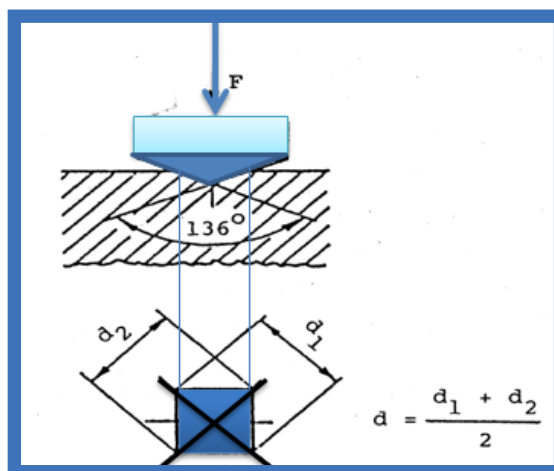
A Vickers-keménységmérés részben kiküszöböli a Brinell-vizsgálat hibáit:

- ◆ szúrószerszáma gyémántból készül és így a legkeményebb anyagok vizsgálatára is alkalmas,
- ◆ a szerszám és az alkalmazott terhelés olyan kicsi, hogy alig észrevehető nyomot hagy, ezért legtöbbször kész tárgyak is károsodás nélkül vizsgálhatók,
- ◆ a kis terhelés miatt nem töri át a vékony kérget, tehát cementált felületek keménysége is mérhető vele,
- ◆ a lenyomat felülete arányos az erővel és így az alkalmazott terhelés – bizonyos határok között – nem befolyásolhatja a mért keménységi értéket. A különböző terheléssel mért Vickers-keménységek (HV) egymás között összehasonlíthatók.

A Vickers-keménységméréshez használt szúrószerszámot úgy alakították ki, hogy a vele mért keménységértékek lehetőség szerint egyezzenek meg a vizsgált darab Brinell-keménységével. A Brinell-golyó lenyomata $0,25 D \leq d \leq 0,5 D$ értékű, mint leggyakoribb értéket a középpértéket $d = 0,375 D$ véve számításba, a gömbhöz a lenyomati kör mentén szerkesztett négyzetalapú gúla lapszöge 136° -nak adódik.



2–4. ábra. Vickers-keménységmérés



Vickers-keménységen a Brinell-keménység fogalmához hasonlóan a terhelőerő és a gúla alakú lenyomat felületének viszonyát értjük (2–4. ábra).

A gyakorlatban a Vickers-nyom d -átlóját mérjük, ebből a felület kiszámítható.

Ha a terhelőerő F (N), a lenyomat átlójának átlaga pedig d (mm), akkor a keménység:

$$HV = \frac{1,854F}{9,81d^2} = 0,189 \frac{F}{d^2} \text{ (N)}$$

A gyakorlati életben a képletet ritkán használják, a HV-érték meghatározása táblázatból történik, az F - és a d -érték (a mért átlók átlagértéke) alapján. Az elektronikus gépek a HV-értéket kiírják, ezt csak le kell olvasni.

A vizsgálati eredmények megadása

A HV Vickers-keménység értéke – a Brinell-keménységhez hasonlóan – mértékegység nélküli, konvencionális számérték.

Ennél az eljárásnál a mérés körülményei jóval kevésbé befolyásolják a mért eredményeket. Acélok esetében legáltalánosabban 294 N (30 kp) terhelőerővel, 10...15s időtartamig végzett vizsgálatokat alkalmaznak. Az így meghatározott eredmények jelölésénél nem kell a mérési paramétereket megadni, ettől eltérő esetekben viszont a HV-betűjel mögött fel kell tüntetni a terhelés nagyságát kp-ban és időtartamát másodpercben (s).

Például a 350 HV 10/30 jelentés: a 350 keménységet 10kp (98,1N) terhelő erővel és 30s-ig tartó terheléssel mértük.

A Vickers-keménységmérés folyamata

- a) A vizsgálandó felületet fémesre tisztítjuk (pl. köszörülés). A felület simaságának olyannak kell lennie, hogy a megmunkálási barázdák a leolvasás pontosságát ne rontsák. Kis terhelésű vizsgálatnál a pontos mérés érdekében a felületet tükrösíteni (csiszolás+polírozás) kell. Az előkészítés során – intenzív hűtéssel – akadályozzuk meg, hogy a darab felmelegedjen, és ezáltal keménysége megváltozzon.
- b) Állítsuk be a mérendő munkadarabot úgy, hogy a lenyomatok a darab szélétől és egymástól legalább 2,5d–3d távolságra legyenek.
- c) Adjuk rá a terhelést. A terhelőerő 9,8–980 N között választható az anyagminőség és a vastagság függvényében. Mivel a terhelés változtatásával a lenyomat felülete közel arányosan változik, ezért a Vickers-keménység bizonyos határon belül a terhelő erőtől független. A terhelés megszüntetése után a lenyomat két egymásra merőleges átlóját (d) Mérjük a keménységmérő gépre szerelt mérőberendezés segítségével 0,001mm pontossággal. A két érték átlagának, és a terhelőerőnek a függvényében a keménységet táblázatból keressük ki.
- d) Mérési jegyzőkönyvet készítünk, melyben megadjuk a mérés körülményei, a mért értékeket és az eredményeket.

A Vickers-keménységmérési módszer alkalmazása

A HV érték 8000 és (természetes gyémánt) és 5 (ólom) között változik.

Megfelelő az igen kemény anyagok keménységének mérésére, mert a Brinell módszerhez képest a gyémántgúla kisebb valószínűséggel torzul, nagy erőhatásra, mint a volfrám-karbid golyó.

Brinell-keménységértékek 400 értékig kb. azonosak, efelett a Brinell-keménységértékek kisebbek, a golyó benyomódása miatt.

A terhelőerő növekedésével a HB-érték jellemzően nő, a HV érték jellemzően csökken.

Előnye:

- ◆ a Vickers-keménység kevésbé függ a terheléstől,
- ◆ a Vickers-gúla állandó lapszöge miatt nincs szükség a megfelelő F/D2 kiválasztására,
- ◆ pontos eredményt ad, laboratóriumi mérésekhez, hitelesítő mérésekhez egyaránt alkalmas,
- ◆ bármilyen keménységű anyag vizsgálható vele,
- ◆ a kis benyomódási mélység miatt kismértékű roncsolást eredményez,
- ◆ kis lenyomat – vékony réteg vagy fólia is vizsgálható, a kész munkadarabot sem roncsolja.

A Vickers-féle keménységmérés sokkal vékonyabb anyagok esetén is használható, mint a Brinell-keménységmérés. A vizsgált lemezvastagságot csupán az korlátozza, hogy a vizsgált réteg vastagságának nagyobbak kell lenni, mint a lenyomat átlójának másfélszerese.



Hátránya:

- ◆ a mérés lassú, szubjektív leolvasási hibával terhelt,
- ◆ a mérendő darab nagysága korlátozott,
- ◆ gondosan előkészített felületet igényel.

2.1.3. MIKRO-VICKERS-ELJÁRÁS

Az ún. „mikro eljárással” az anyagokból erre a célra készített csiszolatokon, az anyag szövetszerkezetének, összetevőinek, vagy egyes fázisainak keménységértékeit határozhatjuk meg. Az eljárást az alkalmazott kis terhelőerők miatt szokás kisterhelésű Vickers-módszernek is nevezni.

A Mikro-Vickers-eljárás semmiben sem különbözik a hagyományos Vickers-eljárástól, a kivitelezését tekintve azonban gondos megfontolást igényelnek az alábbi szempontok:

- ◆ Lényegesen kisebb terhelőerőket alkalmazunk (1–5 N), ezért a mérés során létrejött rugalmas alakváltozás a maradó alakváltozáshoz képest nagyobb lesz.
- ◆ A lenyomat mérete viszonylag kicsi, emiatt a keménység mérőszáma nagyobb lesz, mint amit pl. a 100N-os nagyságrendű terhelőerővel történő méréssel kapnánk

A gyakorlatban a Mikro-Vickers-eljárásnál az alábbi terhelési értékek szokásosak: $F = 0,05; 0,1; 0,2; 0,4; 0,65; 0,8; 1 \text{ N}$; (esetleg 5 N)

A vizsgálati eredmények megadása

A keménység mértéke, mérőszám: általában 1600-ig használatos három- vagy négyjegyű szám, mögötte HVM/terhelőerő 0,01N-ban/terhelési idő (s)-ban.

Ha például 0,5N – azaz 50pond – erővel 20 s-ig tartandó mérés után kapott mérőszám 1000, a szokásos jelölés: 1000HVM 50/20.

A Micro-Vickers-keménységmérés folyamata

- a) A vizsgálatához mikroszkópos vizsgálatra alkalmas polírozott és megfelelően maratott csiszolatokat kell készíteni.
- b) A terhelőerő megválasztása a vizsgálatnál kívánt szövetszerkezet, fázis méretétől és várható keménységétől – lenyomatmérettől – függ. Általános szabály nincs. A kis relatív hiba érdekében a nagyobb lenyomat elérésére kell törekedni. Tájékoztatásul: a fémeknek és szilárd oldataiknak keménysége pl: acélban a ferrit 100–200 HVM, a vegyüetfázisoké, pl: a karbidoké, nitrideké 1000 HVM körüli érték.



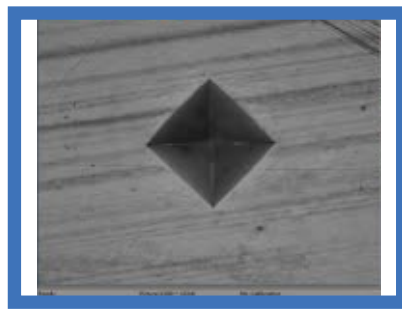
- c) A mikrokeménység-méréssel mért értékek mintegy 10%-kal nagyobbak a Makro-Vickers-terheléssel mért értékeknél (a kis terheléseknél fellépő relatíve nagyobb rugalmas deformáció következtében, illetve szövetszerkezeti hatások miatt).
- d) Mérési jegyzőkönyvet készítünk, melyben pontosan megadjuk, dokumentáljuk a mérés helyét, mérési körülményeit, a mért értékeket és az eredményeket.

A Micro-Vickers-keménységmérési módszer alkalmazása

A mikrokeménység mérőműszer, egy mérőmikroszkóp, a lenyomatátlókat az okulárba beépített mérőskála segítségével határozhatjuk meg (2–5. ábra)

Főbb alkalmazási területe: vékony lemezen, fóliákon, termokémiai eljárással, felületi edzéssel, vagy egyéb módon előállított felületi rétegeken, illetve szövetelemeken végzett vizsgálatok.

2–5. ábra. Mikro-Vickers-lenyomat



Előnye:

- ◆ nagyon pontos eredményt ad.

Hátránya:

- ◆ időigényes mintaelőkészítés (polírozott, maratott felület),
- ◆ a mérés kis térfogatrészre terjed ki, helyi keménységértékeket ad,
- ◆ a mérés lassú,
- ◆ a mintadarab mérete korlátozott.

2.1.4. Knoop- eljárás

Ez az eljárás egy Mikro-Vickers-mérés módosított gúlaalakkal, amelynek szúrószerszáma gyémántgúla 172,5° és 130°-os szögekkel (2-6. ábra).

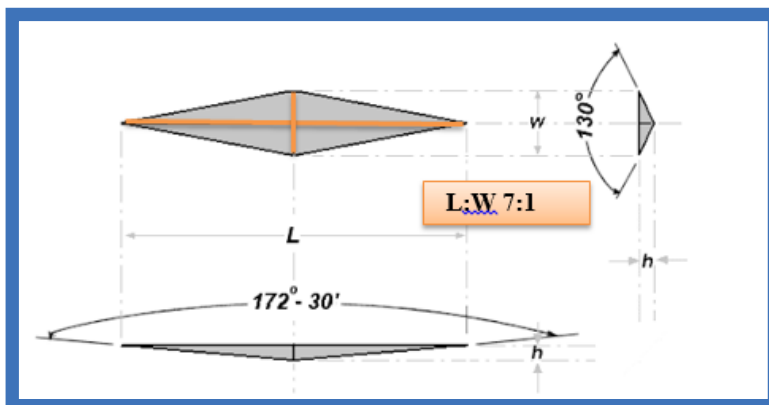
Mért jellemző: a hosszabbik átló nagysága (l).

Ez a mérési módszer elsősorban az amerikai kontinensen terjedt el.



A szúrószerszám alapterülete a Mikro-Vickers-eljárásnál alkalmazott 0,8 (mm) átlójú, gyémánt-gúlával megegyezik (6. ábra). A különbség, hogy a lenyomat felülnézetben nem négyzet, hanem rombusz és az átlók mérete között jelentős különbség van. Az ilyen, nyújtottrombusz-alapú gúla kialakítását a heterogén szövetszerkezet pl: az eutektikum fázisainak jobb vizsgálhatósága indokolja. Az F-terheléshez tartozó táblázatból a keménység értéke kiolvasható.

2-6. ábra. Knopp-féle keménységmérés



A Knopp-mikro-keménység jele: HK

A Knopp-mikro- keménység-mérés mérőszáma:

$$HK = \frac{\text{Erő (F)}}{\text{A benyomódás felülete}}$$

A benyomódás mélysége a hosszabbik átló 1/30 része:

$$HK = \frac{0,102F}{S} = \frac{0,102F}{CL^2}$$

ahol C = 0,07028 (geometriai faktor).

A Knopp-féle mikro-keménységmérési módszer folyamata

Fokozott figyelmet kell fordítani a:

- mérési helyek kiválasztására,
- az erő és a felület merőleges pozicionálására,
- a lenyomat elhelyezkedésének orientációjára,
- a próbatest megfelelő előkészítése.

A Knopp-féle mikrokeménység-mérő módszer alkalmazása

Vékony felületi rétegek, mikroszkópos fázisok keménysége határozható meg. Kiválóan alkalmas törékeny (rideg) anyagok, pl. kerámiák, üvegek mikrokeménységének meghatározására.

Előnye:

- ◆ a Mikro-Vickers-eljáráshoz képest kedvezőbb a leolvasási pontossága,
- ◆ kismértékű benyomódási mélysége kevésbé roncsolja a felületet.

Hátránya:

- ◆ kevésbé érzékeny a felületi rétegek keménység változásaira,
- ◆ Európában kevésbé elterjedt.

2.1.5. ROCKWELL-KEMÉNYSÉGMÉRÉS

A klasszikus szűrő keménységmérési eljárások eddig megismert változatainál a keménységi mérőszámot az erő és a szűrőszerszám által létrehozott lenyomat felületének hányadosaként határoztuk meg. Ezen módszerek számos előnye mellett hátránya az, hogy nem eléggé gyors, a gyártósorba iktatott tömeges keménységmérésre, illetve a gyártásközi technológiai folyamatok azonnali ellenőrzésére nem alkalmas. A Rockwell-eljárás kifejlesztése ezeknek a követelményeknek a kiszolgálására történt. A Rockwell-keménységmérés szűrőszerszáma vagy gyémántból készült köralapú egyenes kúp, 120°-os kúpszöggel, vagy edzett acélgolyó (850 HV 10) amelynek átmérője 1,59 mm (illetve pontosan 1/16 angol hüvelyk). A keménység mérőszáma a szűrőszerszám bemélyedésének függvénye és egy mérőórán általában közvetlenül leolvasható.

A Rockwell-eljárás pontossága a benyomódási mélység mérésének pontosságától függ.

A szűrőszerszámnak megfelelően a keménység-mérőszámok:

- ◆ kúpalakú szerszám esetén **HRC-** és **HRA-**eljárás,
- ◆ golyóalakú szerszámnál **HRB-**eljárás.

A gyémántkúp a keményebb, az edzett acélgolyó a lágyabb anyagok vizsgálatára való. A benyomódást jelentősen befolyásolja, hogy a szűrőszerszám hogyan érintkezik a felülttel, milyen a felület egyenetlensége. Ezeknek a problémáknak a mérést befolyásoló hatásának minimalizálása érdekében minden Rockwell-eljárásnál a szűrőszerszám benyomódását két lépésben valósítják meg.



A Rockwell-keménységmérés folyamata

A Rockwell keménységmérés vizsgálati paramétereit 2-2. táblázat tartalmazza.

2-2. táblázat. Rockwell keménységmérés vizsgálati paramétereit

Keménység	HRC	HRA	HRB
Szűrőszerszám	Gyémántkúp (120°-os)		Edzett acélgolyó ($d=0,0625''=1,59\text{ mm}$; 850 HV 10)
Előterhelés F_0 , kp (N)	10 (98)	10 (98)	10 (98)
Főterhelés F_1 , kp (N)	140 (1373)	50 (490)	90 (883)
Teljes terhelés F_0+F_1 , kp (N)	150 (1471)	60 (588)	100 (981)
HR-keménység	$100 - \frac{e}{0,002}$		$130 - \frac{e}{0,002}$

A Rockwell-féle keménységmérés menetét a 2-7. ábra. mutatja.

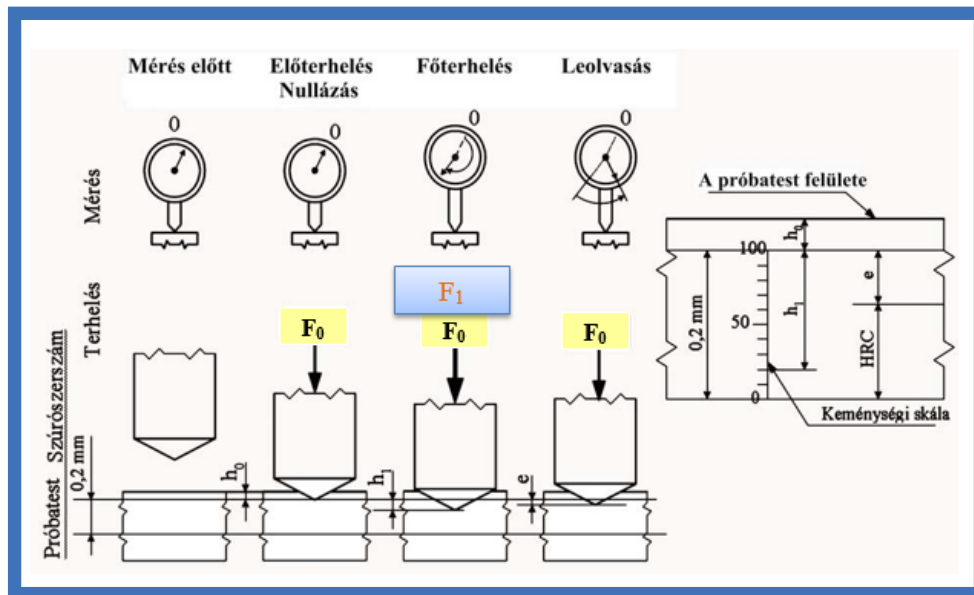
- ◆ A munkadarab (próbatest) előkészítése.
- ◆ A vizsgálat körülményeinek, paramétereinek meghatározása:
 - ◇ a terhelőerőt és a szűrőtestet a vizsgálandó anyag (próbatest) anyagminősége és a várható keménység határozza meg,
 - ◇ gyémántkúppal történő mérés előtt a szűrőtestet nagyítóval, mikroszkóppal meg kell vizsgálni, azon sérülés nem lehet.
- ◆ A mérés végrehajtása:
 - ◇ Először a mérendő tárgy felületét a gyémántcsúccsal érintkezésbe hozzuk, majd F_0 -előterhelést adunk rá, ennek hatására a gyémántcsúcs h_0 (mm) mélyen benyomódik a tárgy felületébe. Ennek a benyomódásnak az a célja, hogy a felületi egyenlőtlenségeket kiküszöbölje, a keménységérték meghatározásában nincs szerepe. Ezzel létrehoztuk a további mérések viszonyítási alapjául szolgáló bázis-síkot.
 - ◇ A benyomódás mérésére szolgáló mérőóra skálájának 0 pontját a mutatóhoz fordítjuk, azaz a mérőórát nullázzuk.
 - ◇ Ezután ráadjuk az F_1 -főterhelést, mire a gyémántcsúcs h_1 (mm) mélyen benyomódik és ezzel együtt a mérőóra mutatója megfelelően fordul. Meg kell várni, míg a képlékeny alakváltozás befejeződik, a darab állapota stabilizálódik. A mutató most az $F_0 + F_1$ terhelések együttes hatására bekövetkező – a bázis síkhoz viszonyított – az összes alakváltozásnak megfelelő benyomódási mélységet mutatja
 - ◇ Miután megszüntetjük a főterhelést, a csúcs a rugalmas benyomódás értékével megemelkedik és az óra mutatója ennek arányában visszafordul.



Ekkor leolvasható lenne az órán az „e” maradandó benyomódás mértéke mm-ben, viszont a mostanában használatos mérőgépeken egyenesen a keménységértéket tudjuk leolvasni mindhárom Rockwell-eljárásnál,

- ◆ A próbatest keménysége: minimum két, egymást követő mérés számtani középértékének egész számra kerekített átlaga.

2-7. ábra. A Rockwell-keménységmérés C (HRC) menete



Az így mért mennyiségek jól jellemzik az anyagot, de a benyomódás közvetlen keménység mérőszámként való alkalmazása két problémát vet fel:

- ◆ a keménység mérőszámai nagyon kis számértékek lennének hossz mértékben,
- ◆ minél keményebb az anyag, annál kisebb mérőszám jellemezné a keménységet.

Ezért a benyomódási mélységet az adott típusú Rockwell-mérésre előírt képlettel számítjuk át:

Rockwell C esetében:

Rockwell B esetében:

$$HRC = 100 - \frac{e \text{ (mm)}}{0,002} \quad HRB = 130 - \frac{e \text{ (mm)}}{0,002}$$

Az így kapott számot HRC esetében levonjuk 100-ból. Azért kell így kifejezni a HRC-keménysége, hogy annak növekedésével növekvő értékeket kapjunk. Ha a benyomódást elfogadnánk közvetlenül mérőszámnak, a lágyabb anyagokat jellemeznék a nagyobb számok.

Eszerint:

$$HRC = 100 - e$$

A 100 megválasztása nemzetközi megállapodás eredménye. Így az elméletileg elképzelhető abszolút kemény anyag 100 HRC-keménységű, azaz $e = 0$.



A HRB-mérésnél gyémántkúp helyett 1,5875 mm (1/16 angol hüvelyk) átmérőjű golyó a szúrószerszám. A mérés menete ugyanaz, mint a HRC-nél. Az eltérések a következők:

- ◆ a főterhelés $F_1 = 883 \text{ N}$ (90 kp), vagyis az összerhelés $F = F_0 + F_1 = 98 \text{ N}$ (100 kp),
- ◆ a mérőszám kiszámítása pedig a HRB = 130-e összefüggéssel történik. Ahol e az előbbieken meghatározott érték.

Sem a HRB-, sem a HRC-, ill. HRA-keménységmérés során sincs szükség számolásra, a készülékbe épített mérőórás műszer a műveletet automatikusan elvégzi. A mérés gyorsítása érdekében a mérőóra számlapjára a benyomódás helyett az annak megfelelő HRC-, HRB-, illetve HRA-értékét viszik fel, így az órán 3 mérőskála van. A mérési módszernek megfelelő skáláról a keménység értéke közvetlenül leolvasható.

A Rockwell-keménységmérési módszer alkalmazása

- ◆ A gyors, de kisebb pontosságú HRB-, ill. HRC- és HRA-módszer a lassabb (gondosabb felületkészítést igénylő, hosszabb terhelési idejű), de pontosabb HB-, ill. HV-módszer helyettesítésére alkalmas, elsősorban gyors ellenőrző és minősítő vizsgálatok esetében.
- ◆ A módszer gyorsaságát elsősorban az adja, hogy a benyomódás létesítése és a leolvasás ugyanabban a helyzetben történik, s így kb. 5...10 másodpercet igényel egy-egy mérés.
- ◆ Nagyon vékony darabok és rétegek 3 kg-os előterhelés mellett 12, 27 vagy 42 kg főterheléssel vizsgálhatók, mind HRB, mind HRC esetében.
- ◆ A Rockwell-vizsgálat természetéből adódik, hogy ugyanazon anyagra vonatkozóan különböző terhelések esetén más-más keménység adódik eredményül, amelyeket egymásba átszámítani nem lehet.
- ◆ Minden keménységskálának van egy célszerű alkalmazási területe. A HRB-t csak max, 200 HB keménységű anyagon, HRC-t viszont ennél keményebbekben érdemes mérni.
- ◆ Általános követelmény, hogy a mérendő próbaréteg vastagsága legalább tízszerese legyen a benyomódás mélységének.
- ◆ Két szomszédos lenyomat középpontja közötti távolság a lenyomat átmérőjének négyszerese legyen.
- ◆ A lenyomat közepének minimális távolsága a próba szélétől a lenyomat átmérőjének 2,5-szerese legyen
- ◆ A Rockwell-eljárással meghatározott keménységadatok nem számolhatók át közvetlenül a HB, HV-, HVM-, HK-értékekre.

Előnye:

- ◆ gyors és egyszerű eljárás,
- ◆ sorozatmérésekre alkalmas,
- ◆ jól automatizálható,
- ◆ nem igényel gondos próbatest-előkészítést.



Hátránya:

- ◆ nem alkalmas laboratóriumi mérésekre, mint a Vickers – kevésbé pontos,
- ◆ nem lineáris a skálája.

2.1.5.1. Szuper Rockwell-keménységmérés

Vékony darabok (lemezek, szalagok) edzett kérges felületi keménységét Rockwell-eljárással a viszonylag nagy terhelőerők miatt nem lehet mérni. Ilyen mérésre fejlesztették ki a Szuper Rockwell-keménységmérő-eljárást, vagy amikor el kell kerülni a felület jelentősebb roncsolását.

A mérés a Rockwell-eljárás elve szerint történik, csak a terhelési értékek mások.

Az előterhelés:

- ◆ $F_0 = 29,4 \text{ N}$ (3 kp).

Háromféle főterhelést alkalmazhatunk, ezek:

- ◆ $F_1 = 117,8 \text{ N}$;
- ◆ $F_1 = 265 \text{ N}$; vagy
- ◆ $F_1 = 412 \text{ N}$.

A Szuper Rockwell-egység 0,001 mm. Méréshez a korábban már megismert gyémántkúp, vagy acélgolyó szúrószerszámot használjuk. A Szuper Rockwell-keménység mérőszámának jele kúp alakú szúrószerszámmal HR 15 N; HR 30 N; HR 45 N aszerint, hogy az összes terhelés 147 N; 294 N; vagy 441,5N. Illetve golyó alakú szúrószerszám esetén HR 15 T; HR 30 T; HR 45 T.

A mérőszám értéke mindkét esetben ugyanúgy számolandó, pl:

HR 15 N = 100-e; HR 15 T = 100-e.

Ezek szerint HR 30 N 60 azt jelenti, hogy gyémántkúp szúrószerszámmal 294 N összeterheléssel mérve a Szuper Rockwell-keménység mérőszáma 60.

A Szuper Rockwell-keménységmérési módszer alkalmazása

A mérőberendezés a Rockwell-mérőberendezés elvén épül fel. A főterhelést 8 sec alatt növeli 0-ról a maximumra és 30 sec-ig tartja rajta a munkadarabon. A mérés gyorsítása érdekében a mérőóra skáláján itt is a keménység mérőszáma van, így az azonnal leolvasható.

Mindig az adott mérési feladathoz kell kiválasztani a megfelelő Rockwell-skálát, a mérési pontok helyzetét a próbatest/réteg vastagsága alapján, továbbá figyelembe kell venni az egyes skálák mérési korlátait.

- ◆ Gyémánt szúrószerszám esetén bármelyik skála használható bármilyen nagy keménységű anyag vizsgálatára. Ennek ellenére nem ajánlott a Rockwell C-t használni wolfram-karbid vizsgálatára, hanem csak a Rockwell A-skálát.



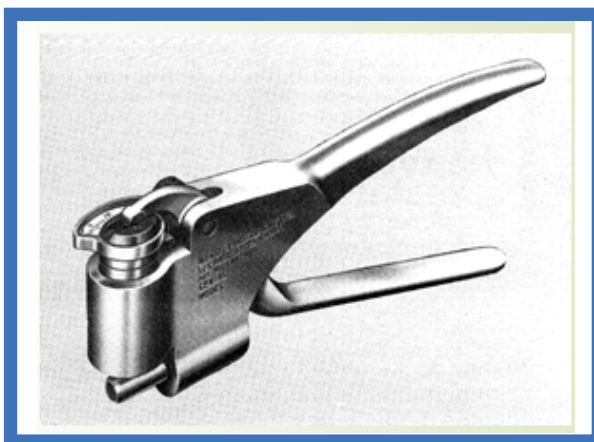
- ◆ Lágys anyagok esetében a gyémánttal mért keménységértékek nem fogadhatóak el, a annak számértéke 20 alá esik – ez a módszer nincs kalibrálva ebben a tartományban, ezért a Rokwell B ajánlott.
- ◆ Annak ellenére, hogy az acélgolyót alkalmazó eljárások 130-s értékig használhatóak, a 100–130 közötti tartományt lehetőség szerint kerülni kell, mert a mérés érzékenysége nem kielégítő. Általános szabály: mindig a legkisebb még megfelelő átmérőt és a legnagyobb, mint megfelelő terhelést kell alkalmazni. Ezek alapján, ha a mért érték 100 fölé esik, akkor vagy a következő kisebb átmérőt, vagy a nagyobb terhelő kategóriát kell választani.

2.1.6. Webster-keménységmérő eljárás

A hordozható és gyors kézi keménységmérés eszköze ez a termék (8.ábra), segítségével pillanatok alatt elvégezhető rutin-keménységmérés puha fémek anyagokon, mint például alumínium, bronz, réz és lágys acélok. Kiválóan használható lemezes felületeken, illetve csöveken.

A külön anyagokhoz külön készüléktípus tartozik, mely a behatoló testben, illetve a rugó terhelésében tér el.

2–8. ábra. Webster-fogó



2.1.7. Szúró keménységmérési módszerek összehasonlítása

- ◆ A *Vickers-eljárást* lehet a legszélesebb körben használni, bármelyik anyagfajta bármilyen keménység-tartományban, s az egyik legpontosabb mérési módszer. Viszonylag kis lenyomatot okoz, így a felületet kevésbé roncsolja, ezért alkalmas vékony acéllemezek, huzalok, felületi rétegek vizsgálatára.
- ◆ A *Brinell-eljárást* inkább a lágyabb anyagok keménységmérésére használják (színesfémek és ötvözeik, öntöttvasak). Keménységmérés viszonylag nagy lenyomatot eredményez, ami inkább közelít az átlag keménységhez, ezért az abból származtatott szilárdsági mérőszámok megbízható közelítésnek tekinthetők.

◆ A Rockwell-eljárások különböző módszerei minden anyagfajtára és keménységtartományra alkalmas, gyors és ipari méretekben végezhető. Pontossága azonban elmarad a Vickers-eljárás pontosságától.

◆ Knoop, Micro-Vickers és a Szuper Rockwell-eljárásokat inkább vékony anyagok, felületi rétegek vizsgálatára használják. Ezen mérések során ellenőrizni kell, hogy a benyomódás mérete ne haladja meg a réteg/anyagvastagság 1/10 részét.

Az 2–3. táblázat hasznos információkat tartalmaz a legismertebb szűrő-keménységmérések összehasonlításához.

2–3. táblázat. Szűrő-keménységvizsgálatok összehasonlítása

Megnevezés	Szűrőszerszám	Terhelőerő	Néhány jellemző alkalmazás
Brinell (HB)	- Edzett acélgolyó: 10 mm, 5 mm, 2,5 mm, 2 mm, 1 mm átmérőjű - Volfrám-karbid golyó 450 HB-ig edzett acélgolyó, 650 HB-ig Volfrám-karbid golyó	- Függ az $\frac{F}{D^2}$ értéktől - Maximum 3000 kp (29430 N) acélok esetén	- Kovácsolt, hengerelt, öntött alkatrészek - Vasalapú és nem vasalapú fémes anyagok - Faanyagok - Polimerek
Vickers (HV)	Négyzet alapú, 136°-os gyémántgúla	1–120 kp (10–1177 N)	- Az összes acél és nem vasalapú fémes anyag - Nagyon kemény anyagok, beleértve a keményfémeket és a kerámiákat is
Rockwell (HR) HRC, HRA, HRB	- 120°-os gyémánt-kúp (HRC, HRA) - $\left(\frac{1}{16}\right)''$-os (1,5875 mm-es) edzett acélgolyó (HRB)	Előterhelés: 10 kp (98 N) Főterhelés: HRC 140 kp (1373 N) HRA 50 kp (490 N) HRB 90 kp (883 N)	- Kovácsolt, hengerelt, öntött alkatrészek - Vasalapú és nem vasalapú fémes anyagok - Durván megmunkált alkatrészek
MIKROKEMÉNYSÉG Vickers (HV)	Négyzet alapú, 136°-os gyémántgúla	0,001–1 kp (0,01–10 N)	- Felületi rétegek - Vékony lemezek, huzalok - Mikroszkópos fázisok - Diffúziós kötések
Knoop (HK)	Knoop-gyémántgúla, 172,5°-os és 130°-os szögekkel	0,001–1 kp (0,01–10 N)	- Felületi rétegek - Vékony lemezek, huzalok - Mikroszkópos fázisok - Diffúziós kötések - Törékeny (rideg) anyagok (pl. kerámiák)

2.2. FÉMEK ÉS ÖTVÖZETEINEK KEMÉNYSÉG MÉRÉSE DINAMIKUS MÉRÉSI MÓDSZEREKKEL

A dinamikus keménységmérő módszerek két csoportra oszthatók. Az egyik csoportba tartoznak a dinamikus erőhatást alkalmazó szűrő keménység vizsgálatok, a másik csoportba pedig a rugalmas visszahatás elven működő vizsgálatok. A második csoportra jellemző, hogy nem hagynak lenyomatot a mérendő minta felületén, ezért ezek a roncsolás mentes vizsgálati módszerek kategóriájába tartoznak.

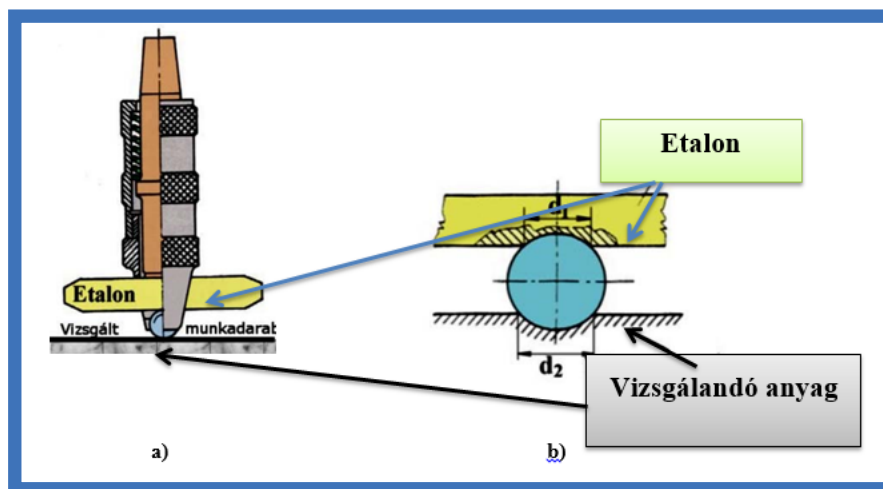
2.2.1. Poldi-féle vizsgálati módszer

A Brinell-keménységmérés elvéhez nagyon hasonló, de dinamikus erőt alkalmazó módszer. Rendkívül egyszerű, hordozható keménységmérő, alkalmas helyszíni mérésekre is.

Elsősorban összehasonlító mérésekre, vas és nem vas fémek és ötvözeik vizsgálatára alkalmas, de – korlátozott pontossággal – használják abszolút keménységértékek meghatározására is.

A Poldi keménységmérés folyamata

2–9. ábra. Poldi-eljárás eszköze és elve



A mérés lényege, hogy egy ismert keménységű etalonnal való összehasonlítás révén határozzák meg a mérendő minta keménységét. A mérés során egyidejűleg hozunk létre lenyomatot a két felületen. A Poldi-féle kalapács használatakor, amelynek vázlatát a 2–9. ábra mutatja, a $D = 10$ mm átmérőjű edzett acélgolyót az ütőtüskére mért erős, határozott ütéssel a vizsgálandó anyagba nyomjuk. Az ütés erejének, ill. energiájának ismerete nem szükséges, mert ugyanaz az ütés egy másik lenyomatot is létrehoz az ismert keménységű összehasonlító etalon pálcán (2–9.b). ábra). Egy-egy ilyen négyzet-szelvényű pálcán kb. 20–20 lenyomat hozható létre minden oldalon, azaz kb. 80 lenyomat összesen.

A munkadarabon és a pálcán keletkezett lenyomatok átmérőit – két, egymásra merőleges irányban – mérő lupával kell leolvasni, tizedmilliméter pontossággal. A vizsgálógolyó alatt elhelyezkedő tárgy, illetve a készülékben lévő – vizsgálat előtt megfelelően pozícionált – etalon ugyanazon külső terhelő erő hatására bekövetkező deformációjából számolható az ismeretlen test keménysége.

A Poldi-kalapács mint kéziszerszám kezelhető, és az eredményeket a kalapácshoz mellékelt kézi táblázatból lehet kiolvasni. Ezek az eredmények a Brinell-eljárás értékével nem pontosan egyeznek, de a szórások a gyakorlati alkalmazhatóságot nem befolyásolják.

A Poldi-keménységmérési módszer alkalmazása

Mivel a Poldi-kalapács szúrószerszáma is edzett acélgolyó, így erre is vonatkozik a korlátozás, amellyről a Brinell-keménységmérésnél már szó volt, azaz csak 450 HB érték alatti keménységű anyagok mérésére alkalmazható.

- a) A vizsgálattal kapott eredmények a terhelő erőtől függetlenek,
- b) a lenyomat-átmérőket két egymásra merőleges irányban mért lenyomat-átmérő átlagából kell meghatározni,
- c) az eljárás elsődleges területe az összehasonlítás, azonban használatos abszolút mérőszámként is abban az esetben, ha a tárgy méretei más, laboratóriumi vizsgálatot nem tesznek lehetővé.
- d) A vizsgált tárgy méreteivel a vizsgálat körülményeivel kapcsolatban az alábbiak betartása szükséges:
 - ◆ a vizsgált tárgyon keletkezett lenyomat annak hátoldalán nem hagyhat nyomot (vékony lemezek vizsgálata nem végezhető ezzel az eljárással),
 - ◆ a vizsgált tárgy tömegének megfelelően nagyinak kell lennie ahhoz, hogy a lenyomat értékelhető legyen,
 - ◆ ha a vizsgált tárgy felületére helyezett vizsgáló szerszám eltér a merőlegetől, jelentős a mérési hiba.

Előnye:

- ◆ egyszerű mérési eljárás,
- ◆ helyszíni mérések végzésére alkalmas, olyan tárgyak keménységének mérése oldható meg így, amelyek helyhez kötöttek,
- ◆ lehetséges túl nagy méretű tárgyak keménységmérése.

Hátránya

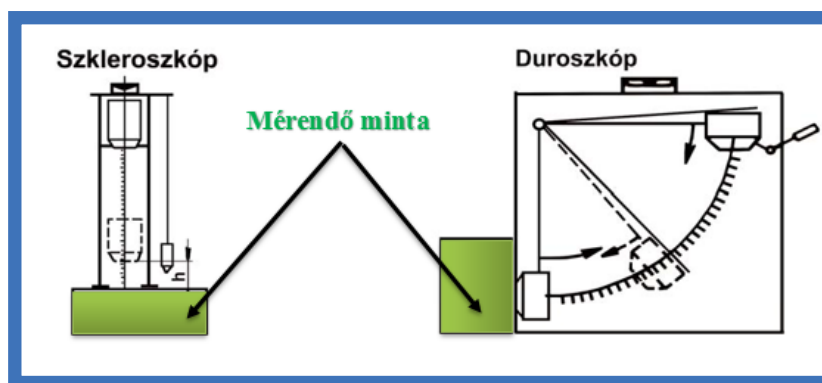
- ◆ a Brinell-keménységmérési módszerhez képest pontatlan.



2.2.2. Shore-féle ejtő keménységmérés

A Shore-féle keménységmérést szkleroszkóppal vagy duroszkóppal végzik (2–10. ábra). A szkleroszkópos mérés elve az, hogy egy lekerekített gyémántcsúcsos, adott tömegű (20 g) ejtő kalapácsot meghatározott h magasságból pontosan függőlegesen a mérendő tárgyra ejtenek. A kalapács visszapattanási magasságát függőleges vagy kör alakú skálán kell leolvasni. Duroszkóp esetében a golyóalakú gyémántbetét egy ingakalapács fejére van erősítve. Az ejtőkalapács meghatározott magasságból a munkadarabra sújt, majd a visszapattanása során egy elforduló mutatót vonszol magával, mely a kilendülés szélső pontján marad. A mutató előtt elhelyezett skálán leolvasható érték az illető anyag duroszkóppal mért Shore-keménysége.

2–10. ábra. Shore-keménységmérők



- ◆ A szkleroszkópos vizsgálatok előnye, hogy roncsolásmentes, egyszerű és gyors módszer. Hátránya, hogy a mérendő próba tömege jelentősen befolyásolja a mérés eredményét.

Leginkább nagyméretű és nagy tömegű tárgyak helyszíni vizsgálatára alkalmazzák.

A vizsgálat:

- ◆ A duroszkóppal való mérést gyors összehasonlító vizsgálatok, sorozatmérések esetén szokták használni. A mérési eredményeket itt is jelentősen befolyásolja a próbadarab tömege, valamint felületi érdessége.

2.2.3. Leeb-eljárás

A Leeb-keménységmérés elve a dinamikus (visszapattanó) módszer (2–11. ábra).

Az ütőmű meghatározott rúgóerővel a vizsgálandó felületre pattintja a „kalapácsot”. A készülék elektromágneses úton méri a kalapács ütközési és visszaverődési sebességét, amely adott anyag típust figyelembe véve kapcsolatba hozható a keménységgel.

A mért keménységértéket a készülék LCD kijelzőjéről lehet leolvasni. Szoftveresen megoldott, hogy a keménység értéket HS-, HB-, HV-, HRC- vagy HRB-értékben is megjeleníthetjük.

A vizsgálatot a mérési helyek előkészítésével kezdjük. A mérés megkezdése előtt etalon felhasználásával beállítjuk a készüléket. A méréshez az ütőművet stabilan a mérési pontra illesztjük, majd elvégezzük a mérést. Egy adott mérési ponton általában 3 ütés eredményét átlagoljuk.

Helyszíni vizsgálatokra alkalmas.

2–11. ábra. Leeb-keménységmérő eszközök digitális kijelzővel



A Leeb-eljárás, amellyel Equo Tip néven is találkozunk, napjainkban egyre jobban elterjedt.

Legfőbb előny, hogy hordozható, egyszerű, gyors és automatizálható mérési lehetőséget biztosít. Főleg nagyméretű és tömegű tárgyak helyszíni felületi keménységmérésére használják.

Hátránya, hogy a dinamikus mérési elvből következően a kis tömegű és/vagy kis falvastagságú ($s < 5\text{mm}$) mintákon való mérés az ütés közben fellépő rezgések miatt hibás eredményre vezethet.

Irodalom

Dr. Tisza Miklós (2005): *Anyagvizsgálat*. Miskolc: Miskolci Egyetemi Kiadó. Pp. 130–160.

Dr. Tóth Tamás (2004): *Mechanikai anyagjellemzők és vizsgálatuk módszerei*. Dunaújváros: Dunaújvárosi Főiskola Kiadói Hivatala.

Pósa Gyula: *Anyagvizsgálat I.*

Lovas A. (Szerk.) (2011): *Anyagismeret*. Egyetemi tananyag, Budapest: Typotex Kiadó.

Gruber Györgyné: *Roncsolásos anyagvizsgálatok 1. Szilárdsági vizsgálatok*.

Dr. Lovas Jenő: *Mechanikai anyagvizsgálat*.

Dormák Lajos (2001): *Gépészeti Anyagismeret I. Fémek és fémes anyagok*. Újvidék.



2.3. SZABVÁNYOK

Ezen fejezetben tárgyalt keménységmérési módszereket az alábbi szabványok szabályozzák:

Szabvány	Cím
MSZ EN ISO 14577-1:2015	Fémek. A keménység és az anyagjellemzők műszeres, nyomódásos rendszerű mérése. 1. rész: Mérési eljárás (ISO 14577-1:2015)
MSZ EN ISO 14577-2:2015	Fémek. A keménység és az anyagjellemzők műszeres, nyomódásos rendszerű mérése. 2. rész: A mérőberendezés igazoló ellenőrzése és kalibrálása (ISO 14577-2:2015)
MSZ EN ISO 14577-3:2015	Fémek. A keménység és az anyagjellemzők műszeres, nyomódásos rendszerű mérése. 3. rész: A keménység-összehasonlító lapok kalibrálása (ISO 14577-3:2015)
MSZ EN ISO 14577-4:2017	Fémek. A keménység és az anyagjellemzők műszeres, nyomódásos rendszerű mérése. 4. rész: Fémes és nemfémes bevonatok mérési módszere (ISO 14577-4:2016)
MSZ EN ISO 6507-1:2018	Fémek. Vickers-keménységmérés. 1. rész: Mérési eljárás (ISO 6507-1:2018)
MSZ EN ISO 6507-2:2018	Fémek. Vickers-keménységmérés. 2. rész: A keménységmérő gépek ellenőrzése és kalibrálása (ISO 6507-2:2018)
MSZ EN ISO 6507-3:2018	Fémek. Vickers-keménységmérés. 3. rész: A keménység-összehasonlító lapok kalibrálása (ISO 6507-3:2018)
MSZ EN ISO 6507-4:2018	Fémek. Vickers-keménységmérés. 4. rész: A keménységértékek táblázata (ISO 6507-4:2018)
MSZ EN ISO 6506-1:2014	Fémek. Brinell-keménységmérés. 1. rész: Mérési eljárás (ISO 6506-1:2014)
MSZ EN ISO 6506-2:2019	Fémek. Brinell-keménységmérés. 2. rész: A keménységmérő gépek ellenőrzése és kalibrálása (ISO 6506-2:2017)
MSZ EN ISO 6506-3:2014	Fémek. Brinell-keménységmérés. 3. rész: A keménység-összehasonlító lapok kalibrálása (ISO 6506-3:2014)
MSZ EN ISO 6506-4:2014	Fémek. Brinell-keménységmérés. 4. rész: A keménységértékek táblázata (ISO 6506-4:2014)
MSZ EN ISO 6508-1:2016	Fémek. Rockwell-keménységmérés. 1. rész: Mérési eljárás (ISO 6508-1:2016)
MSZ EN ISO 6508-2:2015	Fémek. Rockwell-keménységmérés. 2. rész: A keménységmérő gépek és a behatolótestek ellenőrzése és kalibrálása (ISO 6508-2:2015)



Szabvány	Cím
MSZ EN ISO 6508-3:2015	Fémek. Rockwell-keménységmérés. 3. rész: A keménység-összehasonlító lapok kalibrálása (ISO 6508-3:2015)
MSZ EN ISO 4545-1:2018	Fémek. Knoop-keménységmérés. 1. rész: Mérési eljárás (ISO 4545-1:2017)
MSZ EN ISO 4545-2:2018	Fémek. Knoop-keménységmérés. 2. rész: A keménységmérő gépek ellenőrzése és kalibrálása (ISO 4545-2:2017)
MSZ EN ISO 4545-3:2018	Fémek. Knoop-keménységmérés. 3. rész: A keménység-összehasonlító lapok kalibrálása (ISO 4545-3:2017)
MSZ EN ISO 4545-4:2018	Fémek. Knoop-keménységmérés. 4. rész: A keménységértékek táblázata (ISO 4545-4:2017)

Ellenőrző kérdések

1. Sorolja fel a dinamikus keménységmérő módszereket
2. Sorolja fel, melyek a befolyásoló tényezők a Brinell-keménységmérés során!
3. Milyen összefüggés van a terhelőerő és a golyóátmérő között Brinell-keménységmérésnél?
4. Értelmezze a következő keménységmegadást: 135 HBS 5/250/30?
5. Egy acél Brinell-keménységét 2,5 mm átmérőjű golyóval és 187,5kp-s terhelő erővel mértük. A kapott lenyomat átmérőinek átlaga: $d_1 = 0,78\text{ mm}$ és $d_2 = 0,83\text{ mm}$. Határozza meg a keménység HB-értékét és jó közelítéssel a szakító szilárdságát!
6. Hogyan választjuk ki a megfelelő keménységmérési eljárást?
7. Körülbelül mennyivel magasabbak a makro Vickers-értékek a mikrokeménység-méréssel mért értékeknél, és miért?
8. Milyen szűrőszerszámmal végezhető a Brinell-keménységmérés?
9. Hány HB-keménységig érdemes a HRB-vizsgálatot használni?
10. Mit kell ellenőrizni a Knoop, Micro-Vickers és a Szuper-Rockwell keménységmérések előtt?

Ellenőrző kérdések megoldása

1. Shore féle keménységmérési módszer (Duroszkóp, Szkleroszkóp); Poldi-kalapoács, Leeb-eljárás.
2. A golyó átmérője, a terhelőerő nagysága, a golyóátmérő és a vizsgálat anyagvastagságának viszonya, a benyomódás ideje, a lenyomatok távolsága.
3. $F = 9,81K D_2(N)$



4. 135 – keménységérték 135HBS – Brinell-eljárással, acélgolyóval mért érték

5–5 mm-es mérőgolyó

250 – a vizsgálati terhelés kp-ban

30 – a terhelési idő (másodpercben)

5. HB : 359,2; Rm= 1239,24 N/mm²

6. Az alábbi szempontok alapján:

- ◆ a vizsgált munkadarab anyagát, méretét, alakját,
- ◆ a vizsgálat pontossági követelményeit,
- ◆ a munkadarab felületén megengedett sérülés, melyet a vizsgálóeszköz okoz,
- ◆ a vizsgált felület megközelíthetőségét,
- ◆ vizsgálati körülményeket,
- ◆ a vizsgálat idejét.

7. Kb.10%-kal a szövetszerkezeti hatások, valamint a kis terhelésnél fellépő nagyobb rugalmas deformációk miatt.

8. HB 450 keménységig edzett acélgolyó, e feletti keménységekre wolfram-karbid golyó.

9. HRB-t olyan anyagokon célszerű mérni, amelyek keménysége kisebb, mint 200HB.

10. Ellenőrizni kell, hogy a benyomódás mérete ne haladja meg a réteg/anyagvastagság 1/10 részét.



3. Szakítóvizsgálatok

A szakítóvizsgálat az egyik legismertebb és leggyakrabban alkalmazott anyagvizsgáló eljárás, melyet az egységes értékelés és a mérési eredmények összehasonlíthatósága miatt az aktuális, hatályos szabványok ajánlásai alapján célszerű elvégezni. A gyakorlatban elsősorban a tervezés, a gyártás és az üzemeltetés területén alkalmazzák.

Szakítóvizsgálatok során az anyag húzó igénybevételét közepes sebességgel folyamatosan növeljük egészen a tönkremenetelig. Ebben az esetben 1% alakváltozás 1..10 s alatt megy végbe, s ezt a módszert a statikus vizsgálatok csoportjába soroljuk. Ezek a vizsgálatok rövid idő alatt elvégezhetőek és az anyag legfontosabb tulajdonságait lehet vele jellemezni.

Szakítóvizsgálatok célja

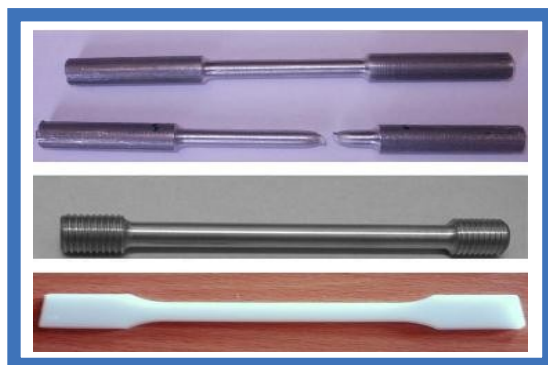
A szakítóvizsgálat során a szabványosan kialakított próbatestet a szabványban megadott sebességgel statikus húzó igénybevétellel terheljük szakadásig, és a mért adatokból (erő, megnyúlás, próbatest adatai) megállapítjuk az anyag számszerű szilárdsági és alakváltozási jellemzőit.

Próbatestek típusai

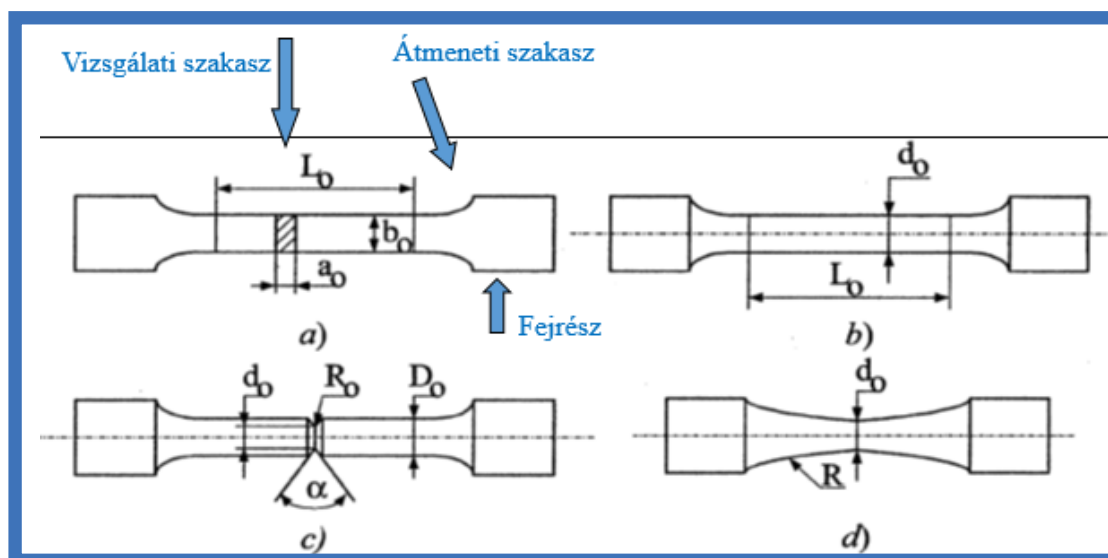
A szakítóvizsgálatokhoz használt próbatesteket általában forgácsolással alakítják ki a szabványban (ISO 6892.1) meghatározott paraméterekkel. A minták számát és a mintavételi helyeket szintén szabvány írja elő.

A próbatestek keresztmetszete lehet kör, négyzet, négyszög, körgyűrű vagy esetleg más alakú is. Készülhetnek fejrészrel vagy fejrész nélkül a befogószerkezet alakjának és méretének megfelelően (3-1. ábra)

3-1. ábra. Szakítóvizsgálatoknál alkalmazott próbatestek típusai



3-2. ábra. Szakítóvizsgálatoknál alkalmazott próbatestek típusai a jellemző adatok jelölésével: a) lapos; b) hengeres; c) bemetszett hengeres; d) öntöttvas próbatest

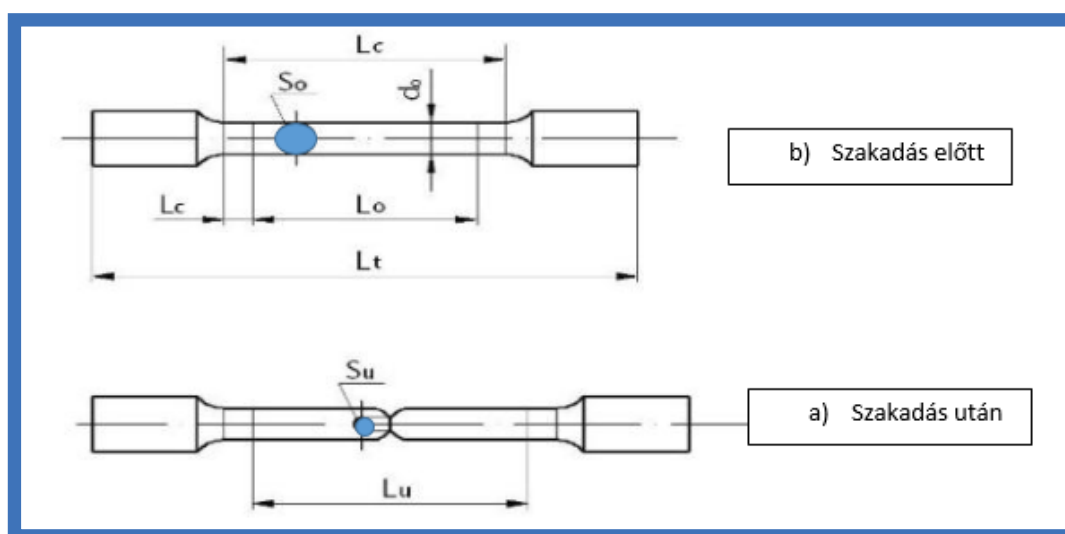


Az 3-1. és 3-2. ábrán bemutatott próbatestek 3 fő részből állnak: fejrész, egyenletes keresztmetszetű vizsgálati szakasz és a két rész közötti átmeneti szakasz. A fej kialakítása lehet sima vagy menetes (3-1. ábra). A menetes kialakítást általában rideg anyagok szakítóvizsgálatánál alkalmazzák a befogásnál az excentrikus hajlítás elkerülése érdekében.

3.1. SZAKÍTÓ PRÓBATESTÉK JELLEMZŐ ADATAI

A 3-3. ábra mutatja be szakadás előtt (3-3.b) és szakadás után (3-3.a)

3-3. ábra Szakító próbatestek jellemző adatai



S_0	a vizsgálati szakasz eredeti keresztmetszete [mm ²];
S_u	a próbatest legkisebb keresztmetszete szakadás után [mm ²];
d_0	a hengeres próbatest vizsgálati szakaszának eredeti átmérője [mm];
a_0	a hasáb alakú próbatest vizsgálati szakaszának vastagsága [mm];
b_0	a hasáb alakú próbatest vizsgálati szakaszának szélessége [mm];
L_t	a próbatest hosszúsága a fejrésszel együtt [mm];
L_c	a próbatest hengeres vagy hasáb alakú részének hossza az átmeneti részek nélkül [mm];
L_0	a próbatest vizsgálati hosszán kijelölt eredeti jeltávolság [mm];
L_u	a jeltávolság a szakadás után [mm].

Szakadás előtt:

◆ Jeltáv L_0 (mm)

A jeltávolság a próbatest vizsgálati hosszának keresztmetszet nagysága alapján kijelölt szakasz, melyet az alakváltozási jellemzők számításánál kiindulási hosszúnak tekintünk.

$$L_0 = k \sqrt{S_0}$$

Az eredeti jeltávolság két végét finom karcokkal vagy jelekkel kell megjelölni.

Kör keresztmetszetű próba esetén:

- ◆ Rövidarányos próbatesteknél $L_0 \sim 5d_0$;
- ◆ Hosszúarányos próbatesteknél $L_0 \sim 10d_0$

Lapos próba esetén:

- ◆ Rövidarányos próbatesteknél $k=5,65$; $L_0 = 5,65 \sqrt{S_0}$
- ◆ Hosszú arányos próbatesteknél $k=11,3$; $L_0 = 11,3 \sqrt{S_0}$

Öntöttvas próbatestek (3–2.d. ábra) kimunkálásánál nem kerül sor a mérőhossz kijelölésére szolgáló vizsgálati szakasz kialakítására, mivel ez az anyag nagyon rideg, és képlékeny alakváltozás nélkül szakad, nincs nyúlása.

◆ Szakadás előtti keresztmetszet S_0 (mm²)

◆ Kör keresztmetszet esetén: $S_0 = \frac{d_0^2 \pi}{4}$

◆ Nem kör keresztmetszet esetén: $S_0 = a_0 b_0$.



Szakadás után:

◆ Szakadás utáni jeltávolság L_u (mm) (a két darab egymáshoz illesztése úgy, hogy tengelyeik egy egyenesbe essenek):

- ◆ Szakadás után mért átmérő d_u (mm)
- ◆ Szakadás utáni keresztmetszet S_u (mm²)

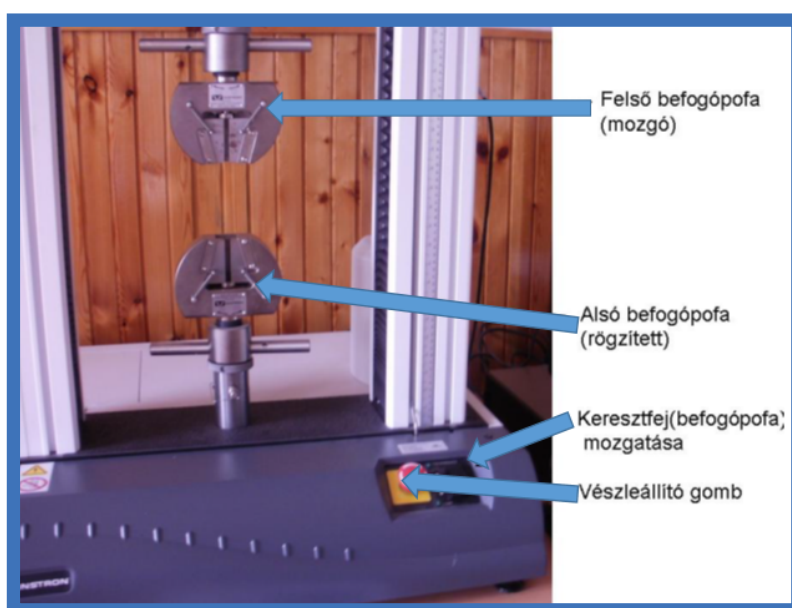
◆ Kör keresztmetszet esetén: $S_u = \frac{d_u^2 \pi}{4}$

◆ Téglalap keresztmetszet esetén: $S_u = a_u \cdot b_u$

3.2. SZAKÍTÓVIZSGÁLAT BERENDEZÉSEI

A szakítógépek mechanikus, hidraulikus vagy elektromechanikus működésű, különböző tartozékokkal rendelkező gépek. Terhelésük néhány száz newtontól (N) akár meganewton (MN) nagyságrendig is terjedhet. Korszerű kivitelei elektromechanikus működésűek, vezérlő és adatgyűjtő elektronikával, valamint anyagvizsgáló szoftverrel rendelkeznek. A számítógéppel vezérelt szakítógépek előnye az adatok részletesebb elemzésének, tárolhatóságának a lehetősége, ami minőségbiztosításnál fontos követelmény. Készülnek univerzális anyagvizsgáló berendezések is, amelyek a szakítóvizsgálaton kívül a megfelelő tartozékok segítségével nyomó, hajlító és fárasztóvizsgálat elvégzésére is alkalmasak. A szakítógépek fő részei a gépkeret, a hajtómű, az erő és nyúlásmérő berendezés, valamint a befogószerkezetek. A 3–4. ábra egy elektromechanikus szakítógép befogószerkezetét és ennek mozgató elemeit mutatja be.

3–4. ábra. Egy asztali telepítésű szakító gép fő részei



A szakítógépek lehetnek álló, és asztali elrendezésűek a terhelésük nagyságának függvényében, valamint készülnek egyoszlopos és kétoszlopos kivitelben, valamint hőkamrával ellátva is (3–5. ábra).

A hőkamrás anyagvizsgáló géppel lehetővé válik a szakítóvizsgálat magasabb hőmérsékleten történő elvégzése is, amelynek különösen nagy a jelentősége a magasabb hőmérsékleten üzemelő alkatrészek anyagjellemzőinek meghatározásakor és ellenőrzése során.

3–5. ábra. Korszerű szakítógépek egyoszlopos és kétoszlopos kivitelben és hőkamrával



A szakítógépek feladata:

- ◆ rögzíti a próbatestet,
- ◆ előállítja és méri a húzóerőt,
- ◆ méri a nyúlást (elmozdulást),
- ◆ szakítódigramot készít.

A szakítógéppel szembeni követelmények a következők:

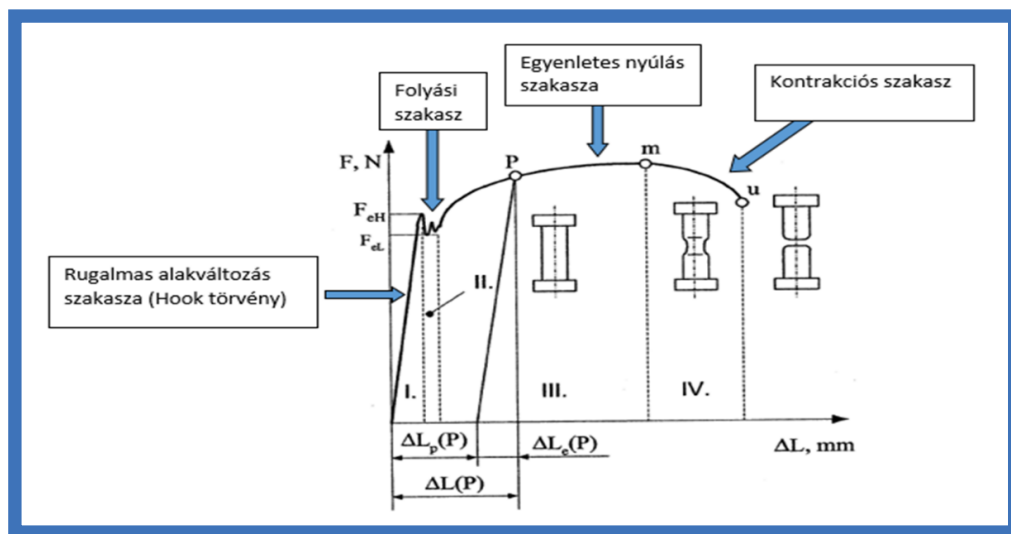
- ◆ a próbatesthez képest nagy merevség,
- ◆ a próbatesthez illeszkedő befogószerkezet,
- ◆ erőmérési és regisztrálási lehetőség,
- ◆ a befogófej mozgásának mérése és regisztrálása (durva nyúlás mérése),
- ◆ próbatestre illeszkedő útagós (nyúlásmérős) regisztrálási lehetőség (finom nyúlás),
- ◆ szabályozható sebesség.

3.3. A SZAKÍTÓDIAGRAM ÉRTELMEZÉSE ÉS SZAKASZAI

A szakítóvizsgálatokat lassan növekvő terheléssel végezzük, melynek egyik eredménye az erő-megnyúlás ($F-\Delta L$) vagy feszültség – fajlagosnyúlás diagram ($\sigma - \epsilon$), amit röviden szakítódiagramnak nevezünk. Ezt a diagramot a szakítógéppel készíti el a gép típusától, korszerűségétől függően.

A szakítóvizsgálat közben lejátszódó folyamatok és a diagram jellegzetes szakaszai a lágyacél szakítódiagramján szemléltethető a legjobban (3–6. ábra).

3–6. ábra. A lágyacél szakítódiagramja és jellegzetes szakaszai



A diagram szakaszai jól szemléltetik a próbatest rugalmas és maradó alakváltozásait a vizsgálat folyamán.

I. szakasz: *Rugalmas alakváltozás szakasza.* Az anyagok rugalmassági határán belül az alakváltozás lineárisan arányos a terheléssel. (Hooke-törvény). A rugalmas alakváltozás alapvető jellemzője, hogy a terhelés megszűnése után a próbatest visszanyeri eredeti alakját.

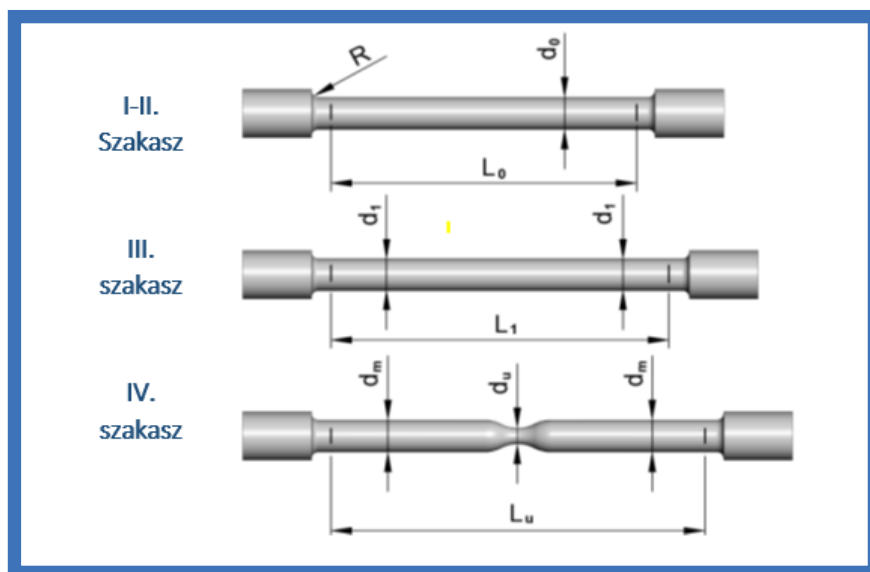
II. szakasz: *Folyási szakasz.* Amikor a terhelés eléri egy kritikus értéket, elkezdődik a képlékeny alakváltozás. A folyás szakaszán belül F_{eH} (felső folyáshatárhoz tartozó erő) erőnél megindul az anyagban maradó alakváltozás, amely a szakaszon belül egy kisebb erőhatással (F_{eL}) is folytatódik.

III. szakasz: *Egyenletes alakváltozás (nyúlás) szakasza.* Ezt a szakaszt szokták keményedési szakasznak is nevezni. A próbatest minden keresztmetszetében a folyáshatár erőszükségleténél nagyobb erő hatására csaknem egyenletes mértékű képlékeny alakváltozás indul meg. Ezen a húzási szakaszon a próbatest keresztmetszete egyenletesen csökken. Alakváltozási keményedés jön létre.



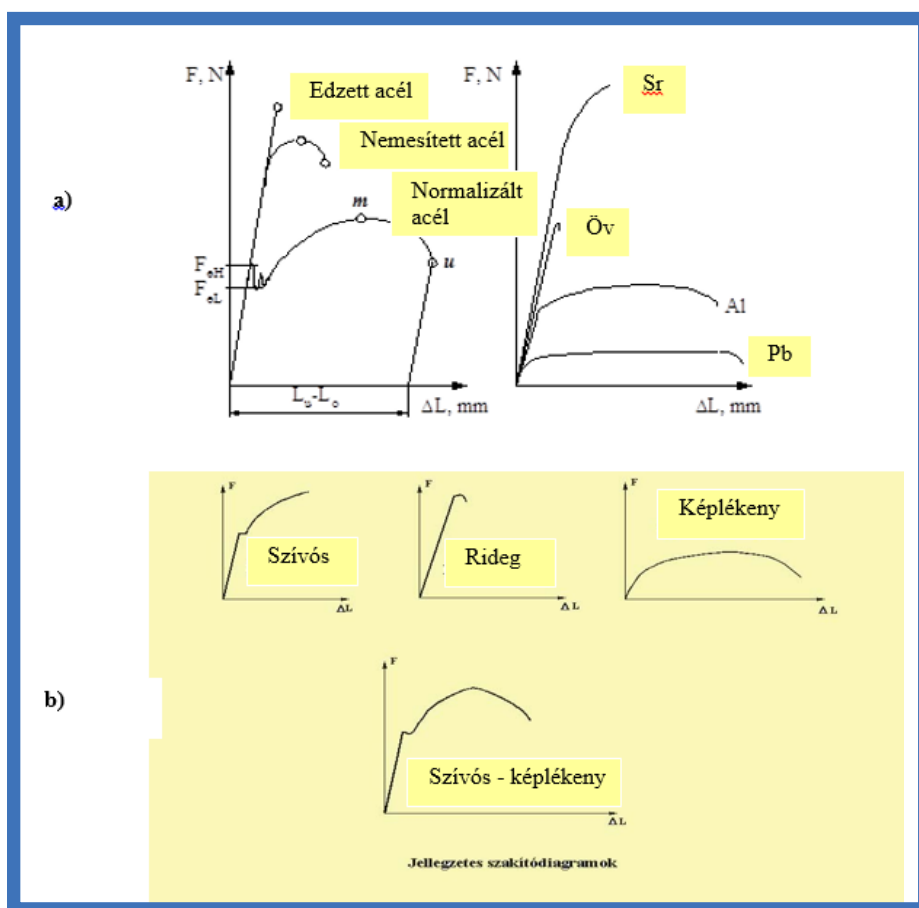
IV. szakasz: A kontrakció szakasza, amelyen belül a próbatest egy ponton elvékonyodik, majd ott el is szakad. Az F_m erő elérése után csak meghatározott csúszó síkok mentén következnek be elcsúszás, és így a próbatestben már csak helyi alakváltozás megy végbe. Az így keletkezett helyi alakváltozás az, amit kontrakciónak (keresztmetszet-változás) nevezünk. A deformálódott próbatest alakját az egyes szakaszokban a 3–7. ábrán követhetjük nyomon.

3–7. ábra. A deformálódott próbatest alakja az egyes jellegzetes szakaszokban



A húzófeszültség hatására a különböző összetételű anyagok más módon viselkednek. A 3–8. ábra a fontosabb szerkezeti anyagok szakítódiaagramjait mutatja. Megfigyelhető az ábrán a nyúlás és a terhelés változása a különböző anyagminőségek esetén.

3–8. ábra. Jellegzetes szakító diagram típusok különböző ötvözetekre



3.4 A SZAKÍTÓVIZSGÁLTATL MEGHATÁROZHATÓ SZILÁRDSÁGI MÉRŐSZÁMOK

A szakítódíagram betűjelzései a következők:

- ◆ $F_{r0,02}$ - az egyezményes rugalmassági határ erőszükséglete 0,02% maradó nyúlást okozó erő [N];
- ◆ $F_{r0,002}$ - az egyezményes rugalmassági határ erőszükséglete 0,002% maradó nyúlást okozó erő [N];
- ◆ F_{eH} - a felső folyáshatár erőszükséglete (a folyást megindító erő) [N];
- ◆ F_{eL} - az alsó folyáshatár erőszükséglete (a folyást fenntartó erő) [N];
- ◆ F_m - a vizsgálat folyamán fellépő maximális erő [N];
- ◆ F_u - a szakadás pillanatában mérhető erő [N]

Az adott anyagból készített próbatest szakítóvizsgálata alapján meghatározhatók az anyag szilárdsági és képlékenységi jellemzői.

A szilárdság (ellenállás) és feszültség jellegű – azonos mértékegységű – értékek összehasonlíthatósága teszi lehetővé az alkatrészek méretezését.



Az anyag szilárdsági jellemzői a **szakítószilárdság** és a **folyáshatár**.

A **szakítószilárdságot** (R_m) úgy határozzuk meg, hogy a próbatest szakítóvizsgálata során mért maximális erőt (F_m) osztjuk a próbatest eredeti keresztmetszetével (S_0).

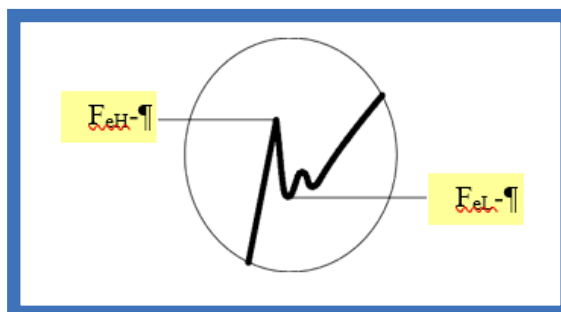
Természetesen a valódi feszültséget akkor kapnánk meg, ha a legnagyobb húzóerőnél mért átmérőből számított keresztmetszettel (valódi keresztmetszettel) végeznénk a számítást. A gyakorlatban azonban az anyagokat a vizsgálat előtti keresztmetszettel számított szakítószilárdsággal jellemzik.

$$R_m = \frac{F_m}{S_0} \text{ (MPa)}$$

A folyáshatár: $R_{eH}; R_p$ (MPa) a maradó alakváltozás kezdetét jelentő feszültség, amelyet a folyáshatárhoz tartozó erő és a vizsgálat előtti keresztmetszet hányadosával határozzuk meg (3–9. ábra)

- ◆ $R_{eH} = F_{eH} / S_0$ [MPa],
- ◆ $R_{eL} = F_{eL} / S_0$ [MPa],
- ◆ S_0 = eredeti keresztmetszet.

3–9. ábra. Felső/alsó folyáshatár megjelenése a szakító diagramon



Alsó folyáshatár: R_{eL} a folyás közben mért legkisebb terhelő erő és a kiinduló keresztmetszet hányadosa.

Felső folyáshatár: R_{eH} a folyás közben mért legnagyobb terhelő erő és a kiinduló keresztmetszet hányadosa.

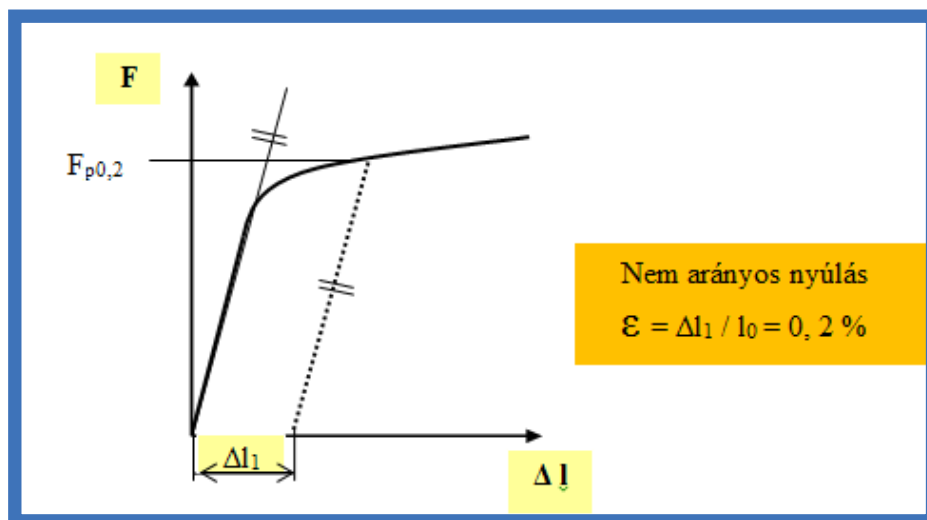
Ha nincs látható folyáshatára az anyagnak a szakítódiaagramon, akkor megadható a terhelt állapotban mért egyezményes folyáshatár pl. 0,2%-os nyúlásnál Jele: $R_{p0,2}$ [MPa].

Az **egyezményes folyáshatár** a 0,2%-os maradó alakváltozáshoz tartozó erő és a vizsgálat előtti keresztmetszet hányadosa (3–10. ábra).

$$R_{p0,2} = \frac{F_{p0,2}}{S_0} \text{ (MPa)}$$



3–10. ábra. Az egyezményes folyáshatár meghatározása



Kontrakciós feszültség R_u szakadás pillanatában mért erő F_u – és a szakadás utáni keresztmetszet – S_u – hányadosa

$$R_u = \frac{F_u}{S_u} \text{ (MPa)}$$

Rugalmassági modulusz: E [MPa] a rugalmas szakasz meredekségéből számítható anyagjellemző, amely az anyag rugalmas viselkedéséről ad tájékoztatást. A szakítódiagram alapján megadható az anyagok rugalmassági határa is, amely a folyási határnál kisebb értékű feszültséget jelent.

A **rugalmassági határ** az a legnagyobb feszültség, amelynek hatására kialakuló maradó alakváltozás nem haladja meg a 0,02%-ot. Jellemezhető erővel ($F_{0,02}$) vagy feszültséggel ($\sigma_{0,02}$).

Meleg szilárdság: a tartósan magasabb hőmérsékleten üzemelő termékek, szerszámok fontos szilárdsági jellemzője. A szakítóvizsgálatot az előírt hőmérsékletű próbatesten kell elvégezni és így meghatározni a folyáshatárát.

3.5. A SZAKÍTÓVIZSGÁLATTAL MEGHATÁROZHATÓ ALAKVÁLTOZÁSI JELLEMZŐK

A próbatest a szakítóvizsgálat során megnyúlik, keresztmetszete lecsökken. A vizsgálat előtti és a szakadás utáni adatok ismeretében kiszámítható a szakadási nyúlás és a legnagyobb keresztmetszet-csökkenés értéke, amelyek fontos információkat jelentenek a vizsgált anyag alakíthatóságáról.

Százalékos (szakadási) nyúlás:

$$A_m = \frac{L_u - L_0}{L_0} \cdot 100\%$$

Százalékokban fejezzük ki, hogy az L_0 hosszúságú eredeti jeltávolság a szakítókísérlet végére milyen értékben nyúlt meg:

- ◆ m: arányos próbatestek esetén meg kell adni az arányossági együtthatót,
- ◆ nem arányos próbatesteknél az eredeti jeltávolság értékét kell feltüntetni mm-ben.

Példák:

- ◆ A_{10} – amikor a próbatest jelölt hossza (L_0) a d_0 tízszerese kör keresztmetszetű próba esetén,
- ◆ $A_{11,3}$ – amikor a próbatest jelölt hossza (L_0) az S_0 tízszerese lapos próba esetén,
- ◆ A_{80} – amikor L_0 80mm.

Kontrakció, fajlagos keresztmetszetcsökkenés:

$$Z = \frac{S_0 - S_u}{S_0} \cdot 100\%$$

A próbatest keresztmetszetének legnagyobb változása a vizsgálat során.

3.6. A MÉRNÖKI ÉS A VALÓDI DIAGRAM KÖZTI KÜLÖNBSÉG

A valódi szakítódiagram felvételekor a mechanikai jellemzők meghatározásánál nem a kiinduló keresztmetszettel számolunk, hanem mindig a pillanatnyi keresztmetszetet vesszük alapul. Így a diagram nem fog visszafordulni, hanem folyamatosan növekvő görbét ad (3–11. ábra).

Mechanikai jellemzők a mérnöki rendszerben:

- ◆ Feszültség: $\sigma_E = \frac{F}{S_0}$ (MPa)
- ◆ Alakváltozás: $\varepsilon = (l - l_0)/l_0 = (S_0/S) - 1$

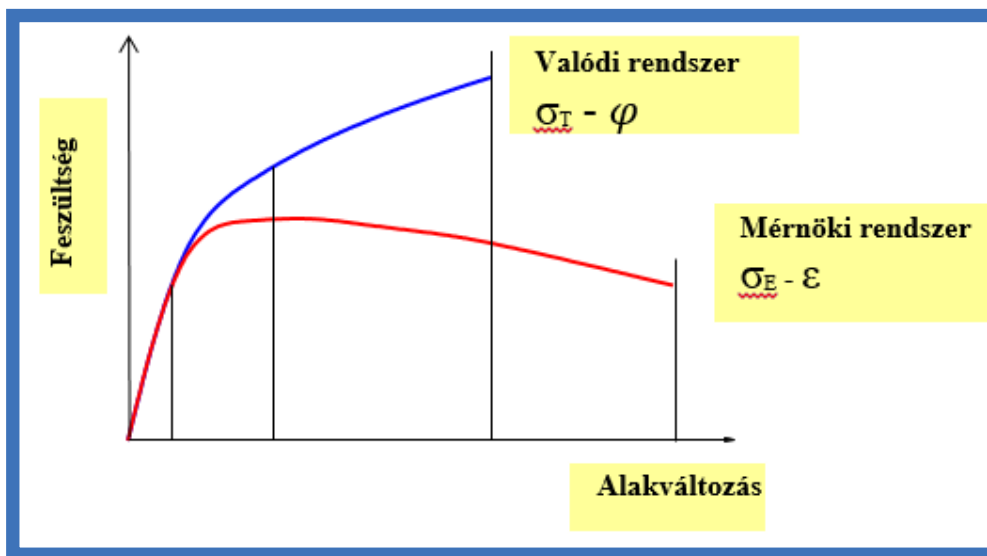
ahol l egy tetszőlegesen rövidre választott mérőhossz pillanatnyi, míg l_0 ugyanannak eredeti hossza és S a próbatest pillanatnyi keresztmetszete, S_0 próbatest kiinduló keresztmetszete.

Mechanikai jellemzők a valódi rendszerben:

- ◆ Feszültség: $\sigma_T = F/S$ (MPa)
- ◆ Alakváltozás: $\varphi = \ln l/l_0 = \ln S_0/S$



3-11. ábra. A mérnöki és a valódi feszültségek



3.7. A SZAKÍTÓVIZSGÁLAT EREDMÉNYEIT BEFOLYÁSOLÓ TÉNYEZŐK

A szakítóvizsgálat eredményeit befolyásoló tényezőket 3 csoportba lehet sorolni:

- ◆ A vizsgált próbatest anyagával kapcsolatos tényezők:
 - ◇ anyagszerkezet, összetétel, anyagállapot – rideg, lágy, szívós – az anyag feszültségi állapota stb.
- ◆ A vizsgálati körülmények: a vizsgálat hőmérséklete, befogás módja, vizsgáló berendezés pontossága, az alakváltozás sebessége, a vizsgálat elvégzésének módja-vagyis a terhelés növekedésének egyenetlensége.
- ◆ A vizsgált próbatesttel összefüggő tényezők: próbatest mintavételének körülményei; minták száma, a próbatest mérete, a próbatest felületi minősége; a próbatest alakja, megmunkálási pontossága stb.

Irodalom

Tisza Miklós (2005): *Anyagvizsgálat*. Miskolc: Miskolci Egyetemi Kiadó. Pp. 130–160.

Tóth Tamás (2004): *Mechanikai anyagjellemzők és vizsgálatuk módszerei*. Dunaújváros: Dunaújvárosi Főiskola Kiadói Hivatala.

Pósa Gyula: *Anyagvizsgálat I.*

Lovas A. (Szerk.) (2011): *Anyagismeret*. (Egyetemi tananyag) Budapest: Typotex Kiadó.

Gruber Györgyné: *Roncsolásos anyagvizsgálatok 1. Szilárdsági vizsgálatok*.

Lovas Jenő: *Mechanikai anyagvizsgálat*.

Dormák Lajos (2001): *Gépészeti Anyagismeret I. Fémek és fémes anyagok*. Újvidék.



3.8. SZABVÁNYOK

Ezen fejezetben tárgyalt szakítóvizsgálatokat az alábbi szabványok szabályozzák:

Szabvány	Cím
MSZ EN ISO 6892-1:2020	Fémek. Szakítóvizsgálat. 1. rész: Vizsgálati módszer szobahőmérsékleten (ISO 6892-1:2019)
MSZ EN ISO 6892-2:2018	Fémek. Szakítóvizsgálat. 2. rész: Vizsgálat növelt hőmérsékleten (ISO 6892-2:2018)
MSZ EN ISO 5178:2019	Fémek hegesztett kötéseinek roncsolásos vizsgálatai. Ömlesztőhegesztéssel készített kötések heganyagának hosszirányú szakítóvizsgálata
MSZ EN ISO 14272:2016	Ellenállás-hegesztés. Hegesztett kötések roncsolásos vizsgálata. Ellenállás-ponthegesztéssel és zömítő ellenállás-dudorhegesztéssel készített varratok keresztirányú szakítóvizsgálata és a próbatest méretei
MSZ EN ISO 9018:2016	Fémek hegesztett kötéseinek roncsolásos vizsgálatai. Kereszt- és átlapolt kötések szakítóvizsgálata
MSZ EN ISO 6892-3:2015	Fémek. Szakítóvizsgálat. 3. rész: Vizsgálat kis hőmérsékleten
MSZ EN ISO 26203-2:2012	Fémek. Szakítóvizsgálat nagy nyújtási sebességgel. 2. rész: Szervohidraulikus és más vizsgáló rendszerek
MSZ EN 10274:1999	Fémek. Ejtősúlyos szakítóvizsgálat
MSZ 105-37:1983	Fémek mechanikai vizsgálata. Huzalok csomós szakítóvizsgálata
MSZ EN ISO 4136:2013	Fémek hegesztett kötéseinek roncsolásos vizsgálatai. Keresztirányú szakítóvizsgálat
MSZ EN ISO 26203-1:2018	Fémek. Szakítóvizsgálat nagy alakváltozási sebességgel. 1. rész: Hajlékony rudas típusú rendszerek

Ellenőrző kérdések

1. Egy ötvöztött acél szakítókérdővizsgálatát végeztük el. A próbatest eredeti átmérője 16 mm, eredeti jeltávolsága 80mm, szakadás utáni legkisebb átmérője 12,4 mm, szakadás utáni jeltávolsága 87 mm. Az eredeti jeltáv 02%-os megnyúlásából húzott párhuzamos egyenes a szakító görbét 2577000N-nál metszi.

Határozza meg a

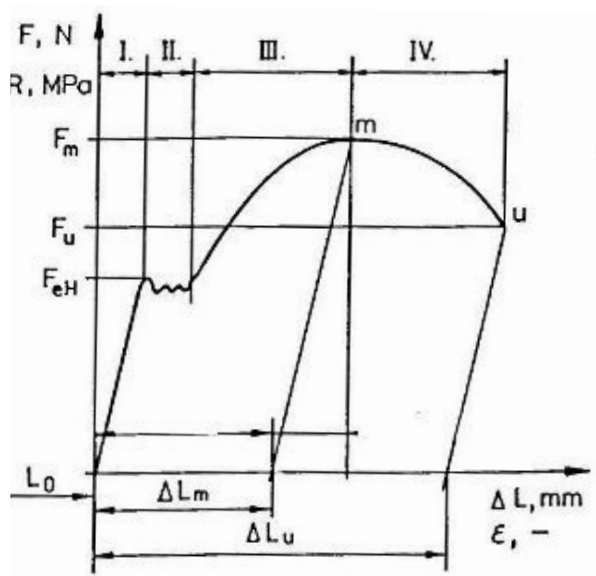
- a) folyáshatárt,
- b) szakadási nyúlást,
- c) szakadási kontrakciót.



2. Egészítse ki a következő meghatározásokat! Írja a helyes válaszokat a kipontozott vonalra!

- a) A maradó alakváltozás kezdetét jelentő feszültség, amelyet a folyáshatárhoz tartozó erő és a vizsgálat előtti keresztmetszet hányadosával határozzunk meg.
- b) A a próbatest vizsgálati hosszán kijelölt szakasz, melyet az alakváltozási jellemzők számításánál kiindulási hosszknak tekintünk
- c) A a vizsgálat során mért legnagyobb húzóerő és a vizsgálat előtti keresztmetszet hányadosa

3. Nevezze meg a szakítódigram megjelölt szakaszait!



I - II - III - IV -

4. Milyen tényezők befolyásolják a szakítóvizsgálat eredményeit?

5. Egy $d_0=10\text{mm}$ átmérőjű rövid arányos próbatest szakadási nyúlása 25%. Mekkora a szakadás utáni hossza (L_u)?

6. Hogy számoljuk ki a fajlagos keresztmetszet csökkenést?

7. Mi az alsó folyáshatár értelmezése?

8. Jellemezze a szakítógörbe rugalmas alakváltozási szakaszát!

9. Mi a különbség a valódi és a mérnöki szakítódigram között?

10. Mi az $A_{5,65}$ jelentése?



Megoldások

1. a) $R_{p0,2} = 12821 \text{ N/mm}^2$ b) $A = 8,75\%$; c) $Z = 39,8\%$
2. a) folyáshatár; b) jeltávolság; c) szakítószilárdság
3. I. szakasz: Rugalmas alakváltozás szakasza; II. szakasz: A folyás szakasza; III. szakasz: Egyenletes alakváltozás szakasza; IV. szakasz A kontrakció szakasza
4. A vizsgálati próbatest anyagával, a vizsgálat körülményeivel valamint a vizsgált próbatesttel kapcsolatos tényezők
5. $L_u = 62,5 \text{ mm}$
6.
$$Z = \frac{S_0 - S_u}{S_0} \cdot 100\%$$
7. Az R_{eL} a folyás közben mért legkisebb terhelőerő és a kiinduló keresztmetszet hányadosa.
8. *Rugalmas alakváltozás szakasza.* Az anyagok rugalmassági határán belül az alakváltozás lineárisan arányos a terheléssel. (Hooke-törvény). A rugalmas alakváltozás alapvető jellemzője, hogy a terhelés megszűnése után a próbatest visszanyeri eredeti alakját.
9. A valódi szakítódiagram felvételekor a mechanikai jellemzők meghatározásánál nem a kiinduló keresztmetszettel számolunk, hanem mindig a pillanatnyi keresztmetszetet vesszük alapul. Így a diagram nem fog visszafordulni, hanem folyamatosan növekvő görbét ad.
10. $L_0 = 5,65 \sqrt{S_0}$



4. ÜTŐVIZSGÁLATOK

Az ütvehajlító vizsgálatok a dinamikus vizsgálatok közé tartoznak. Elsősorban a szerkezeti anyagok szívósságának vizsgáló módszerei, melynek során az anyagnak az ütésszerű igénybevétellel szembeni ellenállását vizsgálják, valamint a fémek rideg törési hajlamának kimutatására szolgál. A világ anyagvizsgálati laboratóriumaiban kétféle módszer terjedt el a Charpy- és az Izod-féle ütve-hajlító vizsgálatok.

Az Izod-féle vizsgálatokat elsősorban az Egyesült Királyságban és az Amerikai Egyesült Államokban alkalmazzák és a módszert a fémes anyagok vizsgálata mellett gyakran használják nemfémes anyagok vizsgálatára is.

Nagyobb jelentőséggel bír a Charpy-féle vizsgálatok, amik a V- és U-bemetszésű próbatesttel vizsgáltszerte elterjedtek. Ez a fejezet ezt a mérési eljárást mutatja be részletesen.

4.1. A VIZSGÁLAT CÉLJA

A Charpy vizsgálat egy szabványosított vizsgálat (MSZ EN ISO 148), melynek elve, hogy a középben V-, vagy U-bemetszésű, két végén alátámasztott próbatestet a bemetszéssel átellenes oldaláról az ütőgép kalapácsának egy ütésével eltörik (1. ábra) majd meghatározzák a felhasznált energiát. Az anyag szívósságát a törésre felhasznált energiával jellemzik.

Ezt a vizsgálati módszert előszeretettel használják hőkezelés, melegalakítás és egyéb kohászati technológiák eredményességének ellenőrzésére.

A hőmérséklet függvényében felvett ütőmunka görbék lehetővé teszik a szívós és a rideg állapot közötti átmenet hőmérsékletének kijelölését, ami kiválóan alkalmas többek között a szemcsedurulás, elridegedés kimutatására.

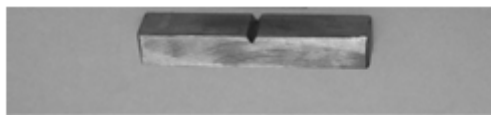
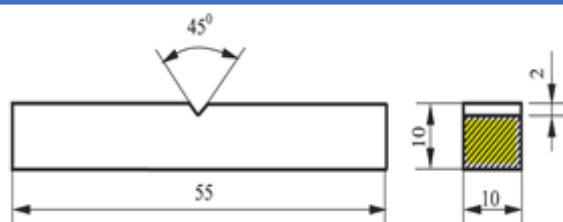
4.2. A PRÓBATEST TÍPUSA

A próbatest alakját és méretét szabvány írja elő, egy 10x10 mm keresztmetszetű és 55 mm hosszúságú hasáb V-bemetszéssel (4-1. ábra).

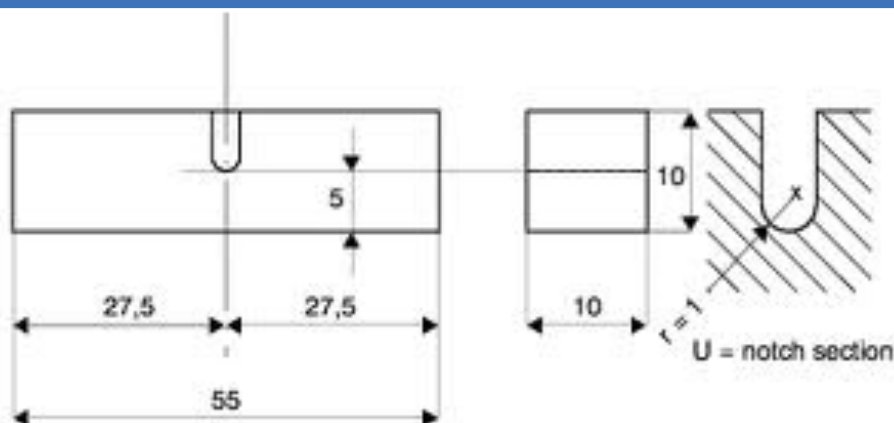
Korábban számos bemetszés fajtát használtak, a Charpy-U-, a Mesnager-, a kulcslyuk- és a DVM-próbatetek voltak a V-bemetszés mellett a legelterjedtebbek. Napjainkban a szabvány előírásának megfelelően a Charpy-V és Charpy-U-próbatetek használatosak.



4-1. ábra. Ütővizsgálatokhoz használt V és U bemetszésű szabványos próbatestek



V bemetszésű próbatest



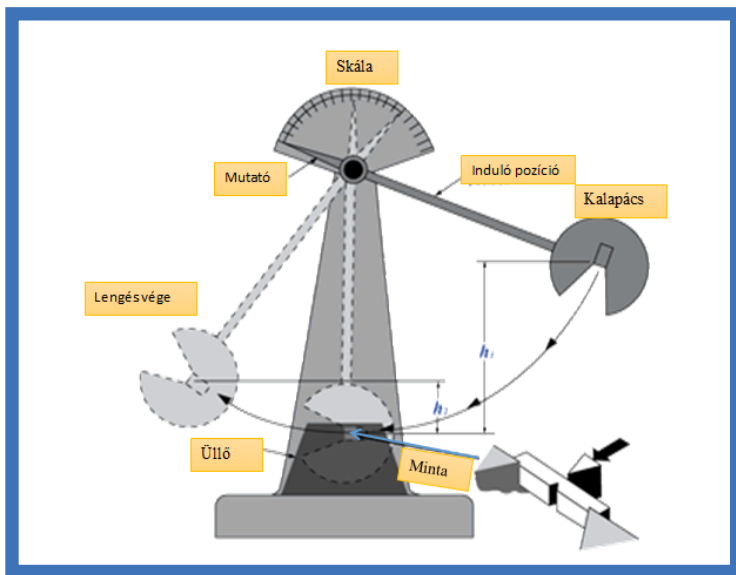
U bemetszésű próbatest

A vizsgálat során a próbatestet a vízszintes próbatartóra helyezik úgy, hogy az ütés a próbatestnek a bemetszéssel szembeni oldalát érje. A mintát központosítani kell, hogy a bemetszés pontosan a próbatartó fesztávolságának a közepére kerüljön.

4.3. A VIZSGÁLAT MENETE ÉS KIÉRTÉKELÉSE

A vizsgálatot ingás ütőművön végezzük, melynek vázlatát a 4-2. ábra tartalmazza.

4-2. ábra. Charpy-féle ingás ütőmű vázlata



A próba elhelyezése után a gép mutatóját a skála végpontjához, azaz a maximális ütőenergiának megfelelő pontra állítjuk. Ezután felemeljük az ingát, míg a retesz-szerkezet megakasztja azt. A reteszt kioldva a kalapács a próbát eltöri. Az inga kezdeti helyzeti energiája mozgási energiává alakul és a pályájának legalsó pontján éri el a maximumát. Ebben a pontban találkozik a próbatesttel és töri azt el, miközben mozgási energiájának egy része a törésre fordítódik, a másik, megmaradó része pedig az ingát túllendíti a próbatesten egy bizonyos ' h_2 ' emelkedési magasságig.

Egy anyag ütéssel szembeni ellenállása a próbatest elütésére felhasznált energiával jellemezhető. A felhasznált energiát – a vonszolt mutatóról leolvasva – nevezzük ütőmunkának, ami a lengő inga ütés előtti és ütés utáni energiájának a különbsége. A próbatest bemetszésének fajtáját is figyelembe véve a próbatest és az ütővizsgálat szabványos jelölései és megnevezései a következők:

Az ütőmunkák az értelmezéséhez a 4-2. ábrán található geometriai viszonyokat használhatjuk fel. A lengő inga ütés előtti helyzeti energiája:

$$E_h = G \cdot h_1 \text{ (Joule).}$$

Az inga mozgása közben a kezdeti helyzeti energia mozgási energiává alakul át.

Az ütőmű kalapácsának sebessége:

$$v_0 = \sqrt{2gh_1}.$$



Az ütés sebessége általában 4–7 m/s intervallumba esik, ami függ a vizsgált anyag viselkedésétől és az ütőmű konstrukciójától. A próbatest törése általában 10^3 s^{-1} alakváltozási sebességnél következik be.

A lengő inga mozgási energiájával a törés pillanatában megegyezik az inga ütés előtti helyzeti energiájával.

$$E_h = E_m \text{ (Joule).}$$

Az ütés után a maradó energia pedig:

$$E_u = G \cdot h_2 \text{ (Joule).}$$

A töréshez felhasznált energia, vagyis az ütőmunka (KV), a kettőnek a különbsége:

V bemetszésű próbatestnél:

$$KV = E_h - E_u = G \cdot (h_1 - h_2) \text{ (Joule)}$$

Egy anyag ütéssel szembeni ellenállásának jellemzésére a fajlagos ütőmunka is használatos. Az ütőmunka és a próbatest törési keresztmetszetének – a mérés előtt megmért geometriai értékek felhasználásának segítségével – hányadosa adja meg a fajlagos ütőmunkát, azaz

$$KCV = \frac{KV}{S_0};$$

$$KCU = \frac{KU}{S_0};$$

ahol

- ◆ KCV a fajlagos ütőmunka V-bemetszésű próbatest használatakor, (J/cm^2);
- ◆ KCU a fajlagos ütőmunka U-bemetszésű próbatest használatakor, (J/cm^2);
- ◆ S_0 az eredeti keresztmetszete a bemetszés helyén (cm^2).

A fajlagos ütőmunka nem összetartozó értékek hányadosa, mert a próbatest elütésére felhasznált energia bizonyos része a térfogat deformálására fordítódik.

A fajlagos ütőmunkának, mint mérőszámnak fizikai tartalma nincs, ezért csak arra használható, hogy segítségével az egyes anyagokat meghatározott szempont szerint rangsoroljuk.

4.4. AZ ÜTŐMUNKA ÉRTÉKÉT BEFOLYÁSOLÓ TÉNYEZŐK

A kapott ütőmunkát jelentősen befolyásolja a próbatest típusa, azaz az alkalmazott bemetszés. Az élesebb bemetszések ridegítő hatása kisebb ütőmunka értékeket eredményez, ezért is egységesítették a szabványban a bemetszés típusát.

A katasztrófák hívták fel a figyelmet arra, hogy az előírt anyagjellemzőkkel (szakítószilárdsággal, folyáshatárral) rendelkező szerkezetek, gépalkatrészek (pl. hidak, hajók, tartályok, tengelyek) különböző



tényezők hatására mégis károsodhatnak, törhetnek. A szerkezeti anyagaink tönkremenetelének két szélsőséges típusa a rideg törés, illetve a képlékeny törés.

Ugyanakkor az anyagok rideg, illetve az anyag képlékeny viselkedése nem abszolút tulajdonsága, hanem függ az úgynevezett mechanikai állapot tényezőktől. Vagyis a ridegség, illetve képlékenység nem anyagi tulajdonságok, hanem az anyag egy állapota, viselkedése.

A mechanikai állapot tényezők

A mechanikai állapot tényezők a vizsgálati (üzemelési) körülményekkel, illetve a szerkezet geometriájával, terhelésével hozhatók kapcsolatba. A mechanikai állapot tényezők az alábbiak:

- ◆ hőmérséklet,
- ◆ igénybevétel sebessége,
- ◆ feszültségi állapot.

Vizsgáljuk meg részletesen az egyes állapot tényezők hatását.

4.4.1. HŐMÉRSÉKLET HATÁSA, AZ ÁTMENETI HŐMÉRSÉKLET MEGHATÁROZÁSA

A szerkezeti acélok jelentős részére jellemző, hogy a hőmérséklet csökkenésével egyre ridegebbé válnak. Ez leginkább az ütésenergia csökkenésében jelentkezik a szilárdsági jellemzők növekedése és az alakváltozási képesség romlása mellett. A szívós állapotból a rideg állapotba való átmenet hőmérséklete (3. ábra) igen fontos anyagjellemző, a hőmérséklet csökkenéssel járó elridegedésnek különösen nagy jelentősége van az ipari gyakorlatban. A kétféle viselkedés közötti tartományban jelölhető ki az átmeneti hőmérséklet, ami fontos mérőszáma az acélszerkezetek anyagválasztásának.

A vizsgálat megismerése előtt értelmezzünk néhány, a témához kapcsolódó alapfogalmat!

Rideg anyagok: azok az anyagok, amelyek képlékenyen nem alakíthatóak, a törés körülményeitől (pl. a hőmérséklettől) függetlenül mindig ridegen törnek. Például edzett szerszámacélok, az öntvények, az üvegek, vagy a kerámia.

Vannak azonban olyan körülmények – mint például a nagyon alacsony hőmérséklet – amikor az egyébként jól alakítható és szívósan viselkedő anyagok is ridegen törhetnek, ridegen viselkedhetnek. Az anyagoknak a körülmények változásából adódó ridegségét az anyagok **rideg viselkedésének** nevezzük.

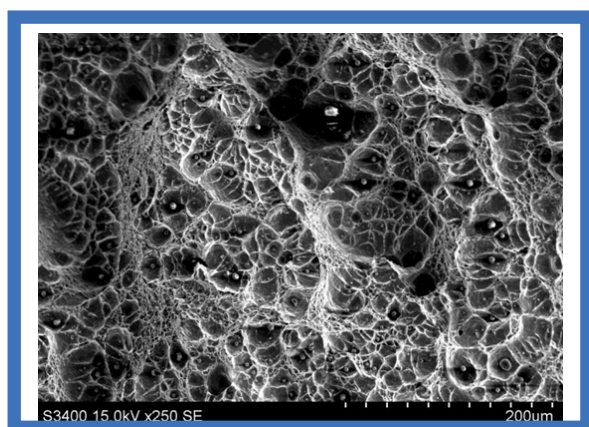
A rideg anyagokat nem alkalmazzuk dinamikus igénybevételnek kitett alkatrészek (pl. rugók, tengelyek) készítésére. Az anyagok rideg viselkedését, illetve azokat a körülményeket, amelyek hatására az anyag ridegen viselkedik, meg kell határozni. Erre alkalmazható például a különböző hőmérsékleten végzett Charpy-féle ütésvizsgálat.



Az anyagok lehetnek: szívósak, képlékenyek és ridegek.

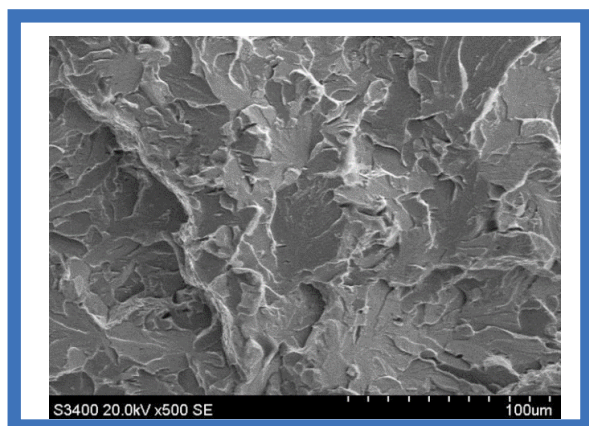
A **szívós töret** jellemzői (4–3. ábra): A technikai tisztaságú szerkezeti anyagokban a zárványok (szilikátok, nitridek), kiválások (karbidok) mentén üregek keletkeznek, amelyek fokozatosan nagyobbodnak. A több tengelyű feszültségi állapot hatására az üregek közötti ép anyagrészek (ún. hidak) a helyi kontrakció következtében sorra elszakadnak (transzkristallin üregegyesülés). Ennek eredménye a gödrös, **méhsejtszerű szerkezetű** töret. A törést jelentős nagyságú maradó alakváltozás előzi meg, ami inhomogenitásból vagy anyaghibából indul ki és sok energiát emészt fel. A töretfelület szakadozott, tompa fényű lesz. Nagy ütmunka szükséges a törés létrejöttéhez.

4–3. ábra. Jellegzetes szívós töret



A **ridegtöret** jellegzetessége (4–4. ábra): A rideg, nem képlékeny törés esetében a törést nagyon kicsi vagy semmi maradó alakváltozás előzi meg, viszonylag kevés energiát kell befektetni az anyag eltöréséhez. Kis ütmunka után már eltörik az anyag.

4–4. ábra. Jellegzetes rideg töret



Az **átmeneti hőmérséklet** [TTKV, TTKU (°C)] az anyagok rideg törési hajlamának a jellemzésére szolgál. Átmeneti hőmérsékletnek nevezzük azt a hőmérsékletet, amely fölött az anyag szívósan, alatta ridegen viselkedik. Minél kisebb egy szerkezeti anyag átmeneti hőmérséklete, annál jobban alkalmazható a hidegben üzemelő alkatrészek készítésére.

A jelenségre, hogy az acéloknál bizonyos körülmények között nem ad elegendő biztonságot a hagyományos méretezés, katasztrófák hívták fel a figyelmet.

A katasztrófákban közös volt:

- ◆ a nagyméretű szerkezetek előzetes alakváltozás nélkül törtek,
- ◆ a terhelés jóval a megengedett terhelés alatt volt,
- ◆ a repedés nagy sebességgel terjedt,
- ◆ a katasztrófák minden esetben hidegben következtek be,
- ◆ az anyagok a hagyományos vizsgálatoknak (ReH, Rm, A, Z, HB) megfelelték.

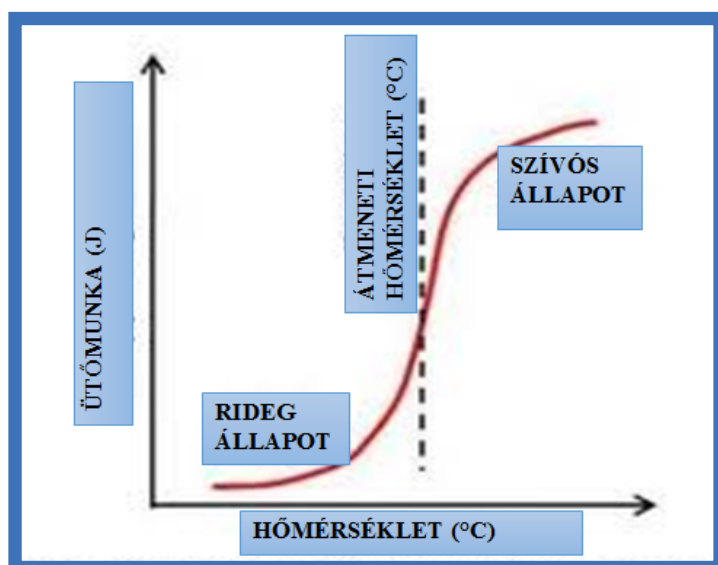
A megfigyelésekből lesűrhető volt, hogy a nagy méretű, hidegben üzemelő, dinamikus igénybevett szerkezetek esetében a hagyományos méretezés nem nyújt elegendő biztonságot. A rideg töréssel szembeni biztonság vizsgálata: meghatározzuk, hogy adott anyag és szerkezet, milyen feltételek esetén fog szívósan illetve ridegen viselkedni.

Az átmeneti hőmérséklet meghatározására a szabványos Charpy-féle ütővizsgálattal. V- vagy U-bemetszésű azonos anyagból készült próbatesteket különböző hőmérsékleteken törnek el, majd a hőmérséklet függvényében ábrázolják az ütmunka változását (4-5. ábra) Az átmeneti

hőmérséklet (amit TTKV-val jelölnek V-bemetszésű próbán végzett ütővizsgálat után) – megadható a görbe inflexiós pontjához, vagy egy megadott ütmunka-értékhez tartozó hőmérséklet leolvasásával. Ez utóbbi esetben az átmeneti hőmérsékletet az ütmunka feltüntetésével adjuk meg, például a TTKV41J. A vizsgálat csak az anyagok összehasonlítására, rideg törési hajlamuk rangsorolására alkalmas.

Átmeneti hőmérsékletnek nevezzük azt a hőmérsékletet, amely fölött az anyag szívósan, alatta ridegen viselkedik. Minél kisebb egy szerkezeti anyag átmeneti hőmérséklete, annál jobban alkalmazható a hidegben üzemelő alkatrészek készítésére.

4–5. ábra. Térben középpontos kockarácsú fémek jellegzetes ütőmunka-hőmérséklet görbéje



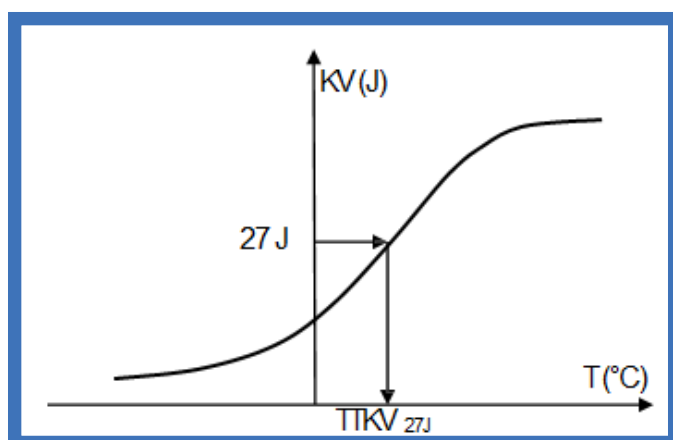
Mivel a repedés keletkezéséhez szükséges munka azonos bemetszés-geometria esetén nagymértékben függ az acél szilárdságától, az átmeneti hőmérsékletet kijelölő ütőmunka értéke a szakító szilárdság függvénye:

- ◆ $KVT = 27,5 \text{ J (27)}$, ha $R_m \leq 470 \text{ N/mm}^2$ és
- ◆ $KVT = 39,2 \text{ J (40)}$, ha $R_m > 470 \text{ N/mm}^2$.

A fenti összefüggéssel összhangban az átmeneti hőmérséklet jelölése: TTKV27, illetve TTKV40 (°C), ahol a TT az átmeneti hőmérséklet angol kifejezésének rövidítése (transition temperature).

Az ütőmunkához rendelhető hőmérséklet, pl. TTKV27J kijelölésének módját a 4–6. ábra.

4–6. ábra. Az átmeneti hőmérséklet kijelölése adott ütőmunka alapján

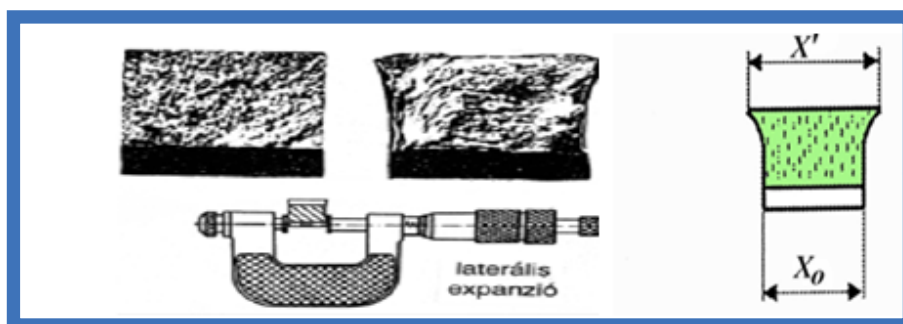


Az átmeneti hőmérséklet meghatározásának másik módja, amikor az ütőpróba testen bekövetkező képlékeny alakváltozás mértéke alapján határozzuk meg.

A szívósan viselkedő próbatest keresztmetszete a törés közben deformálódik, melynek mértékét a próbatest bemetszéssel szemközti oldalának kiszélesedése, expansziója jellemzi.

Minél ridegebben törik a próbatest, annál kisebb az ütés során elviselt képlékeny alakváltozás, azaz a keresztmetszet deformációja. Rideg törés esetén a keresztmetszet-torzulás elhanyagolható. A deformáció mértékének meghatározását a 4–7. ábra mutatja be.

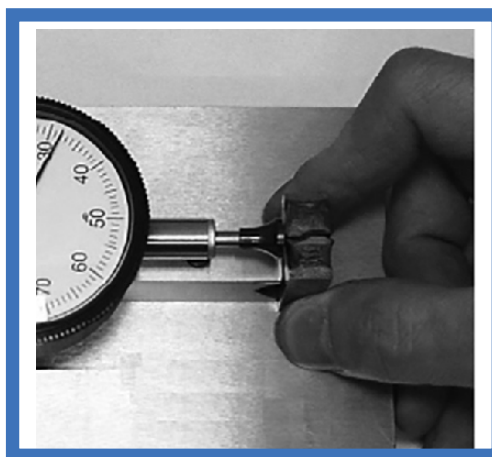
4–7. ábra. A Charpy-próbatesten mért expanszió meghatározása



Az átmeneti hőmérsékletet az EP–T-diagramon – ami hasonló, mint a 4–6. ábrán látható KV–T-diagram – az $\exp = 0,4$ értékénél szokták kijelölni.

A mérés pontosságát befolyásolja a mérőeszköz típusa. A legmegbízhatóbb értéket kapjuk, ha a szabvány által javasolt expanzométert (4–8. ábra) használjuk a szélesedés mérésére.

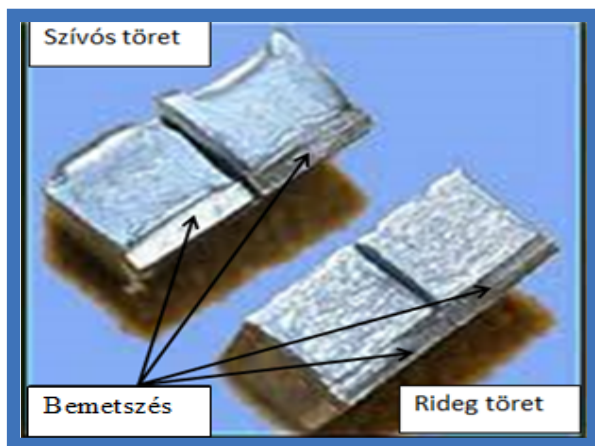
4–8. ábra. Charpy-próbatesten expanszió mérésére alkalmas speciális mérőeszköz



A töretarány meghatározása alapján is meg lehet határozni a TT-t. A minta vizsgálati területén bejelölhető a szívós töretfelület nagysága, melyet a teljes bemetszéssel csökkentett keresztmetszethez viszonyítanak.

A teljesen szívósan viselkedő próbatest törete matt, míg a rideg töret kristályosan csillogó (4–9. ábra).

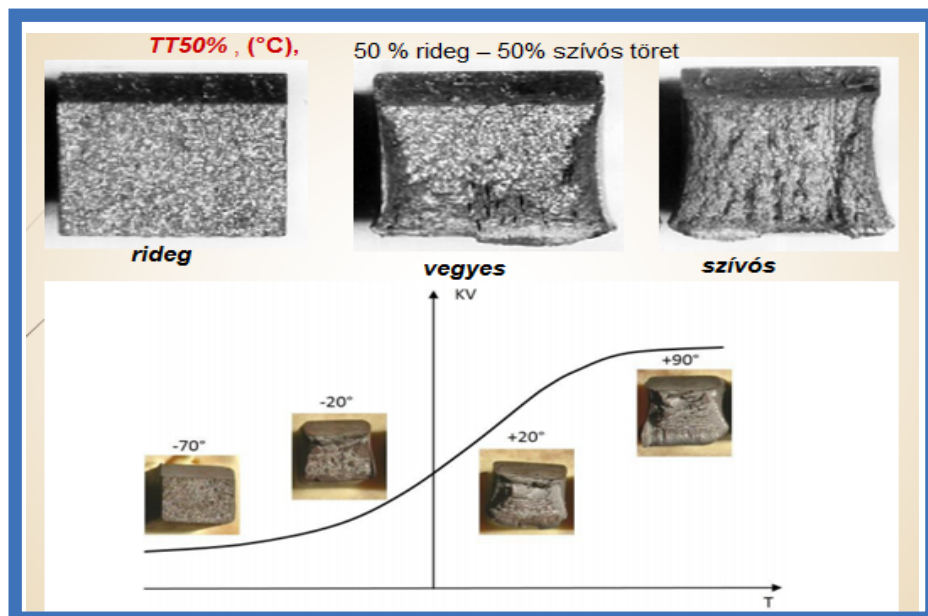
4–9. ábra. A szívós és rideg töretek jellegzetessége



Az átmeneti tartományban vegyes jellegű a töret. A hőmérséklet csökkenésével a töret egyre nagyobb hányada lesz rideg.

A szívós töretarány (szívós töret/ a teljes töretfelület %-ban kifejezve) a hőmérséklet csökkenésével csökken az ütmunkához hasonlóan. (4–10. ábra) Az 50%-os töretarálynál jelölik ki az átmeneti hőmérsékletet, jelölése $TT_{50\%}$ (°C).

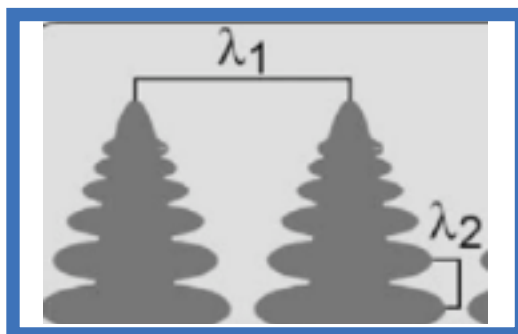
4–10. ábra. A törettípusok változása a hőmérséklet függvényében



Az átmeneti hőmérséklet alakulását befolyásoló tényezők:

- ◆ A hőmérséklet csökkenésével járó ütmunka hirtelen csökkenése nem minden anyagra jellemző. Ez a hirtelen változás a térben középpontos kockarácsú és hexagonális rácsszerkezetű fémes anyagoknál következik be. A felületen középpontos kockarácsú fémes anyagok ütmunka hőmérséklet görbájén azonban ez a hirtelen változás nem látható. Tekintettel arra, hogy a legnagyobb mennyiségben gyártott és felhasznált acélok szövete döntően térben középpontos kockarácsú ferritből áll, a hőmérséklet csökkenésével bekövetkező ridegedésnek igen nagy gyakorlati jelentősége van.
- ◆ Acélok esetében a vizsgált minta összetétele, homogenitása. A C-tartalom, a foszfor, kén, molibdén- és oxigéntartalom növekedése mind az átmeneti hőmérséklet növekedését eredményezi, azaz az anyagok szívósabbak lesznek. A szilícium 0,25% feletti mennyiségben szintén növeli az átmeneti hőmérsékletet. Az Mn tartalom növekedése viszont a TT-t csökkenti.
- ◆ A hőmérséklet csökkenése a rideg törést segíti elő, mert akadályozza a képlékeny alakváltozást.
- ◆ Az anyagok szemcseméretének növekedése (hőkezelések hatása) növeli az átmeneti hőmérsékletet. Egy fokozatszámnak megfelelő szemcsenagyság-finomodás a lágyacélok TT értékét mintegy 15–30°C-kal csökkenti. A szemcseméret a képlékeny alakítás és a hőkezelés együttes paramétereivel kézben tartható.
- ◆ A próbatestek mérete és alakja, valamint a bemetszés típusa.
- ◆ A mintavétel helye.
- ◆ Öntvények esetében a kristályosodás során kialakuló másodlagos dendrit-ág távolsága – SDAS –, aminek méretét erősen befolyásolja a kristályosodás sebessége. Minél kisebb a SDAS, annál nagyobb az ütmunka értéke. Az SDAS távolság meghatározását mutatja a 4–11. ábra, amit λ_2 -vel jelöl.

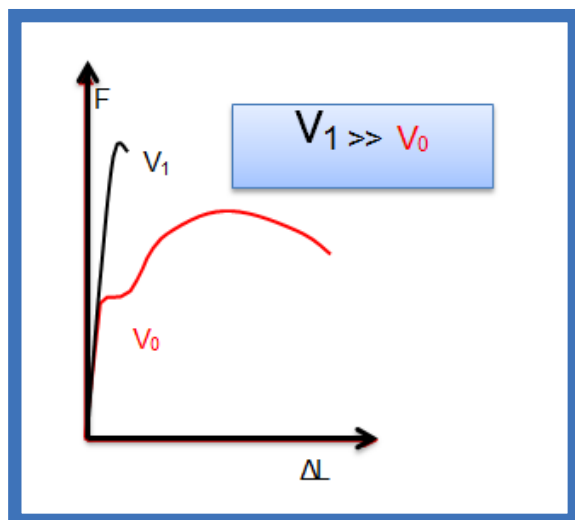
4–11. ábra. SDAS meghatározása



4.4.1. AZ IGÉNYBEVÉTEL SEBESSÉGÉNEK HATÁSA

Az igénybevétel sebességét két különböző sebességgel végzett szakítóvizsgálat alapján felvett szakítógörbe segítségével mutatja be az 4–12. ábra. Az ábrán a v_0 a szakítógép keresztfejének sebessége.

4–12. ábra. Az igénybevétel sebességének hatása a szakítóvizsgálat eredményére



A 4–12. ábra alapján megállapítható, hogy az igénybevétel (terhelés) sebességének növelése az anyag elrögzedését okozza. Ezért a hirtelen túlterhelések, dinamikus igénybevételek fokozzák a ride törés kockázatát.

4.4.2. A FESZÜLTSÉGI ÁLLAPOT HATÁSA

A szerkezetek geometriájától függően egy anyagi pont környezetében lévő lokális feszültség különbözhet a szerkezet egészére értelmezett globális feszültségtől. Az acélszerkezetek anyagmegválasztásának alapja, hogy a szerkezethez felhasznált acél szívósan vagy ridegen viselkedik a környező hőmérséklettől függően, és kijelölhető a szerkezetre is egy hőmérséklet a kétféle viselkedéstől függően. Ez a hőmérséklet a szerkezet megengedett minimális üzemi hőmérséklete. A minimális üzemi hőmérséklet nem azonos az ütvizsgálattal meghatározható átmeneti hőmérséklettel, hiszen a feszültségi állapot és annak időbeni változása eltér a szerkezetben és az ütvizsgálótestben. Mivel a feszültségi állapot és az alakváltozási sebesség konstrukciónként más és más, az anyagokat a különböző felhasználási céloknak megfelelően csoportosítani kell.

A feszültségi állapotok pontos hatásának feltárásával a törésmechanika foglalkozik.

A törés a szilárd test makroszkópos értelemben vett szétválása, ami a teherbíró képesség megszűnéséhez vezet. Minden anyag esetében létezik egy elméleti törési feszültség.

Az elméleti törési feszültséget pontosan számítani nehéz, értéke az atomok közötti kötési erők alapján kb. $E/10$. (ahol: E a rugalmassági modulus)

Tudjuk, hogy a szerkezeti anyagok lényegesen kisebb terhelések (tízszor, ezerszer kisebb) hatására is károsodnak, törnek. Az eltérések oka, hogy a reális anyagok kristályhibákat, anyaghibákat, repedéseket stb. tartalmaznak.

A törésmechanika alapfeltevése, hogy a testek mindig tartalmaznak anyagi folytonossági hiányokat, melyek szélső esetben repedésnek tekinthetők. A repedés csúcsának törésmechanikai elemzése a feszültségi állapot, illetve a repedés csúcs energiaállapotának vizsgálatával végezhető el.

Alapvetően azt vizsgálja, hogy milyen feltételek esetén kezdenek el ezek a hibák instabil vagy katasztrofális módon terjedni.

A megválaszolandó kérdés tehát az, hogy:

- ◆ adott feszültségi állapotban mekkora lehet a hiba,
- ◆ adott hiba milyen feszültségi állapotban kezd el instabilan terjedni.

Nevezetes rideg törési káresetek elemzése azt mutatja, hogy rideg törésre főleg nagyméretű mérnöki szerkezetek hajlamosak. Ilyenek pl. a hajók, hidak, nyomástartó berendezések, turbinák, stb.

A fenti káresetek elemzésekor arra a megdöbbentő jelenségre figyeltek fel a mérnökök, hogy a törések helyén nem találtak makroszkopikus méretű képlékeny alakváltozást. Ez a tény alapvetően ellentmond a klasszikus szilárdságtanra épülő méretezési filozófiának. Ott ugyanis a károsodás előtt a folyáshatárnak csak egy biztonsági tényezővel csökkentett értéke a megengedhető feszültség. Ezen méretezés szerint a tönkremenetelt mindenképpen képlékeny alakváltozás kellett volna, hogy megelőzze. Ezen ellentmondás készítette a kutatókat a törésmechanika megalkotására.

4.5. A MŰSZEREZETT ÜTŐVIZSGÁLAT

A műszerezett ütvizsgálat lehetőséget teremt arra, hogy a törési folyamatokról, az anyag viselkedéséről a hagyományos ütvizsgálathoz képest lényegesen többet kapjunk. A felműszerezett ütőmű alkalmas az erő-idő, valamint az idő-út-diagram felvételére, amiből a PC segítségével megkapjuk az erő-út-diagramot. Mindezek ismeretében meg tudjuk adni az igénybevétel sebességének és a hőmérséklet hatását az anyag folyáshatárára, vagy törésmechanikai jellemzőire, vagy a törés mechanizmusára. Meghatározhatók így módon a törés részfolyamataira jellemző energiák, pl. a rideg törés kezdetéig felvett energia, ami a vizsgálati hőmérséklet csökkenésével jelentősen csökken.

Napjainkban a műszerezett ütvehajlító vizsgálatot a törésmechanikai anyagjellemzők meghatározásához használják a leggyakrabban. Ehhez bemetszett és előfárasztással berepesztett próbatesteket használnak, és meghatározzák a törési szívósságot is.



4.6. AZ ÜTŐVIZSGÁLATOK BERENDEZÉSEI

Az ingás ütőmű különböző típusú anyagok fajlagos ütőmunka értékének meghatározására alkalmas IZOD vagy CHARPY mérési módszerekkel (ISO, ASTM és egyéb szabványok előírásai alapján).

A potenciális energia függvényében a kisteljesítményű változatok (1–50J) akár asztali kivitelűek, a nagyobb – >300J – változatokat egy speciálisan kialakított pódiumra szerelik rá. Ezek a negyteljesítményű vizsgáló berendezések motoros meghajtásúak, ami biztosítja a vizsgálat végén az automatikus kalapács visszaállítást. Mikroprocesszor-vezérlés, érintőmembrános billentyűzet, soros és párhuzamos portok, LCD-kijelző segíti az operátor munkáját. A mikroprocesszor lehetővé teszi a fajlagos ütőmunka közvetlen meghatározását.

Napjainkban biztonságtechnikai okokból a teljes vizsgálótér burkolattal van elzárva és az ajtók biztonsági kapcsolókkal működtethetőek. A különféle típusokat a 4–13. ábra mutatja be.

4–13. ábra. Ütővizsgálatokhoz használt berendezések néhány fajtája



4.7. AZ ÜTŐMUNKA VIZSGÁLAT JEGYZŐKÖNYVE

Az azonos bemetszésű, 3 db próbatesten mért ütőmunka és fajlagos ütőmunka értékelésének átlagát is meghatározva, bejegyezzük a mérési jegyzőkönyvbe. Megvizsgáljuk az eltört próbadarabot, és jellemezzük a törés jellegzetességét (szívós, rideg, stb.) Ha a próba nem törik el teljesen, akkor az ütőmunkát határozatlannak kell tekinteni, és fel kell tüntetni a jegyzőkönyvben: „A felhasznált energiával nem tört el.” megjegyzéssel. A jegyzőkönyvnek tartalmaznia kell:

- ◆ az anyagminőség és próba jelét,
- ◆ az ütőgép legnagyobb energiáját,
- ◆ a vizsgálat hőmérsékletét,

- ◆ a próbatest méreteit,
- ◆ a bemetszés alakját és méreteit,
- ◆ az ütőmunka értékét valamennyi próbatestnél,
- ◆ a fajlagos ütőmunka értékét valamennyi próbatestnél és az átlagot,
- ◆ a töret jellegét,
- ◆ a fajlagos ütőmunka változását a bemetszés jellegének és mélységének változtatásából adódóan.

Irodalom

Tisza Miklós (2005): *Anyagvizsgálat*. Miskolc: Miskolci Egyetemi Kiadó. Pp. 130–160.

Tóth Tamás (2004): *Mechanikai anyagjellemzők és vizsgálatuk módszerei*. Dunaújváros: Dunaújvárosi Főiskola Kiadói Hivatala.

Pósa Gyula: *Anyagvizsgálat I.*

Lovas A. (Szerk.) (2011): *Anyagismeret*, egyetemi tananyag. Budapest: Typotex Kiadó.

Gruber Györgyné: *Roncsolásos anyagvizsgálatok 1. Szilárdsági vizsgálatok*.

Lovas Jenő: *Mechanikai anyagvizsgálat*.

Dormák Lajos (2001): *Gépészeti Anyagismeret I. Fémek és fémes anyagok*. Újvidék.

4.8. SZABVÁNYOK

Ezen fejezetben tárgyalt ütvizsgálat mérési folyamatát, a próbatest kialakítását és a vizsgálat menetét az alábbi szabványok szabályozzák:

Szabvány	Cím
MSZ EN ISO 179-2:2020	Műanyagok. A Charpy-féle ütési tulajdonságok meghatározása. 2. rész: Műszeres ütvizsgálat
MSZ EN ISO 148-2:2017	Fémek. Charpy-féle ütvizsgálat. 2. rész: A vizsgálógépek ellenőrzése
MSZ EN ISO 148-1:2017	Fémek. Charpy-féle ütvizsgálat. 1. rész: Vizsgálati módszer
MSZ EN ISO 148-3:2017	Fémek. Charpy-féle ütvizsgálat. 3. rész: A Charpy-féle V-bemetszésű próbatestek előkészítése és jellemzése az ingás ütőgépek közvetett ellenőrzéséhez
MSZ EN ISO 14556:2016	Fémek. Charpy-féle ingás ütvizsgálat. Műszeres vizsgálati módszer



ELLENŐRZŐ KÉRDÉSEK

1. Mutassa be a fajlagos ütmunka meghatározásának módját!
2. Mikor mondjuk, hogy a fémes anyag rideg?
3. Mit nevezünk átmeneti hőmérsékletnek?
4. Mi jellemzi a szívós töretet?
5. Mit jelent, ha egy acél átmeneti hőmérséklete -15°C ?
6. Milyen anyagoknak nincs átmeneti hőmérsékletük?
7. Hogyan befolyásolja a szemcseméret-változás az átmeneti hőmérsékletet?
8. Hogyan törik egy rideg anyag?
9. Hogyan határozzuk meg egy 350 MPa-s szakítószilárdságú acél átmeneti hőmérsékletét az ütmunka-hőmérséklet diagram alapján?
10. Jellemezze az ütvehajlító vizsgálatokat!

MEGOLDÁSOK

1. Egy anyag ütéssel szembeni ellenállásának jellemzésére a fajlagos ütmunka is használatos. Az ütmunka és a próbatest törési keresztmetszetének - a mérés előtt megmért geometriai értékek felhasználásának segítségével - hányadosa adja meg a fajlagos ütmunkát, azaz $KCV=KV/S_0$; J/cm^2 V bemetszésű próba esetében.
2. Rideg anyagok: azok, amelyek képlékenyen nem alakíthatóak, a törés körülményeitől (pl. a hőmérséklettől) függetlenül mindig ridegen törnek, töretük fémesen csillogó.
3. Átmeneti hőmérsékletnek nevezzük azt a hőmérsékletet, amely fölött az anyag szívósan, alatta ridegen viselkedik. Minél kisebb egy szerkezeti anyag átmeneti hőmérséklete, annál jobban alkalmazható a hidegben üzemelő alkatrészek készítésére.



4. A szívós töret méhsejtre hasonlító szerkezetű töret. A törést jelentős nagyságú maradó alakváltozás előzi meg, ami inhomogenitásból vagy anyaghibából indul ki és sok energiát emészt fel. A töretfelület szakadozott, tompa fényű lesz. Nagy ütőmunka szükséges a törés létrejöttéhez.
5. Ezt az acélt csak -15°C feletti hőmérsékleten szabad használni. Ezt az acélt -15°C alatt nem szabad beépíteni, mert fennáll a rideg törés veszélye.
6. Mivel az átmeneti hőmérsékletet befolyásolja az anyagok kristályrácsa, a felületen középpontos kockarácsú fémeknek (pl. alumínium) nincs átmeneti hőmérséklete.
7. Egy fokozatszámnak megfelelő szemcsenagyság-finomodás a lágyacélok TT-értékét mintegy $15\text{--}30^{\circ}\text{C}$ -kal csökkenti.
8. Minél ridegebben törik a próbatest, annál kisebb az ütés során elviselt képlékeny alakváltozás, azaz a keresztmetszet-deformáció. Rideg törés esetén a keresztmetszet-torzulás elhanyagolható.
9. 27J ütőmunkánál húzott egyenes ahol elmetszi a görbét, az adja ennek az anyagnak az átmeneti hőmérsékletét.
10. Az ütvehajlító vizsgálatok a dinamikus vizsgálatok, a szerkezeti anyagok szívósságának vizsgáló módszerei, melynek során az anyagnak az ütésszerű igénybevétellel szembeni ellenállását vizsgálják, valamint a fémek rideg törési hajlamának kimutatására szolgál.

5. FárasztóvizsgálatOK

A műszaki gyakorlatban gépek, berendezések szerkezeti elemei, alkatrészei periodikusan változó feszültségnek, ismétlődő igénybevételnek vannak kitéve. Ez az ismétlődő feszültség pl. forgás, hajlítás vagy éppen rezgés eredményeként jöhet létre. A nagyszámú feszültségismétlődés hatására az anyag még akkor is eltörhet, tönkre mehet, ha ennek a feszültségnek a nagysága az anyag folyáshatáránál kisebb. A meghibásodásoknak ez a fajtája kifáradás néven ismert.

Vasúti üzemben tapasztalták először, hogy a vasúti kocsik tengelyei bizonyos idő után eltörtek, mégpedig az üzembe helyezéstől számított 12 év múlva. Wöhler a 19. század második felében ismerte fel, hogy a folyáshatárra és szakító szilárdságra helyesen méretezett alkatrészek ismétlődő igénybevétel hatására hosszabb üzemidő után eltörnek. A jelenség oka az anyag **kifáradása**, s amióta ezt a jelenséget megismerték, a váltakozó igénybevételnek kitett alkatrészeket és szerkezeteket kifáradásra is szükséges méretezni. A műszaki gyakorlatban bekövetkezett tönkremeneteli/törési káresetek 77%-a kifáradás következménye.

Nem nehéz belátni, hogy a gépek meghibásodása súlyos következményekkel, közvetlen és közvetett károkkal is járhatnak. Kifáradási határra kell méretezni minden olyan üzemi berendezést, amelynek üzem közbeni igénybevétele meghaladja a 107-es értéket. Vannak olyan esetek, amikor nem kell végtelen számú igénybevételre tervezni, ilyenkor gazdaságosabb csökkenteni a szerkezet méreteit, és bizonyos idő elteltével új alkatrészt beépíteni, mielőtt a törés bekövetkezne.

A **Wöhler-görbét** vagy kifáradási görbét, a gyakorlatban úgy veszik fel, hogy különböző feszültségi szinteken meghatározzák a törést okozó igénybevételi számokat. A vizsgálatot több feszültség szinten elvégzik, és az összetartozó feszültség-igénybevételi számpárokat diagramban ábrázolják. Az így kapott görbe aszimptotikus lesz, tehát létezik egy olyan feszültséghatár, amelynél kisebb feszültség végtelen sok igénybevételi szám esetén sem okoz törést. Ez az elméleti kifáradási határ.

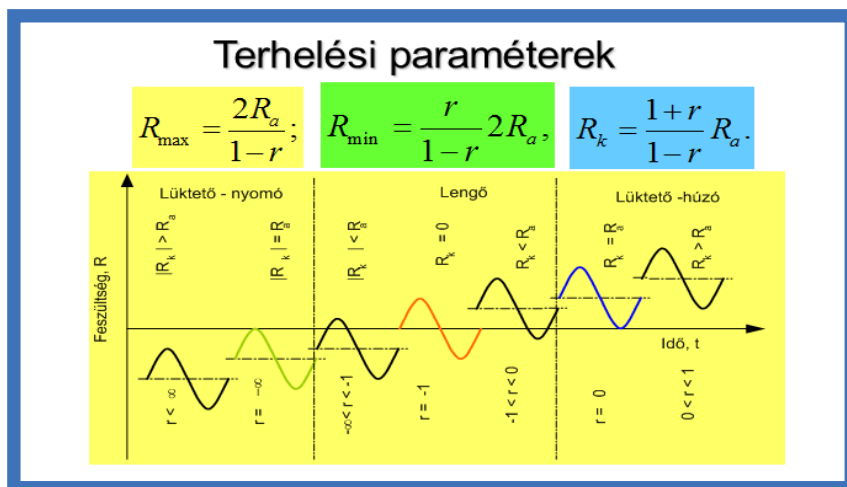
5.1. ISMÉTLŐDŐ TERHELÉSEK TÍPUSAI ÉS BERENDEZÉSEI

A kifáradási határt számos tényező befolyásolja, elsősorban az igénybevétel módja, és a feszültségváltozás időbeni lefolyása. A leggyakrabban előforduló ismétlődő igénybevételek jellegzetes feszültségváltozásai: lüktető-nyomó; lengő; lüktető húzó (5-1. ábra). A feszültségváltozások leírására több mérőszám is használatos, és ezek jelölése sem egységes. Jelen leírásban a normál feszültséget R betűvel jelöljük, s az 5-1. ábra alapján az alábbi mérőszámokat határozhatjuk meg:

- ◆ aszimmetriatényező: $r = R_{\min}/R_{\max}$
- ◆ maximális ($R_{\max}$) és minimális ($R_{\min}$) feszültség
- ◆ közepfeszültség (R_k)
- ◆ feszültségamplitúdó: $R_a = (R_{\max} - R_{\min})/2$



5-1. ábra. Jellegzetes ismétlődő igénybevételek feszültségváltozásai

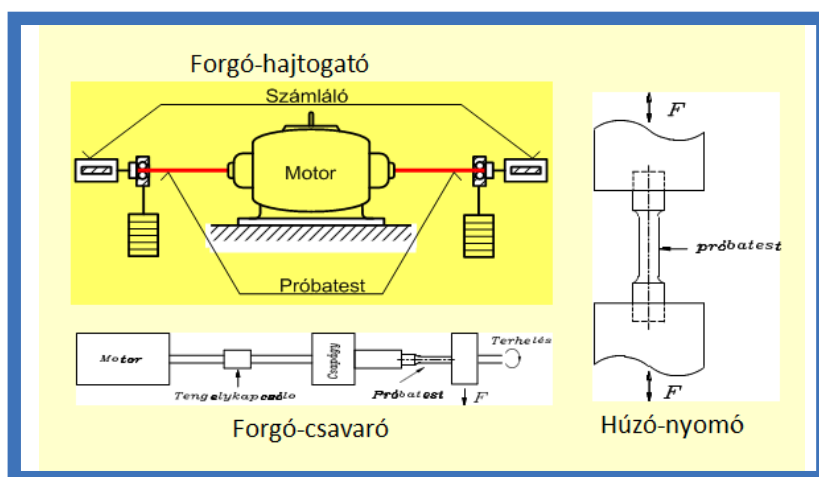


A kifáradás során a feszültség sokszor ismétlődik, és az időben változik. A vizsgálatok során a feszültség legtöbbször szinusz görbe szerint, de más jelalak szerint is változhat, pl. háromszög, vagy trapéz.

A fárasztóvizsgálatok eredménye nemcsak az igénybevétel milyenségétől, hanem a percenkénti igénybevételek számától is függ. Ezek alapján a sokféle fárasztóvizsgálat lefolytatására különböző fárasztógépeket fejlesztettek ki.

Az igénybevétel fajtája szerint lehetnek húzó; húzó-nyomó; hajlító; forgó-hajlító; csavaró; és az összetett igénybevételeket megvalósító gépek. Ezek közül néhány vizsgálati mód sematikus elrendezését mutatja az 5-2. ábra.

5-2. ábra. Fárasztásos vizsgálatok néhány típusa



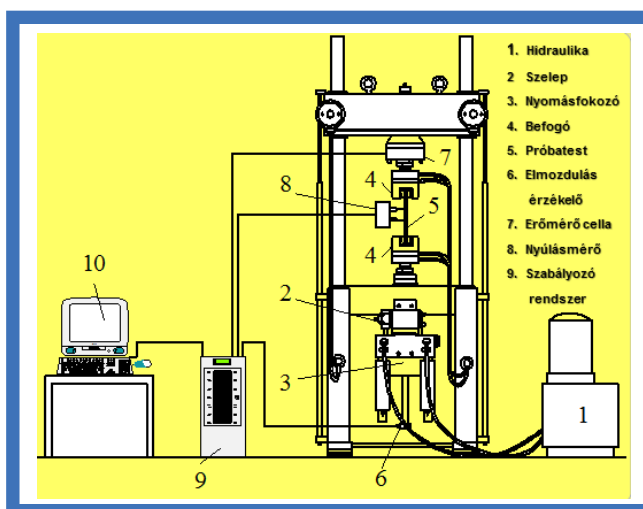
A fárasztógépek a terhelés-változáselőállítása alapján lehetnek:

- ◆ rezonancia elven működő és
- ◆ erőhatás útján előállítók.

A terhelés előállításának módja szerint megkülönböztetünk mechanikus, hidraulikus, elektromágneses, és pneumatikus fárasztógépeket.

Napjainkban használt modern berendezéseknél megvalósítható a terhelési függvények szuper pozíciója valamint programfárasztást is lehet végezni velük. Az ilyen típusú berendezések hajlító igénybevételű fárasztás elvégzésére is alkalmasak egy speciális feltét beszerelése után. Korszerű számítógéppel vannak felszerelve, és egy kemenceegységgel kiegészítve nagy hőmérsékletű fárasztásokat is lehet vele végezni (5-3. ábra).

5-3. ábra. Hidraulikus húzó-nyomó/szakító-fárasztó berendezés



5.2. FárasztóvizsgálatOKHOZ HASZNÁLT PRÓBATEST TÍPUSOK

Két alaptípus terjedt el, a hengeres és a lapos próbatetek (5-4. ábra). A próbatetek kialakítása során figyelembe kell venni annak a terméknek a méretét és alakját, amiből kimunkáljuk a próbatesteket a vizsgálatokhoz (rúd vagy lemez). Továbbá az igénybevétel típusa, a fárasztóberendezés befogó szerkezete is meghatározzák a próbatetek alakját és méretét.

Ajánlott méretek a hengeres és lapos fárasztó-próbatetekre az 5-1. és 5-2. táblázat tartalmazza. Az ajánlott méretektől jelentősen el lehet térni, ha a fárasztóvizsgálat célja ezt megkívánja. Ilyen ok lehet a próbatest mérethatásának a tanulmányozása.

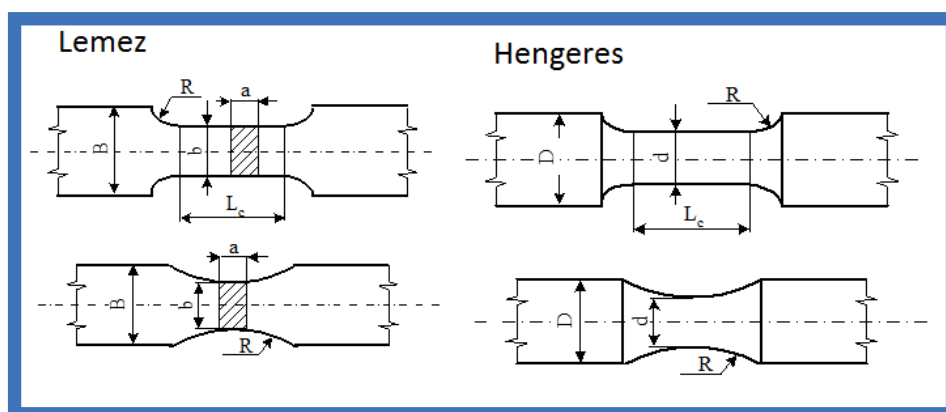
5-1. táblázat. Hengeres fásztó próbatestek javasolt méretei

Próbatest típusa	Vizsgálati átmérő d(mm)	Átmérő a befogásnál D (mm)	Vizsgálati szakasz hossza L_c (mm)	Lekerekítési sugár R (mm)	Terhelés jellege
Hengeres	5–12	>2d	(2-6)d	>3d	húzó, hajlító, húzó-nyomó, forgató-hajtogató csavaró
Tóruszos	5–12	>2d	–	>5d	

5-2. táblázat. Lapos fásztó próbatestek javasolt méretei

Próbatest típusa	Vastagság a (mm)	Szélesség b (mm)	Szélesség a befogásnál B(mm)	Vizsgálati szakasz hossza L_c (mm)	Lekerekítési sugár R (mm)	Terhelés jellege
Hasáb alakú	>3	(2–10)a	>2b	$(2-5)\sqrt{ab}$	>b	húzó, hajlító, húzó-nyomó
Rádiusszal gyengített	>3	(2–10)a	>2b	–	>5b	

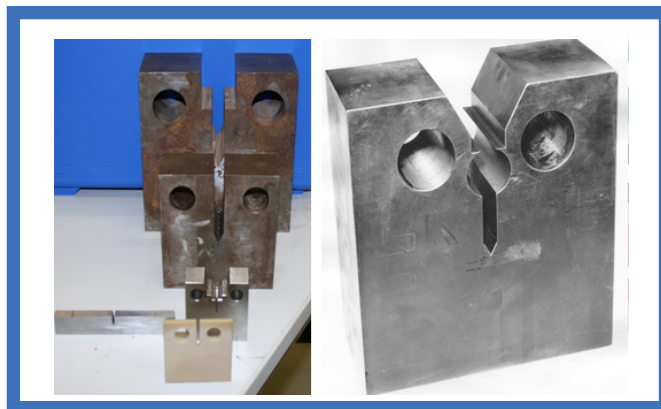
5-4. ábra. Fásztó próbatestek típusai



Vannak olyan esetek, amikor repedést tartalmazó próbatesteket fásztunk azon céllal, hogy meghatározzuk a törési kritériumokat, repedésszerű hibát, vagy anyagfolytonossági hiányt tartalmazó szerkezeti elemek esetében. Egy anyag törése azon a helyen kezdődik el, ahol a feszültség a legna-

gyobb (egyező körülmények között). Ez a hely lehet egy éles bemetszési csúcs, élrepedés, vagy belső repedés. A törésmechanikai jellemzők meghatározására olyan próbatestet használunk, amelynél gépi megmunkálással bemetszést készítünk. Ezután a bemetszés végénél fárasztással repedést hozunk létre, mert ebből a repedésből indul a további repedés, ami végül töréshez fog vezetni. A speciális próbatesteket mutatja be az 5-5. ábra.

5-5. ábra. Különböző bemetszett próbatestek törési szívósság meghatározására



Ezeknél a vizsgálatoknál azt az erőt mérjük, ami a repedés továbbterjedéséhez szükséges. A repedés továbbterjedéséhez szükséges kritikus feszültségintenzitási tényezőt, a K_{Ic} -t ezután számítással határozzuk meg.

5.3. A KIFÁRADÁSI HATÁR MEGHATÁROZÁSA

Az ismétlődő igénybevételek tanulmányozására Wöhler dolgozta ki a vizsgálati eljárást.

A vizsgálathoz 6–10 darab azonos alakú és méretű (5-4. ábra és 5-1. vagy 5-2. táblázat szerint) polírozott próbatestet azonos típusú (pl. húzó-nyomó) ismétlődő terheléssel terheljük úgy, hogy a terhelés nagyságát változtatjuk állandó határok között.

A feszültség az anyagban alakváltozást okoz, ami lehet rugalmas és képlékeny. Ha rugalmas, akkor a törésig bekövetkezett ismétlődések száma sokkal nagyobb, mint a második esetben. Ebből következik, hogy a kifáradási folyamatoknak alapvetően két típusa van:

Nagy ciklusszámú (Wöhler-féle) kifáradás, ahol a terhelés a folyáshatárnál kisebb feszültséggel történik.

Kis ciklusszámú kifáradás, amikor a terhelés a folyáshatárnál nagyobb feszültséggel történik.

Azt a jelenséget, amikor egy anyag az ismételt igénybevételek során, halmozódó károsodások hatására a folyáshatárnál kisebb terhelés esetén eltörik, **kifáradásnak** nevezzük.

Az anyag kifáradása törésként jelentkezik, de a kifáradás folyamata legszorosabban a képlékeny alakváltozással kapcsolatos.



5.3.1. NAGYCIKLUSÚ FÁRASZTÁSOK

A nagyciklusú kifáradás a forgó és rezgő gépalkatrészek (pl. tengelyek, csapágyak, motoralkatrészek) tönkremenetelének egyik tipikus oka. Jelentős szerepe van továbbá távvezetékek, hidak, vasúti sínek esetében is az az üzemelés közben szabályszerűen ismétlődő terhelésváltozások miatt.

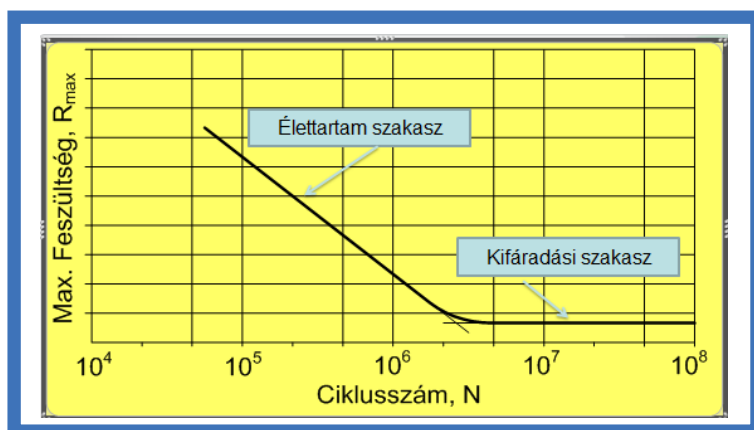
A kifáradási határ meghatározásánál a nagyciklusú fárasztások esetén a vizsgált anyagra jellemző **folyáshatárnál kisebb** igénybevétellel terheljük az első próbatestet, majd ehhez képest az egymás után következőket egyre kisebb feszültséggel történik a terhelés a törés bekövetkezéséig.

Ez általában **>10⁴ ismétlés után** következik be.

A vizsgálat során regisztráljuk az egyes próbatestekhez tartozó feszültségek nagyságát és a törésig bekövetkezett igénybevételek számát. Feszültség szintenként több próbatest vizsgálatára van szükség, hogy megállapítható legyen a törésig tartó ciklusszám várható értéke és szórása.

Az eredményeket feszültség-tönkremenetelhez tartozó igénybevételi szám függvényében ábrázoljuk (5-6. ábra).

5-6. ábra. Wöhler diagram



A diagram két egyenessel jól közelíthető, az első ferde, meredeken eső szakaszt **élettartam szakasznak**, a vízszintes részt, pedig **kifáradási szakasznak** nevezzük. A terhelő feszültség csökkentésével az acélokra meghatározható egy olyan jellemző feszültség, amellyel az akár végtelen sokszor terhelhető anélkül, hogy eltörne.

Kifáradási határfeszültség (σ_{KH}): az a legnagyobb feszültség, amelyet az anyag elvben végtelen sokszor kibír. Kifáradási határnál a ciklusszámgörbe vízszintessé válik.

Kifáradási élettartam: megadja, hogy az alkatrész mekkora ciklusszámgig marad hibamentesek, ha σ_0 feszültségamplitúdójú ismétlődő feszültséggel terheljük.

A kifáradási határfeszültséggel tehát az anyag elvben végtelen sokszor terhelhető. A gyakorlatban a terhelésnek egy véges ismétlődési számát (N) adjuk meg, amely esetén a törésnek nem szabad bekövetkeznie. Például az acélok esetén $N \sim 10^7$. A kifáradási határfeszültség jól értelmezhető a Wöhler görbe alapján (5-6. ábra), az élettartamszakasz és a kifáradási szakasz metszéspontjánál.

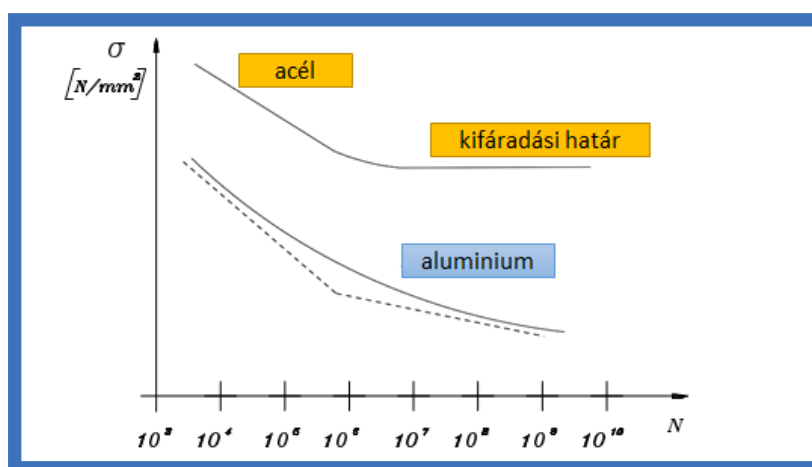


Nem minden anyagnak van kifáradási határa. Acélok, térben középpontos kockarácsú és hexagonális kristályrácsú fémekre jellemző a kifáradási határ. Alumíniumötvözetek, saválló acélok, nagyszilárdságú acélok esetében a Wöhler-görbe második szakasza nem vízszintes, így kifáradási határ nem értelmezhető (5-7. ábra). Általában elmondható, hogy a felületen középpontos kockarácsú fémek esetében nem tapasztalható a kifáradási határ.

Az ilyen anyagok használatakor minimális kifáradási élettartam, (minimális ciklusszám) írható elő.

Ebben az esetben a ciklusszám azt a feszültséget jelenti, amely alatt kifáradás nem következik be az adott ciklusszám során. Ezt kifáradási szilárdságnak nevezzük.

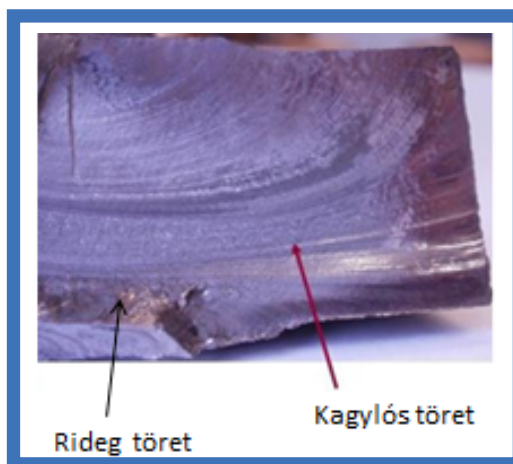
5-7. ábra. Különböző anyagok fáradásos viselkedése



A fáradásos törés mechanizmusa:

Az anyag kifáradása esetén bekövetkező törését fáradt törésnek vagy fáradásos törésnek nevezzük. A kifáradásos törés felismerhető a törés jellegéből, a tört felület egy kagylós, barázdált és egy szemcsés ridegen tört részből áll, ami relatíve kicsi (5-8. ábra). Általában a törés valamilyen feszültséggyűjtő helyről indul meg.

5-8. ábra. A fáradásos törtet felülete



Nagyciklussá fárasztás esetén a törés általában $>10^4$ ciklusszám után következik be maradó alakváltozás nélkül.

A fáradásos törés kialakulásának szakaszai:

I. Mikrórepedés alakul ki.

Az ismételt igénybevételeknél a feszültség kisebb, mint a folyáshatár, ezért a darab makroszkopikusan tekintve képlékeny alakváltozást nem szenved. De mikroszkópos szinten fémes anyagaink általában nem homogének és izotrópok. Változik az egyes kristallitok orientációja, kiválások, nem fémes zárványok, anyaghibák találhatók.

Az anyagban igen sok kristallit van és ezek egyéni módon reagálnak a terhelésre. A kedvező helyzetű kristallitokban a folyáshatárnál lényegesen kisebb feszültség is megindíthatja a maradó alakváltozást. Ez a rugalmas alakváltozással összemérhető nagyságú, 0,1–0,01%. Így a kedvező helyzetű kristallitokban csúszó sávok keletkeznek, melynek száma, vastagsága és egymástól való távolsága a terhelés nagyságától függ. Ez a jelenség legkönnyebben a felületen jöhet létre.

II. Az ismétlődő igénybevételek hatására szívósan terjed a repedés: Ha a mikroszkópos repedés bizonyos nagyságot elér, makroszkópos repedéssé válik, és növekedését erősebben szabályozzák a húzó, mint a nyírófeszültségek. A repedés a maximális húzófeszültségre merőleges síkba fordul és terjed. A repedés ciklusonként növekszik, ami barázdák kialakulásához vezet, ezt jól mutatja a 5–9. ábra.

5–9. ábra. Jellegzetes fáradásos töret



III. Bekövetkezik a rideg törés. Amikor a terjedő repedés mérete eléri a kritikus repedésméretet, a terjedése instabillá válik, a darab rideg töréssel eltörik. A repedés keletkezésével kapcsolatos jelenségek legkönnyebben a felületen jöhetnek létre, ezért az anyag kifáradással szembeni ellenállásában a felületnek nagy szerepe van.

A Nagyciklusú fárasztások eredményeinek kiértékelése

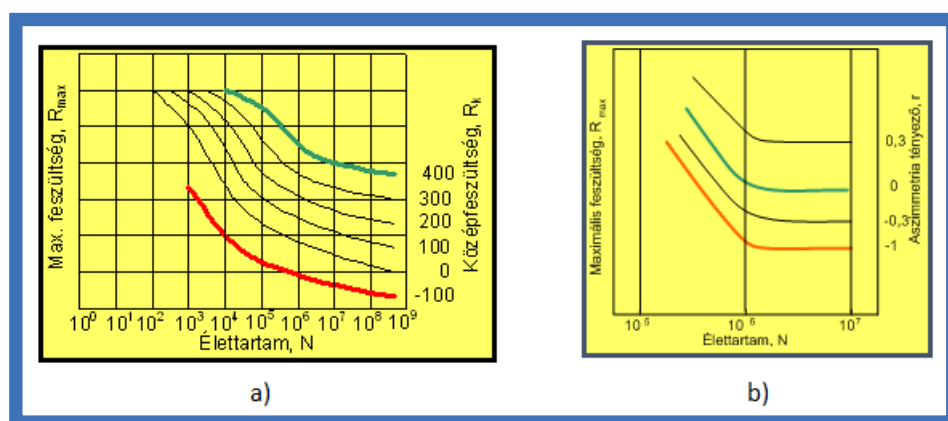
A kifáradás sztochasztikus folyamat, nem lehet átlagolni! Mivel sok a véletlen tényező, az egy feszültség szinten végzett mérés nem a törést okozó igénybevételi számot, csak annak egy lehetséges értékét adja meg. Adott ciklusszám (adott idő) vonatkozásában következtetni lehet arra a maximálisan megengedhető feszültségre (terhelésre), amit alkalmazni lehet az anyag meghibásodása nélkül.

Az eredmények szórását befolyásolhatják külső és belső tényezők. A külső tényezők a fárasztás körülményeiben jelentkeznek, a belső tényezők pedig az anyag fárasztása hatására bekövetkező mikroszerkezeti változásaival függnek össze.

A Wöhler-görbe felvehető úgy, hogy állandó a közép feszültség értéke, és a feszültségamplitúdó módosítása adja a maximális feszültség változásait (5–10. a. ábra).

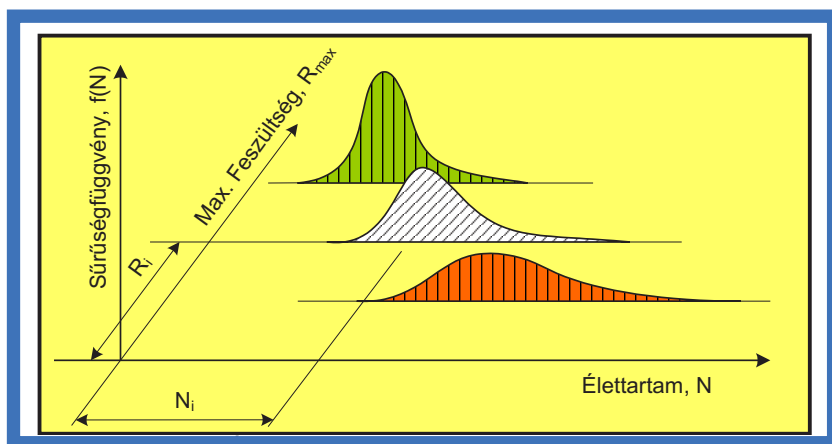
Készíthető Wöhler-görbe úgy is, hogy az aszimmetria-tényező (minimális és maximális feszültség aránya) állandó (5–10. b. ábra).

5–10. ábra. a) kifáradási görbe állandó közép feszültség esetén; b) Kifáradási görbe különböző aszimmetria-tényezők esetén



A Wöhler-görbét szokták két részre bontani, az élettartam és a kifáradási határ szakaszára, s úgy vizsgálni. Az élettartam szakaszára eső három feszültség szinten a vizsgálat tönkremeneteli szakaszának sűrűség függvényeit ábrázolják. (5–11. ábra). Ehhez sok próbatesten végzik el a vizsgálatot (kb. 90–150), s az eredményeket statisztikailag értékelik ki.

5–11. ábra. Élettartam–Sűrűség függvény (statisztikus jelleg)



A fenti ábrán lévő diagramok alapján megállapítható, hogy nagyobb igénybevételi számot kapunk a maximális feszültség csökkenésével. A sűrűségfüggvények egyre laposabbak, elnyújtottabbak lesznek, ami arra utal, hogy nő a mérések számának bizonytalansága.

A mérési eredmények kiértékelésének egy másik módja a **matematikai-statisztikai** módszerek alkalmazása. Ebben az esetben adott törési, illetve túlélési valószínűséggel adják meg az adott terheléshez tartozó ismétlési számot. A matematikai statisztikai kiértékeléshez sok, feszültségszintenként legalább 10 próbatest szükséges.

A mérési adatok feldolgozása lehet:

- ◆ Gauss log – normál eloszlás két paraméteres, a valószínűségi változó matematikailag (esetünkben a töréshez tartozó ismétlési számok logaritmus, $\lg N$) a $\pm \infty$ végtelen között változik, és így az eloszlás nem rendelkezik olyan minimális élettartammal, amely alatt a törés valószínűsége nulla.
- ◆ A Weibull-eloszlás, három paraméteres. Akkor használjuk, ha a 0 törési valószínűséghez tartozó N_0 értéket ki akarjuk jelölni. A paramétereket grafikusán kell meghatározni.

5.3.2. KISCIKLUSÚ FÁRASZTÁSOK

A kisciklusú fárasztóvizsgálatokkal a feszültséggyűjtő helyek környezetében képlékeny alakváltozást szenvedő anyagrész viselkedését modellezzik.

A kisciklusú kifáradás tipikus esetei a hőerőgépek, csövek, kazánok esetében szokott előfordulni. Mivel a hőmérséklet-változás alakváltozással is együtt jár, ezek az anyagok a folyamatos felmelegedés-lehűlés hatására eltörnek. Kisciklusú kifáradást eredményezhet még pl. a vegyiparban, energiaiparban, nyomástartó edények körében az indításkor és leálláskor bekövetkező hőmérséklet változások miatti feszültségváltozás, a hideg vagy meleg közeg gyors betáplálása, a plattírozott lemezből készült nyomástartó edények hőmérsékletének változása a különböző hőtágulási együtthatók miatt stb.

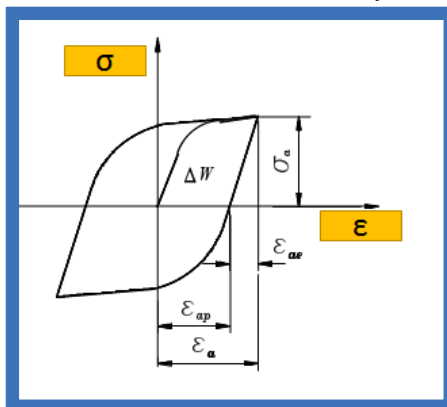


A törést jelentős plasztikus alakváltozás előzi meg.

A kifáradási határ meghatározásánál a kisciklusú fárasztások esetén a feszültség a vizsgált anyagra jellemző **folyáshatárnál nagyobb** igénybevétellel terheljük, s a törésig elviselt **terhelési ciklusok száma kisebb, mint 10^4** .

A kisciklusú fárasztóvizsgálat során a próbatestet húzó-nyomó igénybevétellel terheljük. Az alakváltozás az első félciklusban először rugalmas, majd a terhelés növelésével képlékennyé válik. Ha a próbatestet tehermentesítjük, maradó alakváltozást észlelünk. A második félciklusban az anyag a nyomó feszültség hatására újra képlékenyen alakváltozik (5–12. ábra).

5–12. ábra. Kisciklusú fárasztás folyamata



Az alakváltozás két részből áll, rugalmas (ϵ_{ae}) és képlékeny (ϵ_{ap}). A hiszterézis görbe területe a térfogategységbe befektetett munkával (ΔW) arányos, amelynek egy része hővé alakul, a másik pedig az anyagban mikroszerkezeti változásokat okoz, ami repedések keletkezéséhez, terjedéséhez majd végül töréshez vezet.

A vizsgálat során el kell dönteni, hogyan terheljük a próbatestet, vagy a feszültséget tartjuk állandó értéken (feszültségkontroll), vagy az alakváltozást (alakváltozási kontroll).

A teljes alakváltozási amplitúdóra végzett szabályozáskor a feszültségamplitúdó nőhet (ciklikusan keményedő anyag) vagy csökkenhet (ciklikusan lágyuló anyag).

A felkeményedés vagy lágyulás az élettartam első 10–20%-ban lényegében lejátszódik és a feszültségamplitúdó egy állandó értéket vesz fel. Ebben az esetben az egymást követő ciklusokban felvett hiszterézis görbék között sem mutatható ki különbség. A fárasztás során ezt állandósult állapotnak nevezzük.

A kisciklusú fárasztások eredményeinek kiértékelése

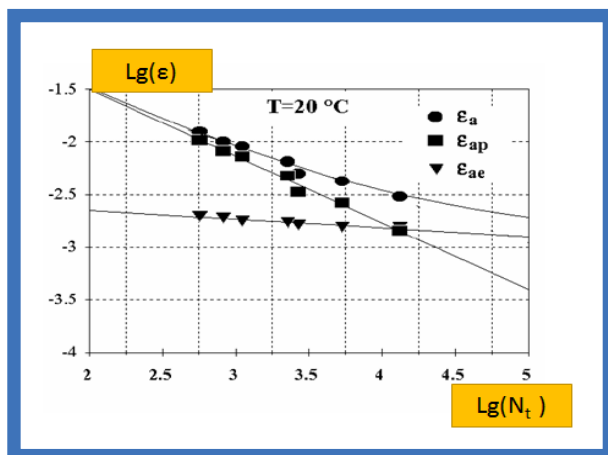
A vizsgálatához 8–10 db, próbatesteteket használnak, s a mért eredmények kiértékelésére a *Manson–Coffin*-egyenletet alkalmazzák, ami tönkremeneteli cilusszám és a képlékeny alakváltozás-amplitúdó között adja meg a kapcsolatot: $\epsilon_{ap} = \epsilon'_f \cdot N_f^c$, ahol: ϵ_{ap} képlékeny alakváltozási amplitúdó, N_f tönkremene-



teli ciklusszám, ϵ'_f és c mérési eredményekből meghatározható paraméterek.

Ha mérési adatokat egy kettős logaritmusos léptékű diagramban ábrázoljuk, akkor egyenest kapunk. (5–13. ábra)

5–13. ábra. Az alakváltozási amplitúdó és a tönkremeneteli ciklusszám kapcsolata



A mért értékeket szokás kiegészíteni a nagyciklusú fáradásra vonatkozó adatokkal is. Ahol az alakváltozás rugalmasnak tekinthető mikroszkopikusan, ott érvényes az egyszerű Hooke-törvény. A teljes alakváltozás-amplitúdó (ϵ_a) a rugalmas (ϵ_{ae}) és képlékeny alakváltozás-amplitúdók (ϵ_{ap}) összege.

A teljes Wöhler-görbe, ill. a Manson–Coffin-egyenest alapján, az ϵ_a , vagy az ϵ_{max} ismeretében a repedés keletkezéséhez szükséges ciklusszám becsülhető, ha a terhelés nem rendszertelen.

5.3.3. REPEDÉST TARTALMAZÓ SZERKEZETEK KIFÁRADÁSA

A nagyméretű, hegesztett szerkezetek, mint pl. a hidak, hajók, nagyméretű nyomástartó edények mindig tartalmaznak hibákat. A legtöbb esetben ezek a hibák a szerkezet üzembe helyezésekor kisebbek, mint amit az ellenőrzésre előírt módszerrel ki tudunk mutatni. A szerkezetekben lévő hibák azonban lassú repedésterjedéssel növekednek, amit a fárasztás okoz.

Fontos tudnunk tehát, a szerkezet várható élettartamát, vagyis azt az ismétlési számot, ami a szerkezetben lévő hibák méretének kritikus értékűre növekedéséhez vezet.

Ezt a repedésterjedés sebességének ismerete teszi lehetővé.

A repedés terjedési sebességének meghatározása:

Megállapítható, hogy a feszültség szint növelése csökkenti az élettartamot (a törésig elviselt ciklusok számát), továbbá, hogy a repedés terjedésének sebessége növekszik a repedés hosszának növekedésével.

A terhelésből és a hibaméretből meghatározható egy feszültségintenzitási tényező, jele: K :

$$K = \sigma \sqrt{\pi \cdot a}, \text{ ami feszültség } (\sigma) \text{ és/vagy repedésméret } (a) \text{ kapcsolatot adják meg.}$$

Ezekhez a vizsgálatokhoz speciális próbatesteket használnak, amit az 5. ábra mutat be.



5.4. HALMOZÓDÓ KÁROSODÁS ELMÉLETE

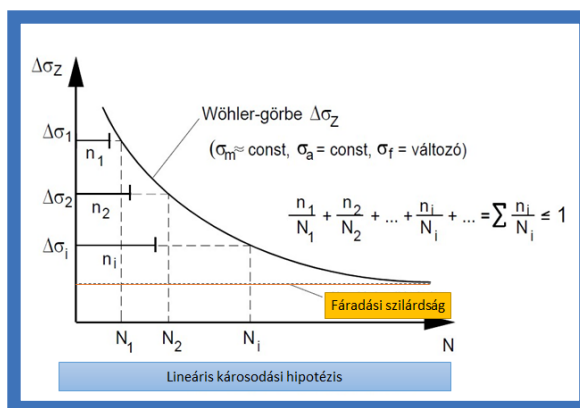
A gyakorlatban a feszültség általában nem szabályos sinusgörbe szerint változik, hanem legtöbb esetben különböző igénybevételek ismétlődéséből áll. Ennek megfelelően a feszültség-spektrumban különböző amplitúdójú igénybevételek fordulnak elő. A különböző igénybevételek hatása az anyagban összegződik, a károsodások halmozódnak és töréshez vezetnek.

Palmgren–Miner írja le a legpontosabban a lineáris halmozódó károsodás elméletét.

Egy anyag kifáradásához az anyagra jellemző munka bevétele szükséges függetlenül attól, hogy az nagy feszültségen kevés számú, vagy kisebb feszültségen nagyobb számú ismétlés után következik be.

Az 5–14. ábra alapján láthatjuk, hogy a σ_1 feszültségi szinten az N_1 , a σ_2 feszültség szinten pedig N_2 ($n_2 < N_2$) ismétlési szám okoz törést. Az anyagot pedig a σ_1 feszültségi szinten n_1 ($n_1 < N_1$), míg a σ_2 feszültségi szinten n_2 ($n_2 < N_2$) ismétlésig terheljük. A munkának csak a $W \cdot n/N$ része nyelődik el. A W a próbatest töréséhez szükséges képlékeny alakváltozási munka.

5–14. ábra. Vázlat a lineáris károsodási elmülethez



A törés akkor fog bekövetkezni, ha a három feszültség szinten befektetett képlékeny alakváltozási munka összege a töréshez szükséges munkával (W) egyezik meg:

$$W = W \cdot n_1/N_1 + W \cdot n_2/N_2 + W \cdot n_3/N_3$$

ahol:

- | | |
|-----------------|--|
| n_1, n_2, n_3 | az egyes feszültség szinteken végzett fárasztás igénybevételek száma |
| N_1, N_2, N_3 | az egyes feszültség szinteken törést okozó ciklusszámok |
| W | a próbatest töréséhez szükséges képlékeny alakváltozási munka |

A fenti egyenletből m feszültség szintre és W -vel egyszerűsítve az alábbi összefüggést kapunk:

$$\sum_{i=1}^m \frac{n_i}{N_i} = 1$$



A fenti összefüggés azt jelenti, hogy a különböző terhelési szinteken megvalósított ismétlési szám és az adott feszültség szinten törést okozó ismétlési szám hányadosának összege a törés bekövetkezésakor egységnyi értéket ér el.

5.5 KIFÁRADÁSI BIZTONSÁGI DIAGRAMOK

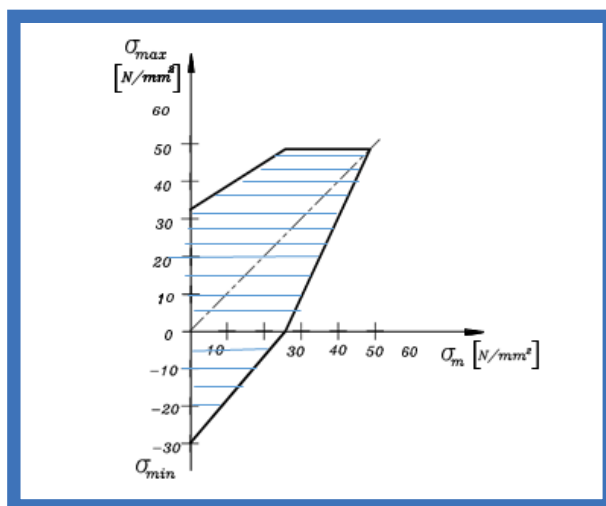
A szerkezetek méretezése során vagy a kifáradási határra, vagy a Wöhler-görbére van szükség. Mivel az kifáradási kísérletek eredményi eléggé szórnak, a szakembereknek nagyszámú kifáradási diagramot kell meghatározni. Ezért szokták a kifáradási határ értékeit egy diagramban meghatározni. Különböző biztonsági területek keletkeznek ebben az ábrázolási módban attól függően, hogy milyen értékek vannak a koordináta tengelyen. Ezek közül a 2 legjellemzőbb biztonsági diagram bemutatása következik az alábbiakban.

Smith-féle biztonsági diagram

Leggyakrabban a Smith-féle biztonsági diagramot használják a gépszerkezetek kifáradási méretezésénél.

A közép feszültség függvényében ábrázolják a kifáradási határhoz, vagy adott számú ismétléshez (pl. 10^5) tartozó maximális és minimális feszültséget (5–15. ábra). A folyáshatár vízszintes vonala zárja le a biztonsági területet, mivel gépalkatrészek esetén a képlékeny alakváltozás nem engedhető meg.

5–15. ábra. Smith-féle biztonsági diagram



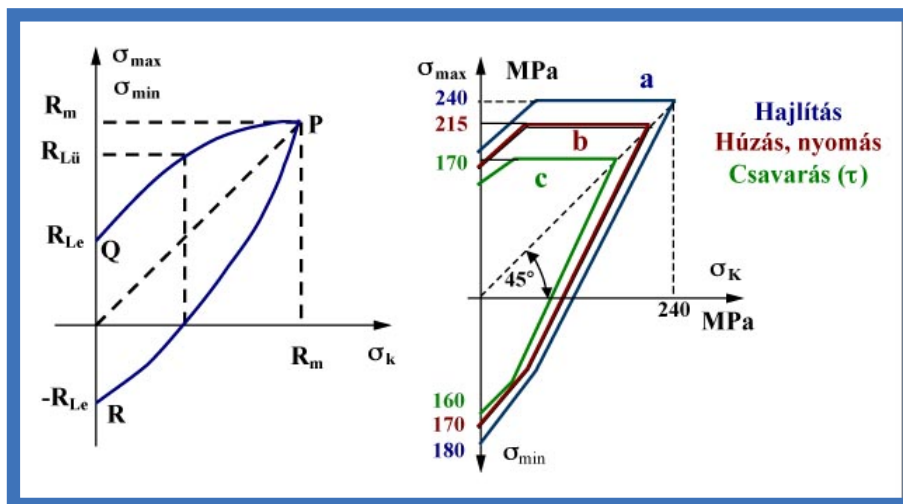
A diagram meghatározásához nagyszámú fárasztókísérlet-sorozatot kell elvégezni a kifáradási határhoz tartozó maximális és minimális feszültségek meghatározására, valamint szakítóvizsgálattal meg kell határozni a folyáshatárt.

Haigh-féle biztonsági diagramok

A terhelés típusa erősen befolyásolja a biztonsági diagram alakulását, ezért külön-külön határozta meg minden egyes terhelés típusra (5–16. ábra).

Az anyag kifáradási határa a legkedvezőbb a váltakozó hajlító, kisebb a húzó-nyomó és még kisebb a váltakozó csavarás esetén.

5–16. ábra. A terhelés jellegének hatása a biztonsági diagram alakulására



5.6. KIFÁRADÁSI HATÁRT BEFOLYÁSOLÓ TÉNYEZŐK

- ◆ *A terhelés időbeli lefolyása:*
A különböző frekvenciával végzett mérések nem adnak azonos értékeket. pl. acélszerkezeteknél 300–3000 igénybevétel/perc-nél nagyobb frekvencia hatására a Wöhler-görbe felfelé tolódik, tehát az anyag kedvezőbben viselkedik.
- ◆ *Korróziós környezet:*
A korrózív közeg a felületet károsítja, ezért jelentősen befolyásolja a kifáradást is.
- ◆ *A darab felülete:*
 - ◇ A fáradt törés csírája a felület. A darab felületén lévő hibák, feszültség-koncentrációk elősegítik a darab kifáradását. Nagyon lényeges, hogy a felületrontó hatása a nagyobb szilárdságú anyagoknál erőteljesebb!
 - ◇ A különböző mechanikus **felületi kezelések**, amelyek a darab felületének közelében nyomó feszültséget eredményeznek pl. a felület görgőzése, szemcselezés, sörétezés stb. a kifáradási határt növelik. Szintén jelentősen javítják a fáradási tulajdonságokat a **felületi hőkezelések** pl. a betétedzés, de különösen a nagyon vékony, kemény felületi kérget biztosító nitridálás ill. nikotrállás.
 - ◇ A megmunkált alkatrészek érdessége, amelynek növekedése csökkenti a kifáradási határt.

- ◆ *A darab mérete, alakja:*
A nagy darabok ellenállása mindig kisebb, mert azoknak az anyaga kevésbé „átdolgozott” képlékeny alakítással, továbbá más a felület/térfogat-arány és a visszamaradó feszültségek. A darab alakja a legritkább esetben sima hengeres.
- ◆ *Az anyag mikroszerkezeté:*
A zárványok belső felületek lehetnek, amik a fáradásos repedés megindulásához vezetnek.
- ◆ *Hőmérséklet:*
Ha nő az anyag hőmérséklete, csökkennek a szilárdsági jellemzők, ennek következtében csökkennek a kifáradási jellemzők is.
- ◆ *Bemetszések:*
Tervezési vagy gyártási hibák miatt a felületen kialakuló bemetszések, feszültségkoncentrációk a kifáradási határt jelentősen csökkentik.

Irodalom

Tisza Miklós (2005): *Anyagvizsgálat*. Miskolc: Miskolci Egyetemi Kiadó. Pp. 130–160.
 Tóth Tamás (2004): *Mechanikai anyagjellemzők és vizsgálatuk módszerei*. Dunaújváros: Dunaújvárosi Főiskola Kiadói Hivatala.
 Pósa Gyula: *Anyagvizsgálat I.*
 Lovas A. (Szerk.) (2011): *Anyagismeret*, egyetemi tananyag. Budapest: Typotex Kiadó.
 Gruber Györgyné: *Roncsolásos anyagvizsgálatok 1. Szilárdsági vizsgálatok*.
 Lovas Jenő: *Mechanikai anyagvizsgálat*.
 Dormák Lajos (2001): *Gépészeti Anyagismeret I. Fémek és fémes anyagok*. Újvidék.

Szabványok

Ebben a fejezetben tárgyalt fárasztóvizsgálatokhoz az alábbi szabványok adnak útmutatót.

A vizsgált/mért jellemző, a vizsgálat típusa, mérési tartomány	Szabvány
Fémek fárasztóvizsgálata, $F_{max} = 500\text{kN}$, $T = -100 - +1200^{\circ}\text{C}$	ASTM E466-15
Kisciklusú fárasztóvizsgálata, $F_{max} = 500\text{kN}$, $T = -40 - +600^{\circ}\text{C}$	ASTM E606/E606M-19E1
A törési szívósság meghatározása (KIC) $F_{max} = 500\text{kN}$, $T = -100 - +500^{\circ}\text{C}$	MSZ EN ISO 12737:2011 ASTM E399-20
A törési szívósság meghatározása (CTOD) $F_{max} = 500\text{ kN}$, $T = 100...+500^{\circ}\text{C}$	ASTM E1290-08e1
A törési szívósság meghatározása (KIC, JIC, CTOD) $F_{max} = 500\text{ kN}$, $T = 100...+500^{\circ}\text{C}$	ASTM E1820-20AE1
Fáradásos repedésterjedési sebesség meghatározása (da/dN, DKth) $F_{max} = 500\text{ kN}$, $T = 100...+500^{\circ}\text{C}$	ASTM E647-15E1



Ellenőrző kérdések

1. Mi a különbség a kifáradási határ és a kifáradási szilárdság között?
2. A hőmérséklet növekedése hogyan hat az anyagok kifáradással szembeni ellenállására?
3. Mi a jellemző a kisciklusú fárasztóvizsgálatokra?
4. A terhelés típusa hogyan befolyásolja a biztonsági diagramok alakulását?
5. Jellemezze a fáradásos töretet!
6. Milyen felületkezelési eljárásokkal lehet javítani a kifáradási tulajdonságokat?
7. Jellemezze a nagyciklusú fárasztóvizsgálatokat!
8. Milyen anyagoknak nincs kifáradási határa?
9. Jellemezze a Wöhler-diagramot nagyciklusú fárasztások esetén?
10. Sorolja fel milyen típusú fárasztó gépeket ismer!

Ellenőrző kérdések megoldása

1. *Kifáradási határ:* az a feszültségérték, amelynél kisebb feszültség alkalmazásakor meghibásodás sohasem következik be kifáradás következtében (a kifáradási határnál a feszültségamplitúdó-ciklusszám-görbe vízszintessé válik).
Kifáradási szilárdság: azt a feszültséget jelenti, amely alatt kifáradás nem következik be az adott ciklusszám során és az ehhez tartozó élettartam folyamán. Azokra az anyagokra jellemző, amelyeknek nincs kifáradási határa (pl. alumíniumötvözetek). Az ilyen anyagok használatakor minimális kifáradási élettartam (minimális ciklusszám) írható le.
2. Jellemzően csökkennek a szilárdsági jellemzők, ebből következik, hogy csökkennek a kifáradási jellemzők is, mint a kifáradási élettartam, kifáradási határ, kifáradási szilárdság.
3. A kisciklusú fárasztóvizsgálatok esetében:
 - ◆ a terhelőfeszültség minden ciklusban nagyobb, mint a folyáshatár,
 - ◆ a törés általában $< 10^4$ ismétlés után következik be,
 - ◆ a törés jelentős plasztikus alakváltozás (pl. húzal eltörése hajlítgatással) után következik be.



4. A terhelés típusa erősen befolyásolja a biztonsági diagram alakulását, ezért külön-külön határozta meg minden egyes terhelés típusra. Az anyag kifáradási határa a legkedvezőbb váltakozó hajlító, kisebb a húzó- nyomó- és még kisebb váltakozó csavarás esetén.
5. A kifáradásos törés felismerhető a törés jellegéből, a tört felület egy kagylós, barázdált és egy szemcsés ridegen tört részből áll, ami relatíve kicsi. Általában a törés valamilyen feszültséggyűjtő helyről indul meg.
6. A különböző mechanikus felületi kezelések, amelyek a darab felületének közelében nyomófeszültséget eredményeznek pl. a felület görgőzése, szemcseszórás, sörétezés stb. a kifáradási határt növelik. Szintén jelentősen javítják a fáradási tulajdonságokat a felületi hőkezelések pl. a betétedzés, de különösen a nagyon vékony, kemény felületi kérget biztosító nitridálás ill. nikotrállás.
7. Nagyciklusú fárasztás esetén:
 - ◆ a feszültség kisebb, mint a folyáshatár
 - ◆ a törés általában $> 10^4$ ismétlés után következik be ilyenek:
a forgó- és rezgő alkatrészek pl. tengelyek, fogak, motor alkatrészek
 - ◆ a törés az anyag maradó alakváltozása nélkül következik be.
8. Alumíniumötvözetek, saválló acélok, nagyszilárdságú acélok esetében a Wöhler görbe második szakasza nem vízszintes, így kifáradási határ nem értelmezhető. Általában elmondható, hogy a felületen középpontos kockarácsú fémek esetében nem tapasztalható a kifáradási határ.
9. A diagram két egyenessel jól közelíthető, az első ferde, meredeken eső szakaszt élettartam szakasznak, a vízszintes részt, pedig kifáradási szakasznak nevezzük. A terhelőfeszültség csökkentésével az acélokra meghatározható egy olyan jellemző feszültség, amellyel az akár végtelen sokszor terhelhető anélkül, hogy eltörne.
10. A fárasztógépek a terhelésváltozás-előállítás alapján lehetnek:
 - ◆ rezonancia elven működő és
 - ◆ erőhatás útján előállítók.A terhelés előállításának módja szerint megkülönböztetünk mechanikus, hidraulikus, elektromágneses, és pneumatikus fárasztógépeket.

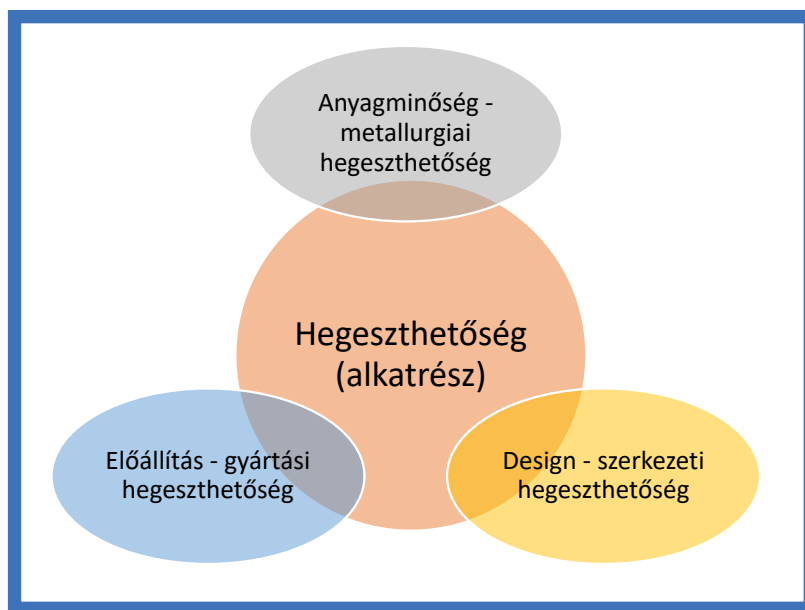


6. Hegeszthetőségi vizsgálatok

Az előző fejezetekben képet adtunk az acélok szerkezeti felépítéséről és azok főbb hőkezelési technológiáiról, majd a roncsolásos anyagvizsgálati alapokat ismertettük. Ebben a fejezetben az eddig megszerzett tudásukra alapozva ismertetjük a hegesztéssel járó problémák vizsgálati oldalát, tehát magának az acélok hegeszthetőségének kérdéskörét.

A hegesztés két fém között hőhatással vagy erőhatással vagy mindkettővel létrehozott kohéziós kapcsolattal megvalósuló kötéstechológiai eljárás. A hegeszthetőség a fémek egyik alapvető technológiai tulajdonsága, ami az anyagi tulajdonságoktól, a szerkezettől és a hegesztéstechnológiától függ. Nincs olyan önálló vizsgálat, amelyik egyértelműen jellemezné és mérőszámmal kifejezhetné a hegeszthetőséget. De a szabványok terminológusai ([1]) között a hegeszthetőség definíciója talán a legfontosabb. Eszerint az alkatrész akkor hegeszthető, ha az előírt gyártási feltételek mellett, egy meghatározott felhasználásra tervezett szerkezetbe hegeszthető és a tervezett üzemidő alatt kielégítő teljesítményt nyújt. Az alkatrészek hegeszthetőségét három tényező befolyásolja az anyagminőség, a design/szerkezet és a gyártástechnológia.

6–1. ábra. Hegeszthetőség részei



A 6–1. ábra szerint megkülönböztethetünk metallurgiai hegeszthetőséget, operatív/gyártási hegeszthetőséget és szerkezeti hegeszthetőséget. Ezeket természetesen definálni kell a szaknyelv megfelelő használatához, így a szabvány szerint a metallurgiai hegeszthetőség alatt azt értjük, hogy az anyagminőség által irányított tényezőket annál kevésbé kell figyelembe venni a hegesztési eljárás meghatározása során, minél jobb az anyagcsoport metallurgiai hegeszthetősége. Egyszerűbben az az

anyag hegeszthető metallurgiai szempontból, amelyiknek meghatározható a metallurgiai hegeszthetősége. Az operatív hegeszthetőséget úgy definálhatjuk szabvány szerint, hogy az operatív hegeszthetőség akkor létezik a hegesztési eljárásoknál, ha a különleges szerkezet számára tervezett hegesztést a gyártás kiválasztott körülményei között megfelelően el lehet végezni. Ilyenkor a hegesztési eljárás által irányított tényezőket annál kevésbé kell figyelembe venni a speciális anyagok szerkezeti megtervezése során, minél jobb a speciális szerkezetre és alkatrészekre szánt eljárás operatív hegeszthetősége.

A szerkezeteknél, akkor beszélünk a szerkezeti hegeszthetőség létezéséről, ha a tervezési tulajdonságaik alapján meghatározott gyártási körülmények között az érintett anyag és az alkatrész továbbra is működőképes marad. A tervezés által irányított tényezőket annál kevésbé kell figyelembe venni a speciális hegesztési eljárások során történő anyagkiválasztásoknál, minél jobb a speciális szerkezet vagy alkatrész szerkezeti hegeszthetősége.

A hegesztett kötés legfontosabb helyi tulajdonságai:

- ◆ a szilárdság,
- ◆ a szívósság,
- ◆ a repedésérzékenység,
- ◆ a folytonosság.

A hegesztés sikerét sokféle körülmény befolyásolja, amelyek közül kiemelt fontosságúak:

- ◆ az alapanyag és a hegesztőanyag összetétele,
- ◆ a hegesztendő anyagok szerkezete, mérete,
- ◆ a hegesztési környezet,
- ◆ a hegesztési helyzet és hegesztési mód,
- ◆ a hegesztett szerkezetek kialakítása.

A hegeszthetőség megállapítására többféle vizsgálatot el kell végezni.

A hegesztés sikere különböző módszerekkel vizsgálható, ellenőrizhető:

- ◆ roncsolásmentes vizsgálattal,
- ◆ mechanikai vizsgálattal,
- ◆ hegesztés-technológiai vizsgálatokkal,
- ◆ metallográfiai (szövetszerkezeti) vizsgálattal,
- ◆ hegeszthetőségi vizsgálattal.

Ebben a fejezetben a hegeszthetőségi vizsgálatokra térünk ki részletesen. A szabványok már több évtizede léteznek az acélok hegeszthetőségének minősítésére, így külön szabvány vonatkozik átmeneti hőmérséklet meghatározására ütővizsgálattal, hernyóvarrat hőhatás-övezetének keménységvizsgálatára és hajlítóvizsgálatára, a hegesztési hőhatás-övezet ütővizsgálatára és repedési érzékenységének vizsgálatára tompakötésnél vagy sarokvarratnál, továbbá a varrat melegrepedékenységi vizsgálatára sarokkötésnél. A hegesztett termékek gyártásához előírt technológiavizsgálatot az aktuális szabványok előírásai szerint kell végezni és jóváhagyni. A technológiai vizsgálatokat adott alapanyaggal (alapanyagokkal) kell kivitelezni, a jóváhagyás azonban anyagcsoportra vonatkozik.

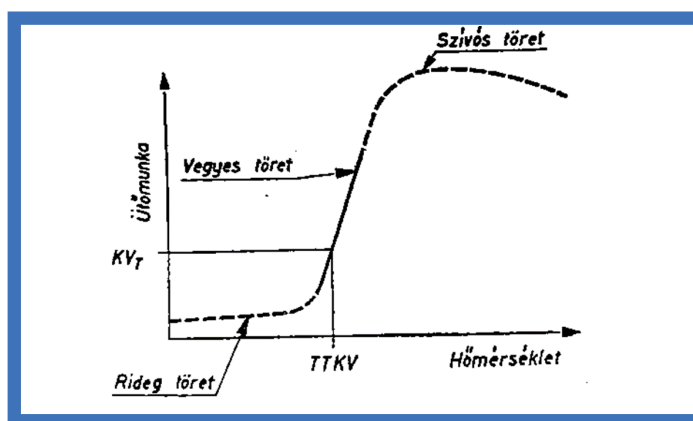


A vizsgálathoz előzetes hegesztési utasítások készülnek (pWPS), majd ennek alapján és az általános üzemszerű gyártási (hegesztési) feltételek szerint próbadarabokat kell gyártani. A próbatestek leggyakrabban hernyóvarratot kapnak, melyet az előírásoknak megfelelő végzettségű és tapasztalatú hegesztő készíthet el. A következőkben az egyes vizsgálatokat vesszük sorra.

6.1. ÁTMENETI HŐMÉRSÉKLET MEGHATÁROZÁSA ÜTŐVIZSGÁLATTAL

Az átmeneti hőmérsékletet, melyet a szabvány úgy definiál, hogy az a hőmérséklet, amelyen az ütőmunka a vizsgált acéltól függően egy előírt értékkel (KV_T) egyenlő. De tulajdonképpen az a hőmérséklet, mely alatt az acél ridegen, felette pedig szívósan viselkedik. A V-bemetszésű próbatestekkel meghatározott átmeneti hőmérséklet jele: TTKV, indexben meg kell adni az ütőmunka értéket is (6–2. ábra). Pl. $KV_T=10$, esetén $TTKV_{10}$.

6–2. ábra. Átmeneti hőmérséklet meghatározása



A vizsgálatot az alábbiak szerint végezzük el:

- ◆ 10°C-ként végzünk ütővizsgálatot a negatív hőmérséklet-tartományból kiindulva, úgy, hogy a szakirodalomban megtalálható, a vizsgálati acélhoz kémiai összetételében legközelebb eső acél átmeneti hőmérsékletét ismerve, azt a hőmérsékletet közrefogják a vizsgálati értékek. Azaz, tételezzük fel, hogy a szakirodalmi adat -5°C, akkor a vizsgálati hőmérsékletek a következők: -20°C, -10°C, 0°C, 10°C, 20°C, 30°C.
- ◆ A kiválasztott vizsgálati hőmérsékleteken 3–3 vizsgálatot kell elvégeznünk, hogy értékelhető eredményt kapjunk. Az elvégzett 3 vizsgálat egy adott vizsgálati hőmérsékleten egy középértéket fog adni.
- ◆ Ezeket a 6–2. ábra szerinti diagramban kell ábrázolni, vagyis a függőleges tengelyen lesz a mért ütőmunka értéke, míg a vízszintes tengelyen a vizsgálati hőmérséklet.

A felrajzott görbéből a ferrit–perlites acéloknál a rideg törési ellenállás jellemzésére a 275N/mm² folyáshatár alatti anyagminőségeknél 27,5J, míg ez felett pedig 39,2J ütőmunkához tartozó hőmérsékletet tekintik az adott vizsgálati acél átmeneti hőmérsékletének. Ezt a hőmérsékletet lineáris interpolációval határozzuk meg.



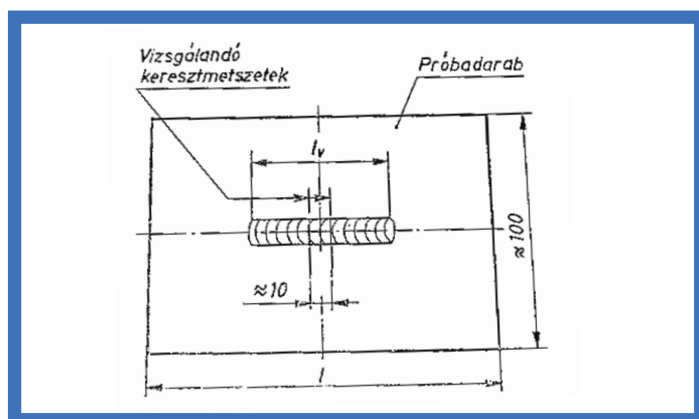
6.2. HERNYÓVARRAT HŐHATÁS-ÖVEZETÉNEK KEMÉNYSÉGVIZSGÁLATA

Ennél a vizsgálatnál egy hernyóvarratot készítünk az adott acéllemezre, annak megvizsgálására, hogy az acélfajta és a választott hegesztési technológia során a hőhatás-övezetben létrejön-e repedés, vagy a hegesztés hatására hogyan viselkedik az anyagszerkezet és milyen az alakíthatósága a vizsgálati anyagnak hegesztés után. Ezt a vizsgálatot leginkább akkor szoktuk elvégezni, ha a hegesztési munkarend hőbevitelt meghatározó elemeire vonatkozó korlátozásokat akarjuk ellenőrizni, így pl. az alkalmazható legkisebb elektróda átmérőt, vagy a hegesztési sebességet, illetve az előmelegítés hőmérsékletét. Az acélok edződési hajlamára is kapunk információt a hőhatás-övezet keménységmérése alapján.

A vizsgálatot az alábbiak szerint kell elvégeznünk:

Egy hernyóvarratot kell készítenünk a vizsgálati acéllemezre, a korábban már elkészített hegesztési munkarend szerint, vízszintes helyzetben, oldalirányú ívelés nélkül, egy sorral. A vizsgálatához használt próbatest vastagsága megegyezik a lemez vastagságával, vagy max. 20 mm, a szélessége pedig megegyezik a lemez szélességével vagy max. 100 mm.

6–3. ábra. Hernyóvarrat kialakítása a vizsgálatához

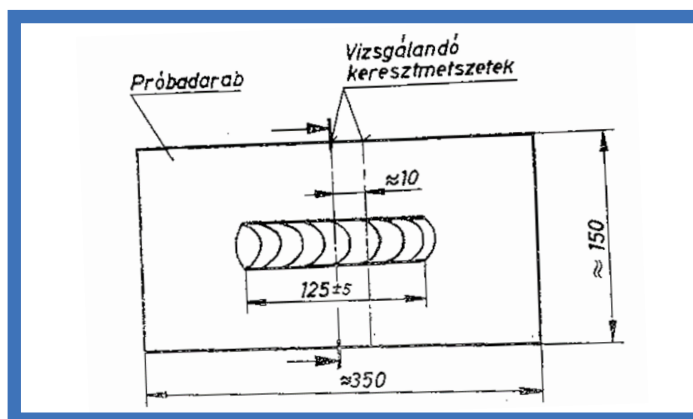


A hegesztéstechnológia alkalmazhatóságának ellenőrzésére a 6–3. ábra szerinti elrendezést szoktuk használni, ahol a hernyóvarrat hossza (l_v): 40 mm, míg a lemez teljes hossza (l): 140 mm. A hegesztés kézi ívhegesztéssel végezzük, az alábbi munkarend alapján:

1. a próbatest hőmérséklete a hegesztés kezdetén 20°C ;
2. az alkalmazható elektróda kis hidrogéntartalmú, hegesztési ömledéket adó bázikus bevonatú kézi ívhegesztő elektróda, melynek átmérője 20 mm-nél kisebb lemezvastagságnál 3,25, 20 mm felett pedig 4 mm.
3. A hegesztési paraméterek: az áramerősség $110 \pm 10 \text{ A}$ ($< 20 \text{ mm}$ lemezvastagságnál) $170 \pm 10 \text{ A}$ ($> 20 \text{ mm}$ lemezvastagságnál), hegesztési sebesség: $200 \pm 20 \text{ mm/perc}$.

Abban az esetben, ha az acélok edződési hajlamára vagyunk kíváncsiak, akkor a 6-4. ábra szerinti próbatestet kell elkészítenünk kézi ívhegesztéssel, kis hidrogéntartalmú hegesztési ömledéket adó bázikus bevonatú 4 mm-es átmérőjű elektródával, 170 ± 10 A áramerősség és 150 ± 10 mm/perc hegesztési sebesség alkalmazásával, 20°C -on.

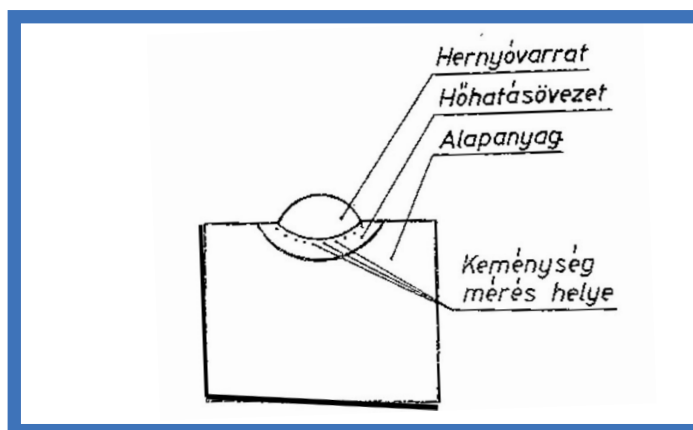
6-4. ábra. Hernyóvarrat edződési hajlam meghatározására



Az elkészített varratokból a keménységméréshez a varrat közepéről kb. 10 mm-es darabot kell kimunkálnunk, úgy, hogy a hőhatás-övezetet ne érje jelentősebb mértékű változást okozó külső tényező, pl. jelentősebb hőbevitel. A kivágott mintát ezt követően metallográfiai mintaelőkészítéssel, tehát csiszolással, polírozással és maratással kell előkészítenünk a keménységméréshez, oly módon, hogy a teljes hőhatás-övezet látható legyen.

A keménységmérés módja Vickers, azaz HV10. A keménységmérést a hőhatás-övezet legkeményebb részében (az acélok többségénél: a beolvadás határától 0,1–0,2 mm távolságra és a hőhatás-övezet hosszának $\frac{1}{4}$ – $\frac{3}{4}$ környéke) kell elvégezni 8–12 db méréssel a 6-5. ábra szerint.

6-5. ábra. Keménységmérés helyei a hernyóvarrat hőhatás-övezetében



A keménységmérések után ellenőriznünk kell a mérések helyét, hogy kielégíti vagy sem a fenti feltételt, továbbá döntő vizsgálatokhoz vagy nem egyértelmű eredmények esetén szövetszerkezet-vizs-

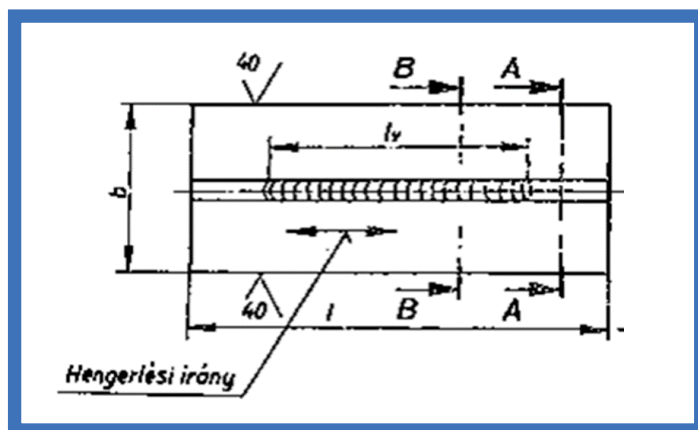
gálattal kell kiegészítenünk a keménységmérést. A vizsgálatot összesen 4 keresztmetszetben végezzük el, úgy, hogy két hernyóvarratos próbatestet készítünk és abból kivágott középső 10 mm-es minta mindkét oldalán megmérjük a keménységet, és a 4 keresztmetszetben mért legnagyobb keménységértéket vesszük figyelembe a vizsgálat kiértékelésekor. Ha valamelyik próbatest egyik oldalán mért legnagyobb keménység nem haladja meg a megengedett keménység $2/3$ -át, akkor a másik oldalán nem végezzük el a keménységméréseket.

A legnagyobb keménység értékét szabványok, szabályzatok rögzítik, mely szerint egy ferrit–perlitese acélnál a hőhatás-övezet megengedett legnagyobb keménysége 300HV10, ha a hegesztés bázikus elektródával, rövid védőgázaz kézi ívhegesztéssel végezzük akkor ez az érték 350HV10.

6.3. HERNYÓVARRATOS HAJLÍTÓVIZSGÁLAT

Ennél a vizsgálatnál a 20 mm vagy vastagabb, ötvöztelen vagy gyengén ötvözött szerkezeti acélok ráhegesztett hernyóvarratának hajlítóvizsgálatát végezzük el, mely az acél tulajdonságainak és a hegesztési munkarend alkalmasságának ellenőrzésére szolgál. A vizsgálatához a hengerelt lemezből kimunkált próbatesten, melynek hossziránya megegyezik a hengerlési iránnyal, alakítjuk ki a hernyóvarratot a 6–6. ábra szerint. Ha a vizsgálati lemez vastagsága nem éri el az 50 mm-t akkor a teljes vastagságból munkáljuk ki a próbatestet, ha nagyobb, mint 50 mm, akkor az egyik hengerelt felületet eredetiben meghagyjuk, míg a másikat 50 mm-re munkáljuk le.

6–6. ábra. Hernyóvarrat elkészítése a hajlítóvizsgálathoz



Az acélok tulajdonságainak meghatározásához egy sorral folyamatosan oldalirányú ívelés nélkül olyan sebességgel kell elkészíteni a hernyóvarratot, hogy enyhén domború, sima felületű legyen. Ha a lemezszélesség 20–35 mm között van, akkor a vizsgálati próbatest szélessége 150 mm, az alkalmazott elektróda átmérője 4 mm, az alkalmazott áramerősség 170 ± 10 A, a kimunkálendő horony sugara 3 mm. Abban az esetben, ha a lemez vastagsága 35–50 mm közötti, akkor a vizsgálati próbatest szélessége 200 mm, az elektróda sugara 5 mm, és az alkalmazott áramerősség pedig 220 ± 10 A. A kialakítandó horony sugara 4 mm. Mindkét esetben a kis hidrogéntartalmú hegesztési ömledéket adó, bázikus bevona-

tú kézi ívhegesztő elektródát használunk. A próbadarabok hőmérséklete a hegesztés kezdetén $20 \pm 5^\circ\text{C}$. Az elkészített hegesztési kötéssel rendelkező próbatestet nyugodt levegőn kell lehűteni, oly módon, hogy semmilyen jelentősebb hőhatás ne érje, mert akkor megváltozhat a próbatest szövetszerkezete.

A vizsgálat menete a következő:

- ◆ Az acélok tulajdonságainak meghatározására szolgáló vizsgálatnál a hajlítást folyamatosan 60 mm/perccel vagy kisebb sebességgel kell elvégeznünk.
- ◆ A hajlítást mindaddig folytatjuk, amíg az alapanyag felületén, a varrat szélétől mért 10 mm-t meghaladó első repedés meg nem jelenik, ekkor a próbatestet tehermentesíteni kell.
- ◆ Le kell mérni a hajlási szöget,
- ◆ Majd a próbatestet teljes törésig, de legalább 150° -ig kell hajlítani.

Az így elvégzett vizsgálat kiértékelésénél tehát az első repedéshez tartozó hajlítási szög és a töret jellege a döntő. A hajlítási szög referencia értékét az alábbi egyszerű képlettel számíthatjuk ki:

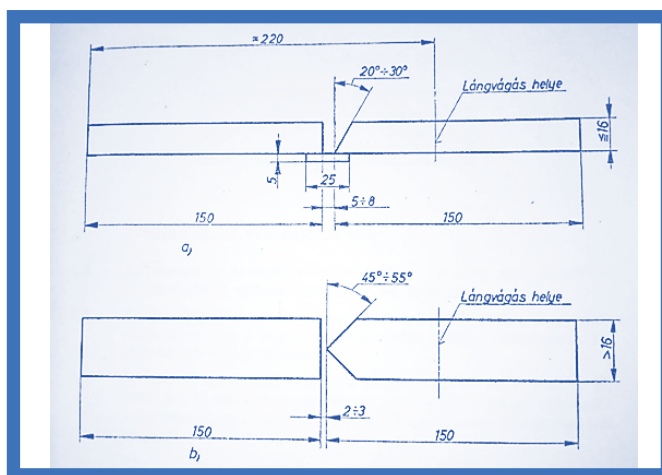
$$\alpha \geq 1500/s$$

ahol α a hajlítási szög, míg s pedig próbatest vastagsága, mm-ben. Így pl. az 50 mm-es vastagságú próbatestnél az α nagyobb vagy egyenlő, mint 30° . A töret felületére az a kritérium, hogy max. 50%-ban lehet rideg. Értelmszerűen csak olyan próbatesten lehet a vizsgálatot elvégezni, mely semmilyen hegesztési és anyagszerkezeti hibával nem rendelkezik.

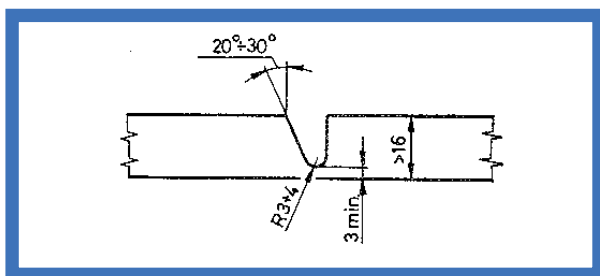
6.4. HEGESZTÉSI HŐHATÁS-ÖVEZET ÜTŐVIZSGÁLATA

Ennek a vizsgálatnak az a célja, hogy meghatározzuk a hegesztési hőfolyamat az alapanyag rideg törési hajlamára gyakorolt hatását. A vizsgálatához csak 10 mm-nél vastagabb lemezt lehet használni, amelyből a 6–7. ábra szerinti hegesztésre szánt próbatestet munkálunk ki.

6–7. ábra. Próbatest kimunkálási paraméterei

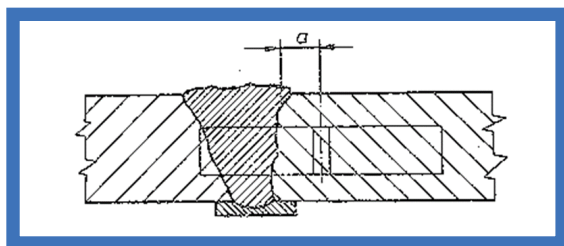


6–8. ábra. Próbatétel a hőhatás-övezet vizsgálatához



A próbatétel az anyag felhasználásánál kívánt munkarenddel hegesztjük. Tehát a 6–8. ábrán felvázolt hornyot kell felhegesztetni, majd az így kialakított próbatételből a 6–9. ábra szerint munkáljuk ki az ütvizsgálathoz szükséges V-bemetszésű speciális próbatételt. A próbatételeket úgy alakítjuk ki, hogy a bemetszések csúcspontja a beolvadás határától: 0, 1, 2, 3, 4, 5, 7, 10 és 15 mm távolságban legyen. Mindegyik távolsághoz 3–3 próbatételt készítünk.

6–9. ábra. Ütőpróbatétel kialakítása a hegesztési próbatételből



A vizsgálatot az alapanyag átmeneti hőmérsékletén vagy nagyobb, de még a vegyes törés szakaszához tartozó hőmérsékleten végezzük el. A vizsgálatok eredményeit az egyes távolságok átlagértékeinek az adott távolsággal történő diagramos ábrázolásával szemléltetjük. A vizsgálat kiértékelésekor a diagramból meg kell állapítani:

- ◆ a hőhatás-övezetnek azt a szakaszát, ahol az ütmunka a vizsgálati hőmérsékleten kisebb, mint az alapanyagé.
- ◆ továbbá a vizsgálati hőmérsékletén legkisebb ütmunka helyét.

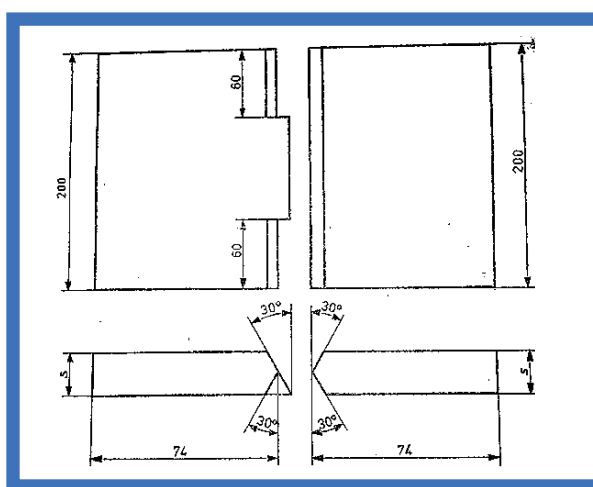
Ezek a kiértékelések csak kvalitatív jellegűek, azaz minőségi jellemzést adnak, számszerű adatok kinyeréséhez a hőhatás-övezet átmeneti hőmérsékletének eltolódását kell meghatározni.

6.5. A HŐHATÁS-ÖVEZET REPEDÉSI ÉRZÉKENYSÉGÉNEK VIZSGÁLATA TOMPAKÖTÉSSSEL

Ennél a vizsgálatnál az egyrétegben hegesztett tompakötés hőhatás-övezetének repedési érzékenységét elemezzük. Így lehetőség van az acélok rangsorolására a hegesztési repedésérzékenység alapján, valamint a hegesztési munkarend egyes elemeinek, mint pl. az áramerősség, a hegesztési sebesség, és a munkadarab-hőmérséklet, és a hegesztőanyagra jellemző diffúzióképes hidrogéntartalom hegesztési érzékenységre gyakorolt hatásainak meghatározására.

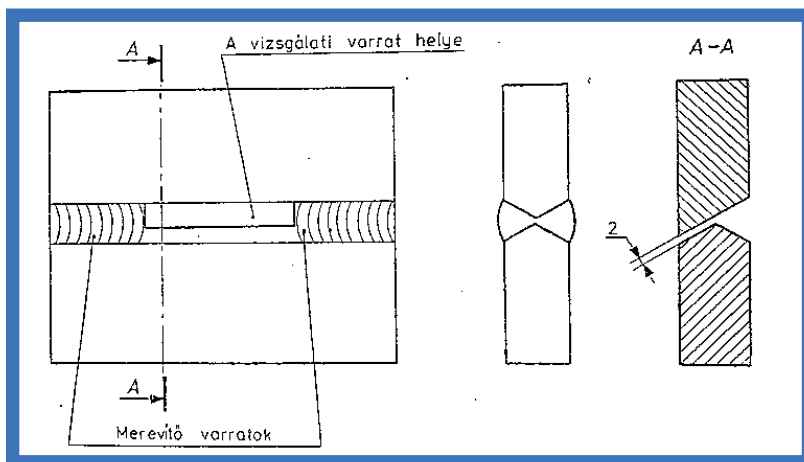
A próbadarab elemeit a vizsgálati acél szállítási állapotában kimunkáljuk a 6–10. ábra szerint, ahol a 200 mm oldalnak párhuzamosnak kell lenni a hengerlési iránnyal vagy száliránnyal.

6–10. ábra. Próbatestek kimunkálási paraméterei

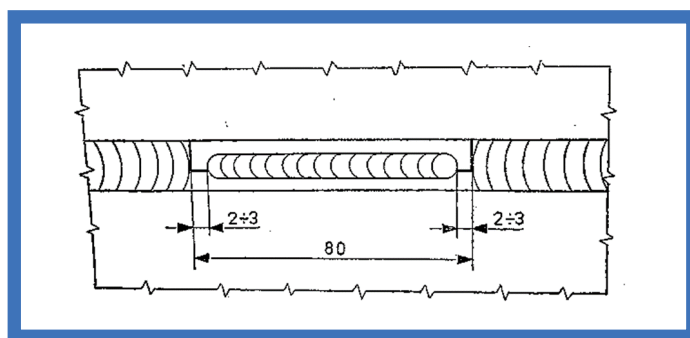


A lemezvastagság 10–50 mm. A próbalemez vastagsága 20 mm vagy a hegesztendő szelvény vastagságával egyező legyen. A próbadarab elemeit termikus vágással alakítjuk ki és utólagos forgácso-lással a vágás hőhatás-övezetét teljesen eltüntetjük. A merevítő varratok hegesztési technológia tetszés szerinti és a 6–11. ábra szerint kell kialakítanunk a hegesztési varratokat. A merevítő varratok lehűlése után, kézi ívhegesztéssel, vízszintes helyzetben egy varratsorral alakítjuk ki a vizsgálati varratokat. A vizsgálati szakasz elején és végén 2–3 mm üres részt kell hagyni (6–12. ábra).

6-11. ábra. Hegesztési varrat kialakítása

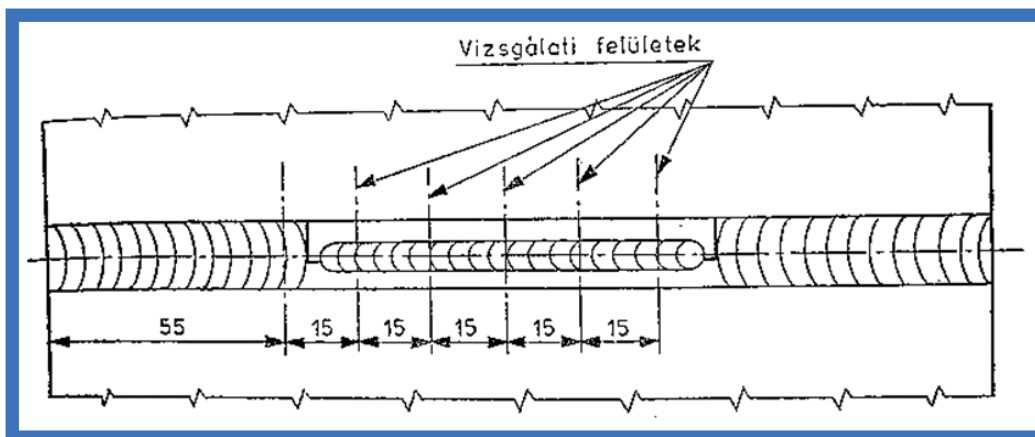


6-12. ábra. Vizsgálati varrat kialakítása



A hegesztést kis hidrogéntartalmú, heganyagot eredményező, bázikus bevonatú elektródával készítjük el. A próbadarab hőmérséklete a hegesztés megkezdésekor $20 \pm 5^\circ\text{C}$. A hegesztési elektróda átmérője 3,25 mm, ha a lemezvastagság nem éri el a 20 mm-t, ilyenkor az alkalmazott áramerősség 110 ± 10 A, és 4 mm-es az elektródaátmérő, ha 20 mm-nél vastagabb a lemez. Ez esetben az alkalmazott áramerősség 170 ± 10 A. Mindkét esetben a hegesztési sebesség 150 ± 10 mm/perc. A kialakított hegesztési varratot nyugodt levegőn hűtjük le, majd a vizsgálat megkezdése előtt legalább 24h-ig szobahőmérsékleten tartjuk, hogy minden köbmilliméterében azonos hőmérsékletű legyen a vizsgálati szakasz.

6–13. ábra. Vizsgálati helyek kialakítása a hegesztési varratban

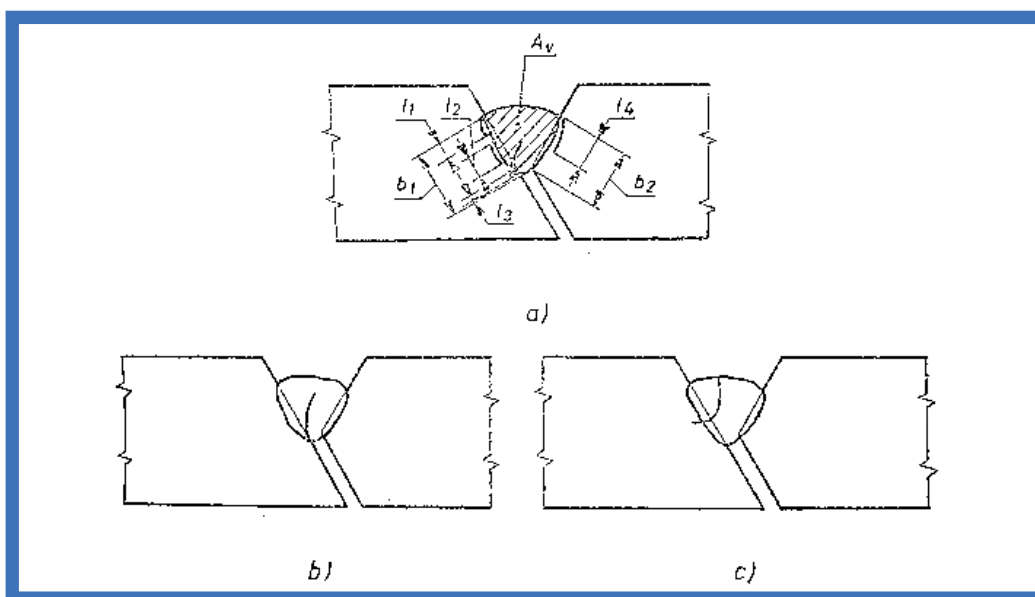


Ezt követően a hegesztési varratot a 6–13. ábra szerint 5 db vizsgálati próbatestre vágjuk, úgy, hogy a hőhatás-övezet ne érje jelentősebb hőbevitel. A 6–13. ábrán jelölt 5 helyen a keresztmetszeti csiszolatot úgy készítjük elő, hogy a teljes hőhatás-övezet látható legyen. A csiszolaton lévő láthatóvá váló repedések méretét csiszolt, polírozott és gyengén maratott próbafelületeken legalább 100x-szoros nagyításban határozzuk meg 0,1 mm pontossággal. A javasolt marószert 3% pikrinsav + 3% tömény só-sav alkoholos oldata. A próbadarabokon megmérjük a hőhatás-övezetben található repedések leélezés irányában mért összes hosszát, majd képezzük annak a varrat leélezés irányú méretére (b) viszonyított, próbatestre vonatkozó R_p repedékenységi mérőszámát:

$$R_p = \frac{\sum_{i=1}^n l_i}{b_1 + b_2} * 100 (\%)$$

ahol n a vizsgált keresztmetszetben talált repedések száma, l_i – repedések összes hossza a leélezési irányban, b – leélezési méretek (6–14. ábra).

6–14. ábra. Repedések méretének meghatározása



A 6–14. ábra b, és c, képeken látható repedéseket a vizsgálatból ki kell zárni. A varraton a korábban ismertetett keménységmérést elvégezzük. A vizsgálat kiértékelése történhet a repedékenységi érték meghatározása alapján, vagy a keménységmérés alapján a legnagyobb keménység meghatározásával.

6.6 ÖSSZEHEGESZTETT VÉKONYLEMEZEK HEGESZTHETŐSÉGI VIZSGÁLATAI

Az eddigiekben hernyóvarratok vizsgálatát ismertettük, a továbbiakban két lemez összehegesztésekor felmerülő kérdésekre és vizsgálatokra világítunk rá. A nem bevont és bevont fémek ellenállás-hegesztésének hegeszthetőségét tárgyaló szabvány [2] célja, hogy a különböző fémek metallurgiai hegeszthetőségét össze tudjuk hasonlítani; a komponensek különbözőségét, úgy mint a térbeli szerkezetek, felhalmozódások és geometriai vetületeket fel tudjuk mérni; továbbá megvizsgálni, hogyan hat a hegesztési paraméterek változtatása – a hegesztési áram, a hegesztési idő, az elektróda erő, vagy komplex hegesztési eljárásrend, mely magában foglalja az impulzus-hegesztést és az áramlépéseket a hegeszthetőségre és/vagy az ellenállás-hegesztő gép teljesítményének összehasonlítását is elvégezhetjük.

A szabvány számos olyan további szabványt megemlít, melyek részben az ellenállás-hegesztés gépeire, a kivitelezés módjára és a hegesztett kötés minősítésére vonatkoznak. Ezek közül talán az egyik legfontosabb az ISO 10447 szabvány, mely a hegesztett kötés tépéstesztjét írja le. Továbbá fontos információkat tudhatunk meg az ISO 14270-14273 szabványokban a hegesztett kötések Vickers-keménységméréséről, keresztszakító, nyíró tesztjéről, továbbá az ISO 14323-14324 szabványok foglalják össze az ütővizsgálatát és a fárasztóvizsgálatát. A hegeszthetőség az ellenállás hegesztésnél megköveteli azt a képességet, hogy elsősorban a hegesztés elkészíthető legyen, a hegesztések folytatására legyen lehetőség, valamint a hegesztési varrat azon képességét, hogy ellenálljon a kifejtett üzemi igénybevételeknek.

Az ellenállás-hegesztés hegeszthetőségének kiértékelési kritériumai a következők:

- ◆ a hegesztési áramerősség-tartománya olyan legyen, hogy a varrat létrejöjjön,
- ◆ az elektróda kopása és élettartama olyan legyen, hogy a varrat folytatását lehetővé tegye,
- ◆ különböző terhelési irányoknál a kötési szilárdság megfelelő legyen,
- ◆ anyagi keménység-változások ne lépjenek fel,
- ◆ belső repedések, pórusok, beszívódások, és más hibák ne legyenek, ha vannak akkor azok méretét, számát és elhelyezkedését meg kell adni,
- ◆ különböző terhelési irányokban a törési viselkedés legyen azonos,
- ◆ üzemi feszültségeknek való ellenállás, úgy, mint a korrózió, a nedvesség, alacsony és növelt vagy váltakozó hőmérsékleteknek való megfelelés biztosított legyen.

A hegeszthetőség végső kiértékelése mindegyik esetben csak megbecsülhető az elsődleges feltételek figyelembevételével, és a végfelhasználó határozza meg.



Az ellenállás ponthegesztés során létrejövő hegesztési kötés hegeszthetőségének folyamatát leíró szabvány [3] a hegesztési áram tartományának és a hegesztő elektróda élettartam-meghatározásával foglalkozik.

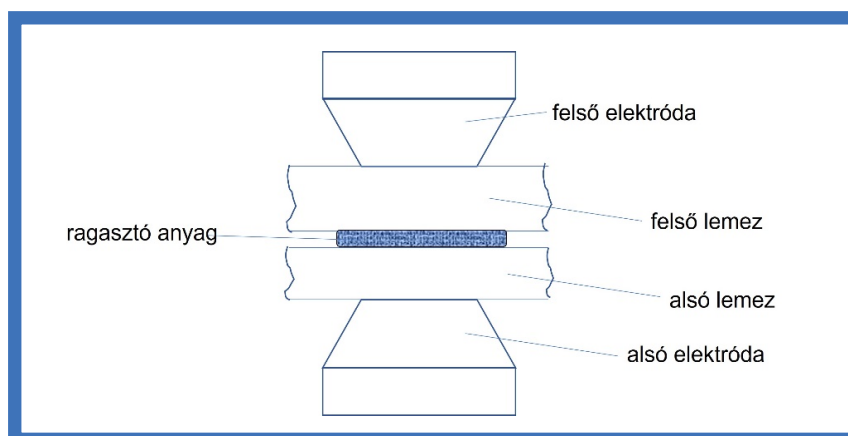
Az alábbi eljárások alkalmazhatók a kiértékeléshez:

- ◆ az elektróda anyagának, alakjának és méreteinek, valamint az elektróda hűtés hatása.
- ◆ a hegesztési anyagtípusok és vastagságok, valamint bevonatok hatása.
- ◆ a hegesztési körülmények hatása.
- ◆ a hegesztő gép hatása.
- ◆ az adhézió hatása a hegesztésre.

Ahhoz, hogy a szaknyelvet és a vizsgálatokat értelmezni tudjuk az alap *definíciókkal* tisztában kell lennünk. Így, pl. a pontszerű **ellenálláshegesztéssel készített kötés** definíciójával, melyet a szabvány az alábbiak szerint ad meg: olyan pontszerű hegesztési kötés, melyet ellenállás-ponthegesztéssel hozunk létre a ragasztóanyagon és tömítőanyagon keresztül.

A következő definíció a **szubsztrát**, mely azt az anyagot jelenti, amelynek felületére ragasztót kenünk a hegesztéshez. A hegesztés megkezdése előtt, egy komplex próbadarabot állítunk össze, amelyet a hegesztéshez pozícionálunk. Itt már a szubsztrátokat összeragasztjuk. A ragasztóanyagokat a próbatest összeállítása előtt egy tároló kamrában tartjuk, amelyet definíció szerint egy olyan hőmérséklet szabályozó rendszerrel látnak el, hogy a ragasztóanyagok vagy tömítőanyagok a gyártói előírásoknak megfelelő tulajdonságaikat megőrizzék. Az elektróda anyagait az ISO5182 szabvány definiálja, ezek geometriáját pedig az ISO 5821 szabvány írja le. A használt hegesztési áramot, amely váltakozó vagy egyenáram, a tesztelés előtt specifikálják és rögzítik. Egyenáram ellenőrzést igénylő folyamat. Amikor váltóáramot használunk az ellenállás-hegesztő gépnél akkor a hegesztési áram nem kisebb, mint a teljes vezetési szögénél értelmezett RMS érték 30%-a.

6–15. ábra. Ellenállás-hegesztés összeállítása szabvány szerint



Mechanikai beállítások

A mechanikai beállításokat úgy kell megválasztanunk, hogy a lemezzel érintkező elektróda ütését minimalizáljuk. Annak érdekében, hogy az elektróda ütközését korlátozzuk, az elektróda érintkezési sebessége kb. 0,15 m/s (ajánlott) és/vagy a csúcserőnek a nominális elektródaerő 150%-nál kisebbnek kell lennie. Továbbá a gép összenyomási idejének elegendő hosszúságúnak kell lennie ahhoz, hogy leküzdjük az elektródák visszapattanó hatását és a gép tehetetlenségét, hogy az elektróda erő a szükséges értéket elérje mielőtt a hegesztőáram megindul.

A mechanikai beállításokon túl az egyes *paramétereket* is mérnünk kell. Így pl. a **hőmérsékletet**, azaz a környezeti hőmérsékletet. Emellett az **alkalmazott ragasztóanyag** mennyiségét is ismernünk kell. Az alkalmazott ragasztóanyag mennyiségének mérését pl. a méréseknél alkalmazható tolómérő, nagyító skála, súlyméréssel tudjuk kivitelezni. De ugyanilyen fontos a **hegesztőáram** és **elektródaerő**, melyek mérését az ISO 18278-1:2015 5.3. bekezdése írja le. Talán az egyik legfontosabb paraméter az **elektródahűtő-víz folyási sebessége**. Ugyanis a vízhűtés szignifikánsan befolyásolja az elektróda élettartamát, a bevezetett víz hőmérséklete 20°C-os kell, hogy legyen, de semmiképp sem mehet 30°C fölé. A legideálisabb megoldás az elválasztott vízű rendszer alkalmazása mindegyik elektródánál, és a víz folyási sebessége mindegyik elektródánál minimum 4l/percre történő beállítása. A vízűtőcsövet közvetlenül az elektródára kell irányítani, hogy annak a hűtése biztosított legyen. A vízűtő lyuk vagy fűvóka méreteinél az ISO standard előírásokat kell betartani a különböző elektróda típusokra. Az elektróda hát és a dolgozó felületek közti távolság nem lehet nagyobb, mint az ISO 5821 szabványban megadott érték, amely specifikálja az elektróda dimenziókat.

Eredmények mérése

Az elkészített hegesztésnél a hegesztési átmérő meghatározása a fő feladat. A roncsolásos tesztelést követően a hegesztési átmérőt az ISO 17677-1 szabvány szerint kell megmérni.

A hegesztett kötés az 6–15. ábra szerint kell összeállítani, a ragasztóanyag milyenségét és mennyiségét a szerződő felek közötti egyezmény szerint kell kiválasztani.

További szabványok:

1. MSZ EN ISO 18278-2:2016 Angol nyelvű! – Ellenállás-hegesztés. Hegeszthetőség. 2. rész: A hegeszthetőség értékelési eljárásai ponthegesztés esetén (ISO 18278-2:2016) ICS: 25.160.40 Hegesztett kötések és hegesztések. Megjelenés dátuma: 2016-06-01
2. MSZ EN ISO 14327:2004 Angol nyelvű! – Ellenállás-hegesztés. Eljárások az ellenállás-ponthegesztés, -vonalhegesztés és -dudorhegesztés hegeszthetőségi tartományának meghatározására (ISO 14327:2004) ICS: 25.160.10 Hegesztőeljárások Megjelenés dátuma: 2004-08-01



Irodalom

- [1] MSZ EN ISO 18278-1:2015, Ellenállás-hegesztés. Hegeszthetőség: 1. rész: Általános követelmények a hegeszthetőség értékeléséhez fémek ellenálláspont-, vonal- és dudorhegesztése esetén
- [2] MSZ EN ISO 18278-1:2015 szabvány az Ellenállás-hegesztés. Hegeszthetőség: 1. rész: Általános követelmények a hegeszthetőség értékeléséhez fémek ellenálláspont-, vonal- és dudorhegesztése esetén. (ISO 18278-1:2015) ICS: 25.160.01
- [3] A MSZ EN ISO 18278-3:2017 szabvány az Ellenállás-hegesztés. Hegeszthetőség. 3. rész: A hegeszthetőség értékelési módszerei ponthegeesztett ragasztás esetén [(ISO 18278-3:2017) ICS: 25.160.40 Hegesztett kötések és hegesztések. Megjelenés dátuma: 2017-12-01]

Ellenőrző kérdések

1. Definiálja a hegesztést!
2. Milyen tényezők befolyásolják a hegeszthetőséget?
3. Melyek a hegesztett kötés főbb tulajdonságai?
4. Milyen körülmények befolyásolják a hegesztés sikerét?
5. Milyen vizsgálatokkal tudjuk minősíteni a hegesztett kötést?
6. Ismertesse az átmeneti hőmérséklet meghatározását ütővizsgálattal!
7. Rajzolja fel az átmeneti hőmérséklet meghatározását segítő diagramot!
8. Ismertesse a hernyóvarrat hőhatás-övezetének keménységmérési vizsgálatát!
9. Hol kell mérni a keménységet a hernyóvarrat esetén?
10. Ismertesse a hernyóvarrat hajlítóvizsgálatát!
11. Milyen próbatestet kell készíteni a hajlítóvizsgálathoz?
12. Hogy történik a hajlítóvizsgálat kiértékelése?
13. Ismertesse a hőhatás-övezet ütővizsgálatát!



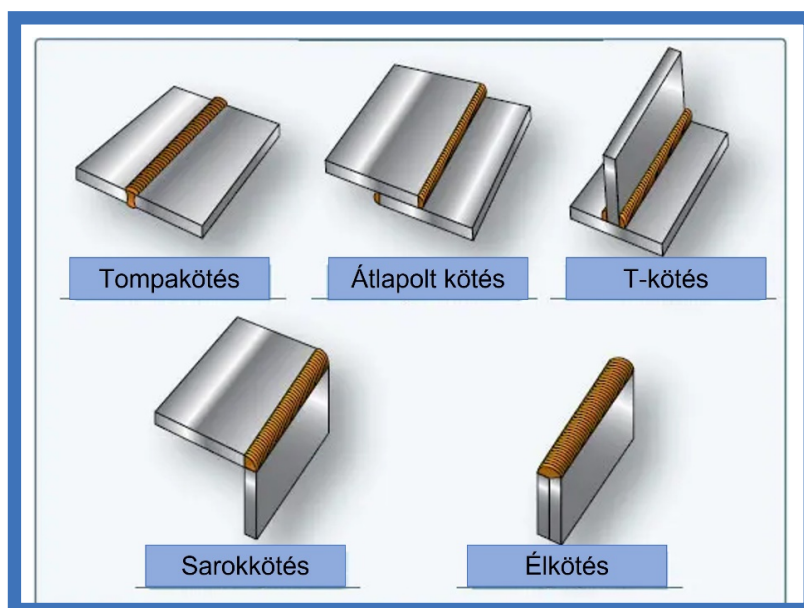
14. Hogy veszük ki a próbatestet az ütvizsgálathoz és mi a kiértékelés menete?
15. Ismertesse a hőhatás-övezet repedési érzékenységének megállapítását célzó vizsgálatot!
16. Milyen próbatestet kell készíteni a repedésérzékenységi vizsgálathoz? Rajzolja le!
17. Hol és hogyan kell előkészíteni a vizsgálati helyeket a repedésérzékenység megállapítására?
18. Írja fel a repedésérzékenységi mérőszám képletét és adja meg az egyes paraméterek nevét!



7. Hegesztett kötések vizsgálata

A korábbi fejezetekben megtanult mechanikai anyagvizsgálati módszereket ebben a fejezetben speciálisan a hegesztett kötések vizsgálatára fogjuk használni. De mielőtt ezt megtennénk, röviden tekintsük át milyen hegesztési varrat típusokat ismerünk. Ebben segít a 7–1. ábra mely a főbb típusokat szemlélteti.

7–1. ábra. hegesztési kötések típusa (átvéve: [1])



7.1. HEGESZTETT KÖTÉSEK KEMÉNYSÉGMÉRÉSE

A Magyar Szabványügyi testület honlapján lévő online szabványtárban az alábbi szabvány lelhető fel, mely a hegesztett kötések keménységmérési eljárásaival foglalkozik:

- ◆ Fémek hegesztett kötéseinek roncsolásos vizsgálatai. Keménységmérés lézersugaras és elektronsugaras eljárással hegesztett, keskeny kötéseken (Vickers- és Knoop-keménységmérés) (ISO 22826:2005) ICS: 25.160.40 Hegesztett kötések és hegesztések.
Destructive tests on welds in metallic materials – hardness testing of narrow joints welded by laser and electron beam. (Vickers and Knoop hardness tests)

A szabvány a vékony lézer és elektronsugaras hegesztési kötések keresztirányú keménységmérését ismerteti, ahol az alkalmazott terhelés Vickers esetén 0,098N (HV0,01) és 98N (HV10) között van, míg a Knoop-keménységméréskor csak 9,8N alatti terheléseket jelent, azaz HK1 alatti mérések.

Az alkalmazott Vickers-keménységmérések elvégzését leíró szabványok: ISO 6507-1, ISO 6507-2, és ISO 6507-3, míg a Knoop-keménységmérésre vonatkozó az ISO 4545, ISO 4546, ISO 4547.

A vizsgálatok elvégzése során az alapanyag, a hőhatás-övezet és a hegesztési kötés keménységét határozzuk meg. A mérések lehetnek egyedi mérések, csoportos vagy sorokban elvégzett mérések. A vizsgálat során a hőmérséklet $23 \pm 5^\circ\text{C}$. Ha a vizsgálati hőmérséklet eltér a megadott tartománytól, azt rögzítenünk kell a jegyzőkönyvben. A mikro-keménységmérési eredményeket a rezgések befolyásolják, ezért azokat egy rezgésmentes helyen kell elvégeznünk.

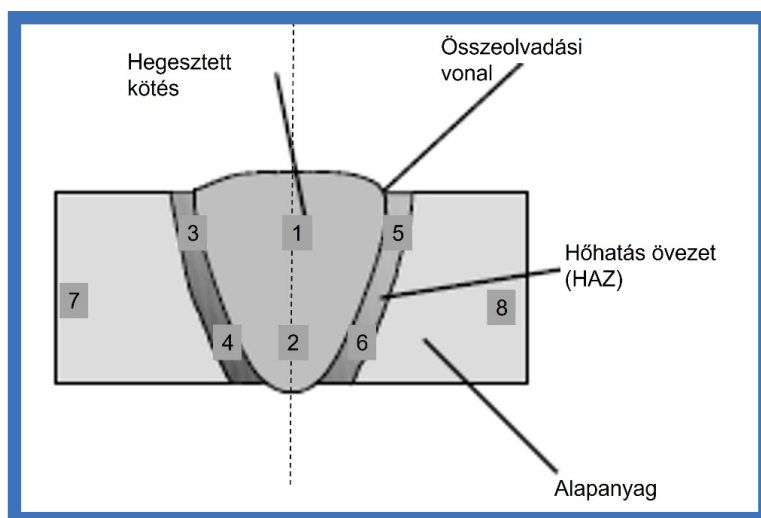
Minta kimunkálása:

A minták kimunkálását a Vickers-keménység mérésnél az ISO 6507-1 míg a Knoop-keménységmérésnél az ISO 4545 szabvány részletezi. A próbatest keresztmetszetét mechanikus vágással vesszük ki a hegesztett mintából, gyakran a hegesztett kötésre merőlegesen (keresztirányban). Ez a folyamat és a kivett minta előkészítési folyamata során a hőmérséklet nem növekedhet oly mértékben, hogy az a vizsgálati minta lágyulásához vagy keményedéséhez vezessen. Az előkészített felületet (kivágott, csiszolt és polírozott) megmarjuk, az ISO/TR 16060 szerint, így a lenyomatok átmérője a hegesztett kötés különböző zónáiban megfigyelhetővé válik és pontosan mérhető lesz.

Vizsgálat menete:

A 7–2. ábra mutatja, hogy egy kimunkált tompakötés keresztmetszetében hol szükséges a szabvány szerint méréseket végeznünk.

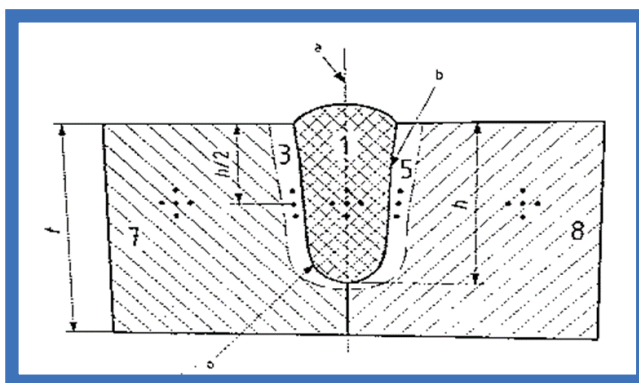
7–2. ábra. Keménységmérési helyek megadása szabvány szerint – csoportméréseknél



1,2 – hegesztési varrat, 3,4,5,6 – hőhatás-övezet, 7,8 – alapanyag

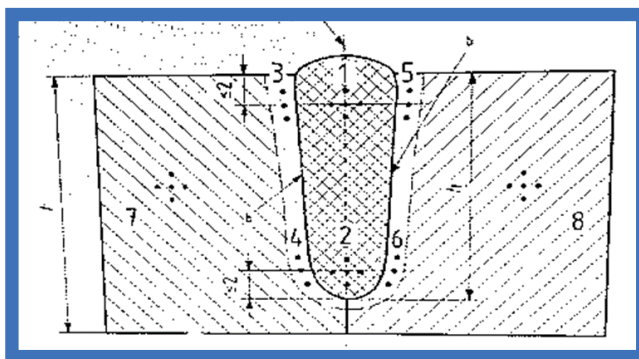
Amikor az alapanyag vastagsága, t vagy a beolvadási mélység 4 mm vagy kevesebb, a lenyomatokat a hegesztési varratban és a hőhatás-övezetben úgy helyezzük el, hogy a lemez vastagságának felénél, azaz a középvonalban és a beolvadási mélység felénél legyenek. Ebben az esetben a 7,8 alapanyagban 5–5 mérünk, úgy, hogy 3–3 egymásra merőleges legyen, míg a 3 és 5 zónában függőleges irányban 3–3 mérést, míg a varratban az alapanyaghoz hasonlóan 5 mérést végzünk. Így összesen 21 mérési eredmény értékelünk ki (7–3. ábra).

7–3. ábra. Vékonylemezek keménységmérési pontjai



Ha a lemez vastagsága nagyobb, mint 4 mm, akkor a lenyomatokat felső és az alsó felülettől 2–2 mm mélységben helyezzük el az előző alakzatokhoz hasonlóan, tehát a varrat felső részében 5 db, míg az alsó részében is 5 db mérést végzünk. A hőhatás-övezetben a felső és alsó részekben mindkét oldalon 3–3 mérést és az alapanyagban viszont a középvonalnál maradva 5–5 mérést a varrat két oldalán, távol a varrattól végzünk el (7–4. ábra).

7–4. ábra. Vastag lemezek keménységmérési pontjai



A nemesíthető vasalapú ötvözeteknél, a lenyomat közepe és a próbadarab egyik éle közötti távolság Vickers-keménységmérés esetén legalább a lenyomat átlóhosszának minimum a 2,5-szerese kell, hogy legyen, míg a Knoop-keménységmérés esetén pedig a lenyomat rövidebbik átlójának a hossza. A nem nemesíthető vasalapú ötvözetek és nem vasalapú ötvözeteknél a lenyomat közepe és a próbatest

éle közti távolság Vickers-keménységmérésnél a lenyomat átlóhosszának legalább a háromszorosa, míg a Knoop-keménységmérésnél pedig a rövid átlóhossza.

A hegesztési varrat keménységmérését legalább három pontban végezzük el a középpontban és felső–alsó területeken, továbbá a jobb és a bal oldalon. Az átlag keménységértéket határozzuk meg, az összes lenyomat kiértékelése alapján. Ha nagyobb terhelési erőt használunk, azaz HV5, HV10 akkor a mérések számát csökkenthetjük. (megjegyzés: nem tudnánk tartani a lenyomatok közti távolságot, ez befolyásolhatja a vizsgálat kimenetelét.) A lenyomat átlójának hossza a hegesztési varrat keménységmérése során a hegesztési varrat szélességének 1/10-e vagy kisebb.

Ha a *hőhatás-övezet keménységét mérjük*, akkor a keménységmérést a beolvadási vonal mentén három pontban végezzük el. A terhelésierőnek azonosnak kell lenni, a hegesztési varratban használtéval. A hőhatás-övezet Vickers-keménységmérése során a lenyomat közepe és a beolvadási vonal közti távolság nem lehet kevesebb, mint a fél lenyomat átló hossza, és nem lehet nagyobb, mint a lenyomat hossza, míg Knoop-keménységmérésnél ez a kétszeres rövid átló hosszát jelenti. A varrat és a hőhatás-övezet mellett referenciaként az alapanyag keménységét is megmérjük legalább három pontban messze a hőhatás-övezettől, ahol már a hegesztés hatása nem érvényesül. A kapott eredmények a vizsgálati jegyzőkönyv részét képezik.

A sorméréseknél a szabvány ábrái szerint kell elvégezni a méréseket, és a mérési pontokat a jegyzőkönyvben rögzítjük. A nem keményedő/nemesíthető vasalapú és nem vasalapú ötvözetek esetén, mint az ausztenites saválló acélok, réz és könnyűfémek, ólom, ón, és ezek ötvözeteinél előfordulhat, hogy a hegesztési varratok alsó oldalán lévő sorok nem szükségesek. A lenyomatok elhelyezkedése és száma elegendő kell, hogy legyen ahhoz, hogy a hegesztési varrat lágyabb és keményebb részeit meg tudjuk határozni. A hegesztési varrat és hőhatás-övezet lenyomatainak középpontjai között javasolt távolságokat a szabvány külön táblázata (*Table 4, szabvány 19. oldal*) rögzíti.

Azoknál a fémeknél, melyek hőhatás-övezete keményedik a hegesztés hatására, ott kettő plusz mérést végzünk a hőhatás-övezetben, oly módon, hogy a lenyomat közepe és a beolvadási vonal közti távolság a Vickers-keménységmérésnél 0,5–1 lenyomatátló, míg a Knoop-keménységmérésnél pedig 0,5–2 rövid lenyomatátló-hossz közé essen.

A keménységértékeket a lenyomat pozíciójának függvényében rögzítjük.

A vizsgálati jegyzőkönyvnek tartalmaznia kell az alábbiakat:

1. vizsgálati hőmérsékletet,
2. az alapanyagokat, a lemez vastagságokat és a kötés méreteit,
3. hegesztés típusa, lézer vagy elektronsugárral történt a hegesztés, a gép típusát és a hegesztés körülményeit,
4. keménységmérés típusát, azaz egyedi vagy sormérés Vickers vagy Knoop, és a keménységi jeleket,
5. vizsgáló berendezés azonosítóit (kalibrálási eredményeket és annak időpontját),
6. lenyomatok helyeit,
7. minden egyes keménységértéket és azok átlagértékeit,
8. a vizsgáló személyét,
9. próbatest leírását vagy azonosítóját.



7.2. Hegesztett kötések szakítóvizsgálata

A fémek hegesztett kötéseinek roncsolásos vizsgálatai közül a szakítóvizsgálat kérdéskörével az ISO 5178:2019 szabvány foglalkozik, amely az ömlesztőhegesztéssel készített kötések heganyagának hosszirányú szakítóvizsgálatát ismerteti. A szabvány magában foglalja a próbatest méreteit és a hengeres próbatesteken végzett hosszirányú szakítóvizsgálatok lebonyolításának menetét, annak érdekében, hogy az ömlesztő hegesztési kötésű fém mechanikai tulajdonságait meghatározzuk. A hengeres próbatest méreteit az ISO 6892-1 szabvány specifikálja. A hegesztett kötésű fémből hosszirányba vesszük ki a próbatestet, melyet a szakítóvizsgálat során a folyamatosan növekvő húzó igénybevételnek teszünk ki egészen a törésig. A vizsgálatot szobahőmérsékleten végezzük el, azaz 10°C-35°C között, hacsak valamilyen speciális előírás/elvárás ezt nem módosítja. Az ellenőrzött körülmények között végzett vizsgálatot $23 \pm 5^\circ\text{C}$ -on hajtjuk végre.

A **szakítópróbatess kimunkálása** során fontos, hogy a vizsgálati próbatessből, vagy a legyártott termék hegesztési kötéséből hosszirányban munkáljuk ki a szakítópálcát. A kimunkálás után, a próbatest párhuzamos hosszainak csak a hegesztési kötést kell tartalmaznia. Hogy a kötésnél biztosan jól pozícionáljuk a próbatestet, a hegesztési keresztmetszetet a próbatest mindkét végénél makro maratjuk. A próbatesteken olyan jelölést kell alkalmaznunk, hogy a varrat pontos elhelyezkedését azonosítani tudjuk a termékben vagy abban a kötésben, ahonnan kivettük. Emellett magukat a szakítópálcákat is olyan azonosítóval kell ellátnunk, hogy visszakereshető legyen, honnan melyik próbatessből vettük ki. A hegesztési kötésen és a szakítópálcákon nem alkalmazunk a vizsgálat előtt semmilyen hőkezelést hacsak nem írja elő valamilyen speciális releváns előírás, vagy belső szabvány. Ebben az esetben a hőkezelés részleteit, tehát hőmérséklet, idő, atmoszféra, rögzítjük a vizsgálati jegyzőkönyvben. A Vasalapú hegesztési varrattal ellátott fémeknél a hidrogén jelenléte hatással lehet a vizsgálati eredményekre és hidrogént felszabadító hőkezelések szükségesek lehetnek. Amire még figyelni kell a szakítópálcák kimunkálása során, hogy az alkalmazott mechanikai, illetve hőfolyamatok nem változtathatják meg a próbatest tulajdonságait.

Acél szakítópálcák kimunkálása

Termikus vágással vagy más vágási módszerekkel végzett kimunkálásoknál, amelyek hatással vannak a vágási felületekre, a szakítópálcát úgy vágjuk ki a hegesztett lemezből, vagy próbatessből, hogy a vágások nagyobb vagy egyenlő, mint 8 mm távolságban helyezkedjenek el a vizsgálati próbatest végső párhuzamos hosszának felületeitől. A termikus vágást nem alkalmazhatjuk a vizsgálati darab, a hegesztett lemez eredeti felületével párhuzamosan.

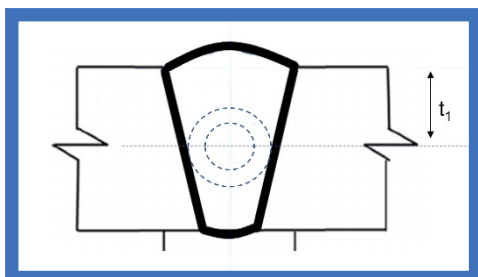
Ha más előírás nem módosítja, akkor a hegesztési kötésnek a vizsgálati minta, azaz a szakítópálca közepén kell elhelyezkednie. Abban az esetben, ha a mintát nem a középvastagságból vesszük ki, akkor a felületektől való távolságot a jegyzőkönyvben rögzítenünk kell.

Nagyon vastag vagy kétoldalon hegesztett kötésnél, több mint egy vizsgálati mintát vehetünk ki a vastagság mentén különböző helyzetekből, amelyeknél a kivételi távolságokat mindegyik vizsgálati mintánál a hegesztési kötésben meg kell adnunk.



Mindegyik próbatest kör keresztmetszetű legyen, a méreteket az átmérő fejezi ki, a párhuzamos hosszakra pedig az ISO 6892-1 szabvány vonatkozik.

7-5. ábra. Hosszirányban kimunkált szakítópálca a hegesztett kötésből



A normál átmérő 10 mm, ha nem lehetséges, akkor olyan nagynak kell lenni amilyen nagy csak lehet, de nem lehet kisebb, mint 4 mm. Az aktuális méretet a jegyzőkönyvben feltüntetjük. A próbatest befogási végeit az alkalmazni kívánt szakítógéphez kell igazítanunk. A felületi minőséget és a tűréseket szintén az ISO 6892-1 szabvány adja meg. A hidegalakítást és az anyag túlzott hevítését el kell kerülnünk. A próbatestet fokozatosan és folyamatosan terheljük az ISO 6892-1 szerint. A vizsgálati eredmények meghatározását is az előbbi szabvány foglalja össze. A szakadási felületek kiértékelésénél a próbatest elszakadása után, a szakadási felületeket megvizsgáljuk, hogy van-e olyan hiba, ami jelentősen befolyásolhatta a vizsgálatot, és ha van akkor azt a jegyzőkönyvben rögzítjük, pontosan, annak típusát, méretét, és mennyiségét. Ha „halszemeket” találunk a vizsgálati mintában, azokat is rögzítjük a jegyzőkönyvben, és csak a középső régióit vesszük figyelembe.

A vizsgálati jegyzőkönyvnek a következő információkat kell tartalmaznia:

- ◆ hivatkozási dokumentum: ISO 5178,
- ◆ vizsgálati minta elhelyezkedése a próbatestben, vázlatos megjelenítés,
- ◆ vizsgálati hőmérséklet, ha eltér a környezeti hőmérséklettől,
- ◆ a megfigyelt hibák típusa és méretei,
- ◆ a vizsgálati minta átmérője, d_0 .

A hosszirányú szakítóvizsgálat mellett a szabványok külön kitérnek a fémek hegesztett kötéseinek keresztirányú szakítóvizsgálatára (ISO 4136:2012). Ez a nemzetközi szabvány specifikálja a vizsgálati minta méreteit és a keresztirányú szakítóvizsgálat elvégzésének menetét annak érdekében, hogy a két lemez közti hegesztett kötés szakítószilárdságát és a törési felület elhelyezkedését meg tudjuk határozni. Ennek a szabványnak az általános alapelveit az ISO 6892-1 és ISO6892-2 szabványok tartalmazzák.

A vizsgálat menete hasonló, mint a hosszirányú szakítóvizsgálat esetén, tehát a húzó növekvő terhelést folyamatosan alkalmazzuk amíg a hegesztett kötésből keresztirányban kivett próbatesten törés jelentkezik. Hacsak egyéb speciális előírást nem kell betartani, akkor a vizsgálatot $23 \pm 5^\circ\text{C}$ végezzük el.

A szabványban használt jelöléseket és rövidítéseket az 7–1. táblázat foglalja össze:

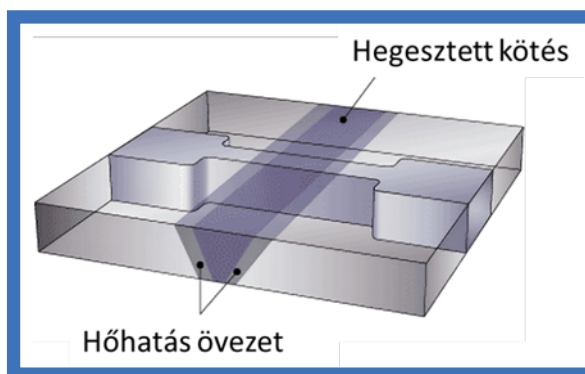
7–1. táblázat. Szabványos jelölések és meghatározások

Jelölés	Meghatározás	Mértékegység
b	párhuzamos hosszak szélessége	mm
b_1	váll szélessége	mm
d	belső átmérő (dugó átmérője)	mm
D	cső külső átmérője	mm
L_c	párhuzamos hossz	mm
L_0	eredeti vizsgálati hossz	mm
L_s	Hegesztett kötés maximális szélessége a megmunkálás után	mm
L_t	vizsgálati minta/próba teljes hossza	mm
r	váll lekerekítése	mm
t	hegesztett kötés vastagsága	mm
t_s	vizsgálati próbatest vastagsága	mm

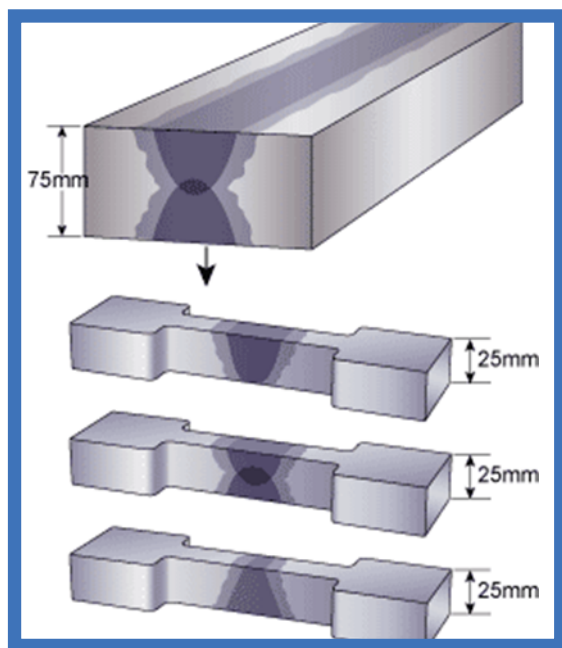
Próbatest/minta kimunkálása

A vizsgálati mintát a hegesztett kötésre keresztirányban (7–6. ábra) (7–7. ábra) vesszük ki, oly módon, hogy a megmunkálás után a hegesztési tengely a vizsgálati minta párhuzamos hosszának közepén maradjon. Kis átmérőjű csöveknél, a vizsgálatot a teljes csövön végezzük el. Ha az alkalmazott szabványok másként nem definiálják kis átmérőnek tekintjük a $D < 18$ mm.

7–6. ábra. Szakitópálca kimunkálása hegesztett kötésből (átvéve: [1])



7–7. ábra. Kétoldalon hegesztett kötésből kimunkált szakítópálcák (átvéve: [1])



A próbatesteket ebben az esetben is úgy kell megjelölni, hogy vissza tudjuk keresni a pontos elhelyezkedését a kivett próbatestnek a termékben vagy abban a kötésben, ahonnan származik. A vizsgálati szakítópálcákat is jelölnünk kell, hogy azok elhelyezkedését a próbatestben azonosítani tudjuk. A próbatestből kivett mindegyik vizsgálati mintát megfelelő, egyértelmű azonosítóval látjuk el.

Nem alkalmazunk semmilyen hőkezelést a hegesztési kötésen vagy a vizsgálati próbatesteken hacsak nem írja el valamilyen speciális releváns előírás, vagy szabvány. Ebben az esetben a hőkezelés részleteit, tehát hőmérséklet, idő, atmoszféra, a vizsgálati jegyzőkönyvben rögzítjük.

Acél szakítópálcák kimunkálása

Ha termikus vágással vagy más olyan vágási módszerekkel vesszük ki a szakítópálcákat a próbatestből, amelyek hatással vannak a vágási felületekre a vizsgálati próbatest végső párhuzamos hosszának felületeitől a vágásokat nagyobb vagy egyenlő, mint 8 mm távolságban végezzük el. A termikus vágás nem használható a vizsgálati darab hegesztett lemez eredeti felületével párhuzamosan.

A próbatestek kimunkálása során általában a vizsgálati minta/próba vastagsága, egyenlő kell, hogy legyen a hegesztett kötéshez közeli alapanyag vastagságával. Az alkalmazott szabvány előírja, hogy a 30 mm feletti vastagságoknál, több vizsgálati mintát vegyünk ki, oly módon, hogy a teljes hegesztési kötést lefedjék. Ilyen esetekben, a vizsgálati minta elhelyezkedését a hegesztett kötésekben azonosítani kell.

A lemez- és csőminták esetén a vizsgálati minta a vastagságának állandónak kell lenni a teljes párhuzamos hossz mentén, ezt Lc-vel jelölik. Az alakját és méretét a 7–3. táblázat foglalja össze. A cső-

vekből kimunkált vizsgálati mintáknál, a befogási végek lapítására szükség lehet, de ezt azonban, úgy kell megvalósítani, hogy a lapítás és az ebből származó esetleges változások a párhuzamos hossza ne legyenek hatással.

7-2. táblázat. Jelölések a szakítópálcákhoz

Megnevezés	Jelölés		Méretek
A vizsgálati minta teljes hossza		L_t	Illeszkedjen a különleges vizsgáló berendezésekhez
Váll szélessége		b_1	$b+12$
Párhuzamos hossz szélessége	lemez	b	$12 \geq t_s$ $25 \geq t_s$
	cső	b	$6, 50 \geq D$ $12, 168,3 \geq D > 50$ $25, D > 168,3$
Párhuzamos hossz a, b		L_c	$\geq L_s+60$
Váll lekerekítése		r	≥ 25
a Nyomásos hegesztés és sugaras hegesztésnél $L_s=0$ b Néhány más fém esetén, pl. alumínium, réz, és ezek ötvözeteinél, $L_c \geq L_s + 100$ lehet szükséges.			

A felület előkészítése

Az előkészítés végső lépései a megmunkálás és csiszolás, melyeknél az alakítási keményedést és az anyagba vitt többlethőbevitelt el kell kerülni. A felületeken nem lehetnek karcok, és bemetszések a vizsgálati minta hosszirányára merőlegesen keresztirányban a párhuzamos hossz mentén, kivéve ha az alkalmazott szabványok ezt előírják. A vizsgálati mintát fokozatosan és folyamatosan terheljük az ISO6892-1 és ISO6892-2 szabvány szerint.

Vizsgálati eredmények

A vizsgálati eredményeket az ISO 6892-1 és ISO 6892-2 szabvány szerint határozzuk meg. A töretfelület elhelyezkedését megjelöljük és a jegyzőkönyvben rögzítjük. Ha szükséges a vizsgálati minta oldalát makro maratjuk, hogy a hegesztett kötés elhelyezkedését követni lehessen. A töretfelületek kiértékelésénél a próbatest törése után, törési felületeket megvizsgáljuk, hogy van-e olyan hiba, ami jelentősen befolyásolhatta a vizsgálatot, és ha van, akkor azt minden jellemző paraméterével, mint pl. típus, méret, és mennyiség jegyzőkönyvben rögzítjük. Ha „halszemek” vannak jelen a mintában, akkor azt is felvezzük a jegyzőkönyvbe és csak a középső régióit vesszük figyelembe.



A vizsgálati jegyzőkönyvnek a következő információkat kell tartalmaznia:

- ◆ hivatkozási dokumentum: ISO 4136,
- ◆ vizsgálati minta elhelyezkedése, típusa, karcok, ha vannak,
- ◆ vizsgálati hőmérséklet, ha eltér a környezeti hőmérséklettől,
- ◆ töretfelület elhelyezkedése,
- ◆ a megfigyelt hibák típusa és méretei.

További szabványok a témához kapcsolódóan:

1. Ellenállás-hegesztés. Hegesztett kötések roncsolásos vizsgálata. Ellenállás-ponthegesztéssel és zömítő ellenállás-dudorhegesztéssel készített varratok keresztirányú szakítóvizsgálata és a próbatest méretei (ISO 14272:2016, 2016. 09. 01-jei helyesbített változat) ICS: 25.160.40 Hegesztett kötések és hegesztések, Megjelenés dátuma: 2016-08-01.
2. Fémek hegesztett kötéseinek roncsolásos vizsgálatai. Kereszt- és átlapolt kötések szakítóvizsgálata (ISO 9018:2015) ICS: 25.160.40 Hegesztett kötések és hegesztések, Megjelenés dátuma: 2016-05-01

Képhivatkozás

[1] <https://www.twi-global.com/technical-knowledge/job-knowledge/mechanical-testing-tensile-testing-part-2-070>

7.3. Hegesztett kötések ütővizsgálata

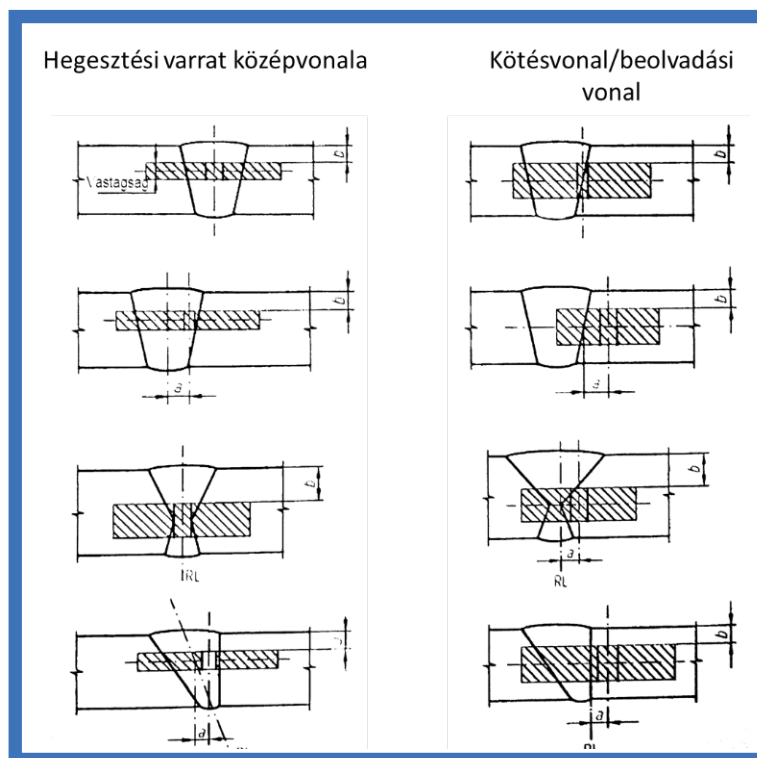
A tompahegesztéssel létrehozott kötések ütővizsgálatával foglalkozik a MSZ EN 875:1998 szabvány, melynek státusza visszavont. A szabvány az ütővizsgálat menetét, a próbatest helyzetét, a bemetszés irányát taglalja. De vizsgálat nem csak a tompakötésre, hanem mindenféle hegesztési eljárással készített kötések ütővizsgálatára vonatkozik. A próbatestet úgy munkáljuk ki a hegesztett kötésből, hogy annak hossz tengelye merőleges legyen a hegesztési varrat hossz tengelyére. Továbbá a minták jelölésénél meg kell adnunk, hogy a próbatest U vagy V bemetszéssel készült. Emellett, hogy a bemetszés hol helyezkedik el, pl. a varratfémbe (W) a vonatkoztatási vonal a hegesztési varrat középvonala a próbatesten, vagy a hőhatásövezetben (H) a vonatkoztatási vonal a kötés vonal vagy a beolvadási vonalban. A legideálisabb, ha a bemetszés a hőhatásövezetbe esik. De az is lényeges, hogy a bemetszett felület párhuzamos-e a próbadarab felületével (S), vagy a bemetszés vastagságirányban fut végig. Ezen kívül két távolságot is megadunk a bemetszés középvonalának a vonatkozási vonaltól mért távolságát (a), és a hegesztett kötés felső felülete és a próbatest közelebbi felülete közti távolságot (b) (7–8. ábra).

Az így elkészült próbatesten a korábbi fejezetben már ismertetett Charpy-féle ütővizsgálatot végezzük el. A vizsgálati eredményeket egy dokumentumban, azaz a jegyzőkönyvben foglaljuk össze. A vizsgálati jegyzőkönyvnek tartalmaznia kell, a vonatkozó szabvány jelölési rendszerét, a próbatest



jelölését, a próbatest kimunkálására vonatkozó vázlatot, a vizsgálat során észlelt folytonossági hibák típusát és méretét, és minden olyan további adatot, melyet az alkalmazási szabvány vagy a szerződő felek közötti szerződés előír.

7–8. ábra. Ütőpróbatetek kivétele a hegesztett kötésekből



A vizsgálat lefolytatására vonatkozó utasításokat és előírásokat a MSZ EN ISO 148-1:2017 Fémek. Charpy-féle ütővizsgálat. 1. rész: Vizsgálati módszer (ISO 148-1:2016) ICS: 77.040.10 Fémek mechanikai vizsgálata szabvány foglalja össze. Az ISO148 szabvány a V- és U-bemetszésű Charpy-féle ütővizsgálatot specifikálja, hogy meghatározzuk a fémek szívóssági jellemzőjét az ütőmunkát, és az abból származtatható fajlagos ütőmunkát, azaz a fém által elnyelt energiát. A szabvány viszont nem terjed ki a műszerezett Charpy-féle ütővizsgálatra, ezt az ISO 14556 szabvány írja le.

Mint minden vizsgálat esetén itt is a definíciók tisztázását követően kezdhetjük el a vizsgálatot.

A legfontosabb definíciók a következők:

- ◆ Kezdeti potenciális energia/potenciális energia (K_p): ütőkalapács potenciális energiája az ütővizsgálat előtt, amelyet közvetlen ellenőrzéssel határoznak meg.
- ◆ Elnyelt energia (K): az az energia, ami ahhoz szükséges, hogy a próbatestet eltörjék a kalapácsos ütőművel, súrlódási korrekció után.
- ◆ Nominális kezdeti potenciális energia (K_N): A kalapácsos ütőmű gyártója által hozzárendelt/megadott energia.

- ◆ Szélesség (W): a bemetszett felület és a szemközti felület közti távolság.
- ◆ Vastagság (B): szélességre merőleges méret, és párhuzamos a bemetszéssel.
- ◆ Hossz (L): legnagyobb méret, ami párhuzamos a bemetszéssel.

A vizsgálat alapelve

A bemetszett próbatestet egyetlen ütéssel törjük el a lengő inga, azaz az ütőmű kalapácsa segítségével természetesen szabványos körülmények között. A próbatest bemetszésének geometriáját a szabvány részletesen ismerteti, valamint azt, hogy a próbatestet a két támaszték között pontosan középen kell elhelyeznünk, úgy, hogy a bemetszés ellentétes oldalon legyen, mint ahonnan a próbatestet a kalapács elüti.

Az ütővizsgálat során elnyelt energiát, az oldalirányú tágulást, és a nyírási töretfelület megjelenését határozzuk meg általában. Mivel számos fémes anyag ütési értékei a hőmérséklettel változik, a vizsgálatokat speciális hőmérsékleten kell elvégezni. Amikor ez a hőmérséklet eltér a környezeti hőmérséklettől, ellenőrzött körülmények között a próbatestet fűteni vagy hűteni kell arra a hőmérsékletre.

A Charpy-féle ingás ütővizsgálatot gyakran alkalmazzuk rutinszerű, nagy próbaszámú vizsgálatokra ipari környezetben. Ezeknél a vizsgálatoknál, nem fontos, hogy a próbatest teljesen eltörött, részlegesen eltörött, vagy egyszerűen deformálódott és áthúzták az üllőkön. A kutatási és egyetemi környezetben a mért energiaértékeket részletesen tanulmányozzák, amely eseteknél jobban számít, azaz releváns vajon a próbatest eltörött vagy sem. Fontos megjegyezni, hogy nem minden Charpy-ingás ütővizsgálati eredmény hasonlíthatók össze közvetlenül. Pl. a vizsgálatot el lehet végezni különböző rádiuszú ütőszöggel rendelkező kalapáccsal, vagy különböző próbatest alakokkal.

A különböző ütőszöggel végzett vizsgálatok eltérő eredményeket adhatnak, és ugyanez a helyzet, ha különböző alakú próbatestek vizsgálati eredményeit vesszük górcső alá. Ez az amiért, nem csak az ISO 148 szabványnak való megfelelést, de a berendezés, a próbatest, és vizsgálati utáni törött próbatizta és teljes dokumentációja kritikus az eredmények összehasonlításánál.

Próbatestek

A szabványos próbatest 55 mm hosszú, és négyzet keresztmetszetű, 10 mm oldalszélességgel. A hossz közepénél található vagy a V- vagy az U-bemetszés, amelyet a szabvány pontosan megad. Ha az anyagból nem munkálható ki a korábban említett méretű próba, akkor kisebb méretű, pl. 7,5 vagy 5 vagy 2,5 mm vastagságú próbatesteket is készíthetünk és használhatunk a vizsgálatokhoz. Amikor hőkezelt mintákat vizsgálunk, a próbatesten a végső megmunkálást követően végezzük el a hőkezelést. A bemetszést csak a hőkezelés után alakítják ki, hacsak nem mutatható ki, hogy a bemetszés kialakítása befolyásolja a vizsgálati eredményeket.



A bemetszést óvatosan kell kimunkálnunk, úgy, hogy a bemetszés gyökérsugara az elnyelt energiát befolyásoló, megmunkálási hibáktól mentes legyen. Továbbá az is fontos, hogy a bemetszés szimmetria síkja merőleges a próbatest hossz tengelyére.

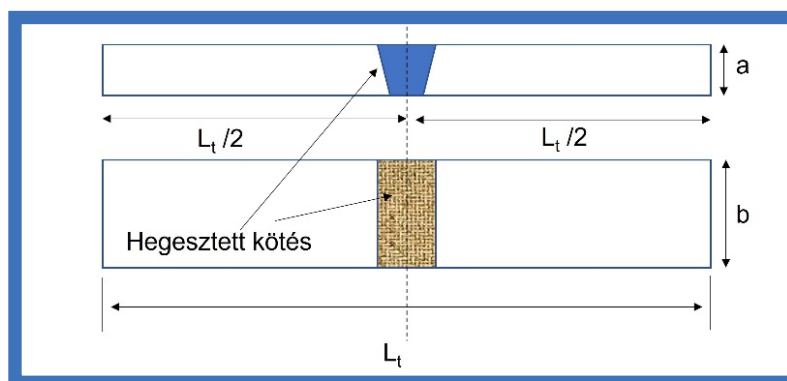
- ◆ V-bemetszés: 45° szögben, 2 mm mélységben, és a 0,25 mm gyökérsugárral.
- ◆ U-bemetszés: 5 mm mélységben, 1 mm gyökérsugárral.

7.4. HEGESZTETT KÖTÉSEK HAJLÍTÓVIZSGÁLATA

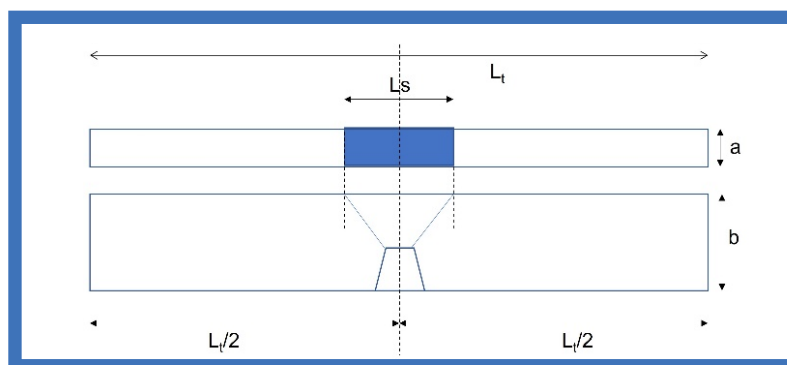
A hegesztett kötések hajlító vizsgálatával foglalkozik a MSZ EN ISO 7438:2021 Fémek. Hajlítóvizsgálat (ISO 7438:2020) ICS: 77.040.10 Fémek mechanikai vizsgálata című szabvány. Míg a MSZ EN ISO 8491:2004 szabvány pedig a teljes keresztmetszetű csövek hajlítóvizsgálatát (ISO 8491:1998) foglalja össze. A MSZ EN 910:1998 korábban visszavont szabvány ismerteti a fémek hegesztési varratainak hajlítóvizsgálatát.

Próbatestek kialakítása:

7–9. ábra. Tompahegesztés keresztirányú gyökér- és koronahajlítási próbateste



7–10. ábra. Tompahegesztés keresztirányú hajlítási próbateste kétoldali hegesztett kötésnél



7.5. HEGESZTETT KÖTÉSEK FÁRASZTÓVIZSGÁLATA

A szabványtárban a MSZ EN ISO 18592:2020 szabvány az ellenállás-hegesztéssel készített hegesztett kötések több ponton hegesztett próbatestek fárasztóvizsgálati módszereit (ISO 18592:2019) ismerteti.

Emellett a MSZ EN ISO 14324:2004 szabvány az ellenállás-ponthegesztéssel készített a ponthegeztett kötés fárasztóvizsgálatát (ISO 14324:2003) összegzi.

A fémek korróziós fárasztóvizsgálatát pedig a MSZ EN ISO 11782-1:2008 Angol nyelvű! – Fémek és ötvözetek korróziója. Korróziós fárasztóvizsgálat. 1. rész: A tönkremeneteli vizsgálat szabvány adja meg.

Ez a szabvány vizes és gáz környezetben ismerteti a fémek és fémötvözetek korróziós fárasztóvizsgálatát. A korróziós és másfajta kémiai aktív környezetek előidézhetik a fárasztó repedések kiindulási környezetét a fémekben és fémötvözetekben növelve ezzel a fáradási repedésterjedés sebességét. A korróziós fáradás tesztelési körülményeit a szabvány nem korlátozza speciális fémközegek kombinációra, így a fáradási élettartam reálisan megbecsülhető a terhelés és a korrozív közeg bármely kombinációjára. Ezek azonban nem állíthatók elő laboratóriumi tesztek nélkül.

Korróziós fáradás: Az a folyamat, amely együttesen magában foglalja a korróziót és a fémek alternáló alakváltozását, és gyakran vezet repedéshez.

Feszültség-amplitudó a kifáradási terhelésnél: a ciklus tartományának a fele (alternáló feszültségként is ismert), az alábbi képlettel számítható, ahol $S_{max.}$ a maximális és a $S_{min.}$ minimális feszültség:

$$S_a = \frac{S_{max} - S_{min}}{2}$$

Átlagfeszültség a kifáradási terhelésnél: állandó (konstans) amplitudó terhelés vagy a spektrum terhelés egyedi ciklusaiban a maximális és minimális feszültségek algebrai átlaga.

$$S_m = \frac{S_{max.} + S_{min.}}{2}$$

Maximális feszültség a kifáradási terhelésnél: az a feszültség, mely a legnagyobb algebrai értéket jelenti:

$$S_{max.} = S_m + S_a$$

Minimális feszültség a kifáradási terhelésnél: az a feszültség, ami a legkisebb algebrai értékkel bír:

$$S_{min.} = S_m - S_a$$

Feszültségarány a kifáradási terhelésnél: a ciklus minimum és maximum feszültségének algebrai aránya,

$$R = \frac{S_{min.}}{S_{max.}}$$

Megjegyzés: a feszültség arány egyenlő a terhelés aránnyal, ahol $P_{min.}/P_{max.}$, a minimális és maximális terhelés.



S–N-diagram: A hibáig elviselt ciklusok száma (x) és a feszültség (y) diagramja.

- ◆ S lehet a $S_{\min.}$ $S_{\max.}$ a feszültségtartomány, vagy az alternáló feszültség. A diagram indukálja a S–N-összefüggést a speciális D_m , R és a teherviselő képesség valószínűsége.
- ◆ N többnyire logaritmikus skála, S pedig lineáris skála vagy logaritmikus skála.

Fáradási bemetszés faktor, K_f : a minta kifáradási szilárdságának aránya a feszültségkoncentráció nélkül és a feszültségkoncentrációval, azonos elviselt ciklusszámnál, azonos terhelésnél és környezeti körülmények között.

Stressz-koncentrációs faktor, K_t : a legnagyobb feszültség a bemetszés környezetében, vagy más feszültségkoncentráló helyen (a rugalmasság-elmélet a megfelelő névleges feszültségre meghatározva).

Ciklus: a terhelés vagy a feszültség – idő függvény legkisebb szegmense, amely periódikusan ismétlődik.

Hullámforma: a csúcstól csúcsig a terhelésváltozás alakja az idő függvényében.

Ciklikus gyakoriság, f : a ciklusok száma/időegység, gyakran kifejezve másodpercenkénti ciklusok egységként (Hz).

Kifáradási szilárdság N terhelési ciklusnál, S_N : feszültség értéke a hibánál pontosan N terhelésnél, S–N diagramból meghatározva.

Kifáradási szilárdsági határ, S_f : medián kifáradási szilárdság határértéke, amikor a kifáradási élettartam nagyon nagyra válik. A legtöbb anyag és környezet kizárja a jól definiált kifáradási határok képződését.

Próbatest:

A próbatest típusa és az alakja függ az alkalmazott fárasztó géptől, a fárasztóvizsgálat céljától, és az anyag formájától, amiből a mintát kivették. A kifáradási próbatesteket a terhelés módja szerint alakítják ki, lehet axiális feszültségre, sík kihajlásra, csavaró igénybevételre, váltakozó csavarásra, vagy kombinált feszültségre.

A minta lehet kör, négyzet, téglalap, gyűrű és más keresztmetszetű is. A próbatest befogási végei, olyan alakúak, amelyek legjobban illeszkednek a fárasztógép befogójához. Probléma merülhet fel, ha a próbatest befogott része a korróziós közegtől nincs elválasztva, ilyenkor speciális befogók szükségesek.

A minta vizsgálati tartománya csökkentett keresztmetszetű, hogy elkerüljük a befogott végeknél bekövetkező repedést. Emellett a fárasztógép terhelési sebességei felső tartományának közepértékéhez használt méretekkel kell rendelkeznie, hogy a rendszer érzékenységet és választát optimalizálják.



A minta befogott és vizsgálati szakasza közti átmenetet úgy kell kialakítani, hogy a feszültségkoncentrációt minimalizálják. Javasolt, hogy a lekerekítési sugár legalább nyolcszorosa legyen a minta vizsgálati átmérőjének vagy szélességének. A befogott végek keresztmetszeti területe legalább négyszerese legyen a vizsgálati területnek. A vizsgálati szakasz hossza több, mint háromszorosa legyen vizsgálati szakasz átmérőjének vagy szélességének.

A nyomóvizsgálatokhoz a vizsgálati szakasz hossza kevesebb, mint négyszerese kell, hogy legyen a vizsgálati szakasz átmérőjének vagy szélességének, annak érdekében, hogy minimalizáljuk a hosszirányú kihajlást.

Az alkalmazott terhelés kiszámításának célja, hogy a kívánt feszültséget, a dimenziókat, amelyeket a területből számítottak 0,02 mm-es pontosságon belül kell megmérni.

A mintákat letörölhetetlen jelöléssel kell ellátni, és olyan helyen kell tárolni, ahol a korróziós közegtől elzárható, és nem lesz hatással a vizsgálati eredményekre.

Hengeres minták

A korróziós fárasztóvizsgálatokhoz a hengeres próbatestek két fajtáját használják a leggyakrabban:

1. A vizsgálati szakasz és a befogott végek között tangenciálisan „blending fillets”, ezek alkalmazhatók, ha axiális terhelést végzünk.
2. A befogott végek között folyamatos rádiuszú minta a legkisebb átmérő közepén van.

A minimális keresztmetszet 5 mm.

Lemez próbatestek

A lemezes próbatestek szélessége csökken a vizsgálati szakaszban, ami vastagságcsökkenéssel is párosulhat. Ha a minta vastagsága kisebb, mint 2,5 mm és ha nyomóvizsgálatot végeznek oldalsó támasztással, el kell kerülni a hosszirányú kihajlást, mert több mint 5%-kal befolyásolja az alkalmazott terhelést (7–11. ábra).

A leggyakrabban alkalmazott típusok:

1. a vizsgálati szakasz és a befogott végek között tangenciálisan „blending fillets”, ezek alkalmazhatók, ha axiális terhelést alkalmaznak.
2. a befogott végek között folyamatos rádiuszú minta a legkisebb átmérő közepén van.

A minimális keresztmetszet 5 mm.



Bemetszett próbatest

A bemetszések hatását a korróziós kifaradási szilárdságra a S–N-diagramok összehasonlításával lehetséges megtenni a bemetszés alkalmazása nélkül és azzal együtt.

A bemetszés hatékonysága a kifaradási határ csökkenésében a kifaradási bemetszési faktoral fejezhető ki: (ami a nem bemetszett próbatest kifaradási határának és a bemetszett próbatest kifaradási határának aránya):

$$q = \frac{K_f - 1}{K_t - 1}$$

ahol

a K_f a feszültségkoncentrációs faktor

$q=0$ az anyagnál a bemetszés nem csökkenti a kifaradási határt

$q=1$ anyagnál a bemetszés a teljes elméleti hatását kifejti.

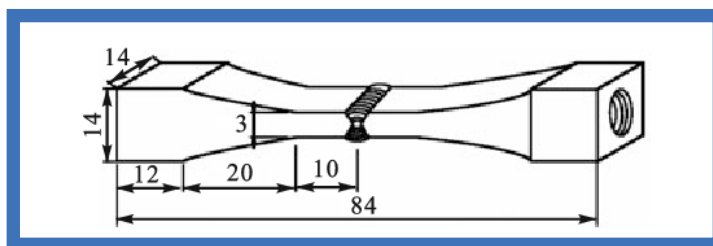
Hegesztett kötések esetén a fenti próbatestek alakja az alábbiak szerint módosul:

MSZ EN ISO 14324:2004 Angol nyelvű! Ellenállás-ponthegesztés. A hegesztett kötések roncsolásos vizsgálata. A ponthegesztett kötés fárasztóvizsgálata (ISO 14324:2003).

Ponthegesztett lemezek nyírási fárasztóvizsgálata:

A minta szélessége b , az átlapolás a , és a szabad hossz a befogókig l_f , ezt a mintát a nyírási fárasztóvizsgálatokhoz használják. A minta pontos alakját a 7–11. ábra mutatja. Különböző vastagságú lemezek közti kötéseknel, a méreteket a vékonyabb lemezhez javasolva adják meg. Megfelelő vastagságú alátétlemezeket kell használni a terhelés központosításához.

7–11. ábra. Hegesztett kötésű fárasztóvizsgálati próbatest (átvéve: [1])



Irodalom

[1] Combined cycle fatigue testing with ultrasonic frequency component of S350 steel welded joint; Yang Liu et al. (2014): *Transactions of Tianjin University* volume. 20. Pp. 435–438.

7.6. HEGESZTETT KÖTÉSEK CSAVARÓVIZSGÁLATA

A fémek hegesztett kötéseinek az ellenállás-ponthegesztéssel készült kötések csavaróvizsgálatát a MSZ EN ISO 17653:2012 szabvány írja le (ISO 17653:2012). A szabvány a 0,5 mm és 6 mm közötti acéllemezek ellenállás-ponthegesztett kötéseinek csavaróvizsgálatára vonatkozik, mely nem csak vasalapú ötvözetek esetén használható, hanem pl. alumíniumötvözeteknél is, hasonló vastagságtartományban.

A szabvány célja, hogy a hegesztési átmérőt és a törött felületen keletkező hibák típusát meghatározza, továbbá kiértékelje a különböző acéltípusok, a hegesztési paraméterek és más tényezők hatását az ellenállás-ponthegesztett kötés deformációjára.

A szabvány megkülönbözteti a nem műszeres és műszeres csavaróvizsgálatot. A nem műszerezett csavaróvizsgálatnál a hegesztett kötés hibájának és a hegesztési átmérő meghatározását a csavarási szög és a nyomaték mérése nélkül határozzuk meg. Ezzel szemben a műszerezett csavaróvizsgálat a nyomaték és a csavarási szög meghatározását teszi lehetővé, annak érdekében, hogy hegesztett kötés mechanikai tulajdonságait épp úgy, mint a hegesztési átmérőt és a hiba típusát kiértékeljük.

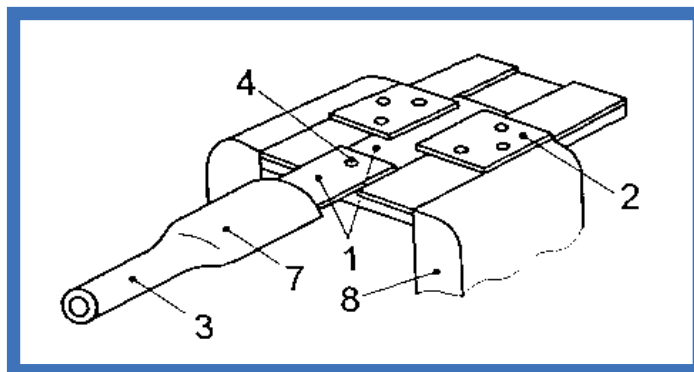
Minták: A csavaróvizsgálathoz olyan mintát kell készíteni, melyek minimum 40 mm szélesek és 60 mm hosszúak és ellenállás-ponthegesztéssel hegesztettük össze oly módon, hogy relatíve könnyen egymáson elforgathatók legyenek. A hegesztési pont közepétől a másik sarokig lévő távolság hosszirányban minimum 20 mm.

A vizsgálat menete

Nem műszeres csavaróvizsgálat esetén az alsó mintát befogjuk, majd a hegesztett pár felső lemezét egy fogó és lapított végcsőben tartjuk. Elkezdjük csavarni egy irányba egészen addig amíg a hegesztett kötés el nem törik. Sok esetben célszerű egy kis csavaró készüléket tervezni, annak érdekében, hogy a minta két lemezének kihajlását minimalizáljuk a teszt alatt, és így biztosítsuk, hogy tisztán csavaró igénybevételnek tettük ki a hegesztett kötetet. Ez azért is szükséges lehet, mert így a kapott csavarási eredmények összehasonlíthatósága is biztosított, hiszen azonos körülmények között végeztük a csavarást az egyes minták esetén. Ezzel a vizsgálattal a hegesztett kötési átmérő és a hiba típusa határozható meg. Ha a lemez vastagsága nagyobb, mint 2 mm, akkor a minta másik lemezét egy mozgatható mintatartóba kell rögzíteni és csavarni amíg el nem törik (7–12. ábra).



7-12. ábra. Vastagabb minták csavaróvizsgálatához



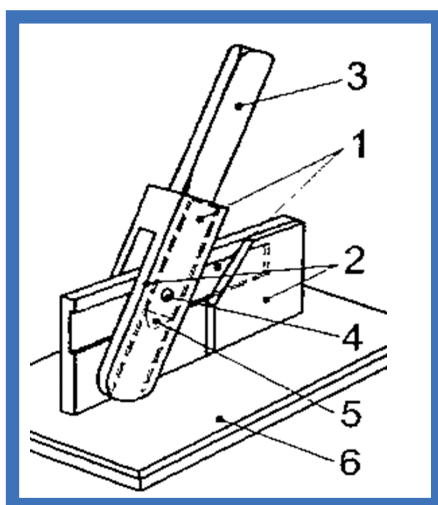
1. minta, 2. mintabefogó, 3. fogantyú, 4. ellenállás ponthegeesztett kötés,
7. cső sík része a minta rögzítéséhez, 8. satu.

Műszerezett csavaróvizsgálat:

A műszerezett csavaró berendezést úgy kell kialakítanunk, hogy a minta egyik éle és a szerszám között ne legyen több, mint 0,3 mm-es köz. A mintát úgy kell pozícionálnunk, hogy a minta két lemeze közti határfelület megfeleljen a berendezés csavarási síkjának. Ennek elérése érdekében alátétlemezeket és beállító szerkezeteket kell használnunk. A nyomatékot a minta hosszabb oldalaira alkalmazzuk. A minta csavarását a mintalemezek és a befogók döntése nélkül valósítjuk meg.

A nyomatékot manuálisan fejtjük ki egy kar és egy gépesített hajtás segítségével a vizsgáló berendezés forgó részére. Vizsgálat során a kar 90°-ot mozdul el 5 sec. alatt. A nyomaték és a csavarási szög mérhető a tesztelés során, mérő egységet alkalmazunk, az eredmények rögzíthetők és adatgyűjtőben tárolhatók.

7-13. ábra. Vékonyabb minták csavaróvizsgálatára

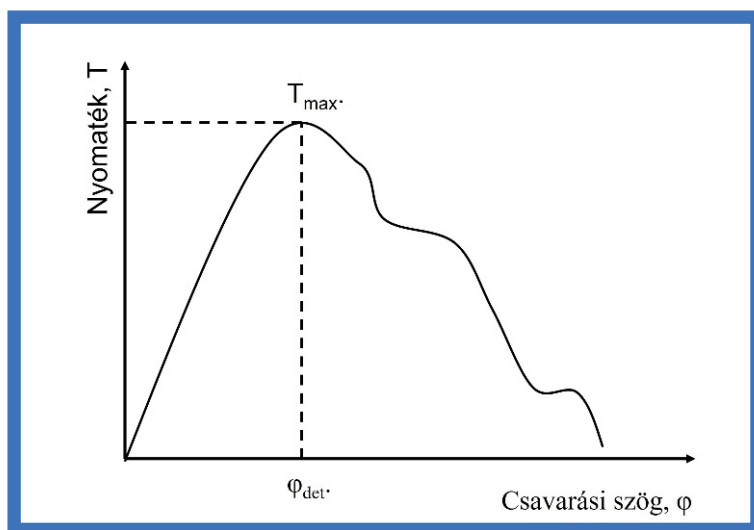


1-minta,
2-mintabefogó,
3-fogantyú,
4-ellenállás ponthegeesztett kötés,
5-bemetszés, hogy megakadályozzák a
minta megcsúszását,
6-rögzített mintatartó állvány.

Vizsgálat kiértékelése:

A nyomaték T és a csavarási szög, φ , egy görbe segítségével határozható meg, melyből kimérjük a $T_{\max}$ értéket és az ehhez tartozó csavarási szöget (7–14. ábra).

7–14. ábra. Csavarási nyomaték és szög meghatározása



A hegesztési kötés átmérője és a hegesztési hiba az ISO 14329 szerint határozható meg a törési felületből. Meg kell jegyezni, hogy a nyomaték, a csavarási szög és hiba típusa függ a lemezvastagságtól, a hegesztett kötés átmérőjétől, és a hegesztett kötés mechanikai jellemzőitől, a hőhatás-övezettől, és az alapanyagtól.

A vizsgálati jegyzőkönyvnek az alábbiakat kell tartalmaznia:

1. nemzetközi szabványhoz tartozó referencia, ISO17653:2012.,
2. alkalmazott hegesztő berendezés,
3. hegesztési körülmények,
4. az anyagok és a lemezvastagságok megjelölése, feltüntetése,
5. hegesztett kötés átmérő, d ,
6. maximális nyomaték és az ahhoz tartozó csavarási szög,
7. hiba típusa és a töretfelületben való elhelyezkedése (fröcskölés, hegesztési fröccsenés, pórusok, összehegedés hiánya),
8. vizsgálat és az alkalmazott mérőberendezés részletes leírása,
9. a nemzetközi szabványtól való bármilyen eltérés.

Ellenőrző kérdések

1. Milyen kötéstípusokat ismer?
2. Milyen keménységmérési módszereket használnak a hegesztett kötések keménységének meghatározásakor?
3. Milyen részekből áll egy tompakötésű hegesztett varrat és környezete?
4. Ismertesse a hegesztett kötésű minta keménységmérését!
5. Hol és hogyan végezzük a keménységmérést ha a beolvadási mélység 4 mm-nél kisebb?
6. Ismertesse a keménységmérés folyamatát, ha lemez vastagsága nagyobb, mint 4mm!
7. Mekkora távolságokat kell kihagyni két lenyomat között Vickers-keménységmérésnél?
8. Mekkora a két lenyomat közti minimális távolság Knoop-keménységmérésnél?
9. Hol mérünk, ha a hőhatásövezet keménységét határozzuk meg?
10. Ismertesse a jegyzőkönyv főbb elemeit hegesztett kötések keménységmérésekor!
11. Hogyan kell kialakítani a szakítópálcát, ha a hegesztett kötés szakítóvizsgálatát végezzük el?
12. Ismertesse a hegesztett kötéssel rendelkező minta szakítóvizsgálatát!
13. Sorolja fel a hegesztett kötések szakítóvizsgálatát követő jegyzőkönyv főbb elemeit!
14. Hogyan vesszük ki a szakítópálcát a keresztirányú szakítóvizsgálatnál?
15. Mit tartalmaz a keresztirányú szakítóvizsgálat jegyzőkönyve?
16. Milyen bemetszéseket használnak a hegesztett kötések ütővizsgálatánál?
17. Rajzolja fel az ütőpróbatestet hegesztett kötés vizsgálatánál!
18. Mit értünk elnyelt energia alatt ütővizsgálatnál?
19. Ismertesse a hegesztett kötésű minta ütővizsgálatát!



20. Hogyan végezzük el a hegesztett kötésű minták hajlítóvizsgálatát?
21. Rajzolja fel a hajlítóvizsgálathoz használt próbatesteket!
22. Hogyan hajtjuk végre a hegesztett kötésű minták fárasztóvizsgálatát?
23. Milyen mintákat készítünk a csavaróvizsgálatokhoz?
24. Ismertesse a lemezes fárasztó-próbatetek főbb kritériumait!
25. Ismertesse a hengeres-próbatetek főbb jellegzetességeit!
26. Ismertesse a nem műszeres csavaróvizsgálatot hegesztett kötésű próbateteknél!
27. Mi a különbség a nem műszeres és a műszeres csavaróvizsgálatok között?
28. Hogy történik a csavarási nyomaték és a csavarási szög meghatározása?

Képhivatkozás

<https://www.flight-mechanic.com/welded-joints-using-oxy-acetylene-torch/>



8. HÁROMPONTOS HAJLÍTÓVIZSGÁLATOK

A hajlító vizsgálat a mechanikai anyagvizsgálatok közé tartozik, azon belül is a roncsolásos vizsgálatok csoportjába.

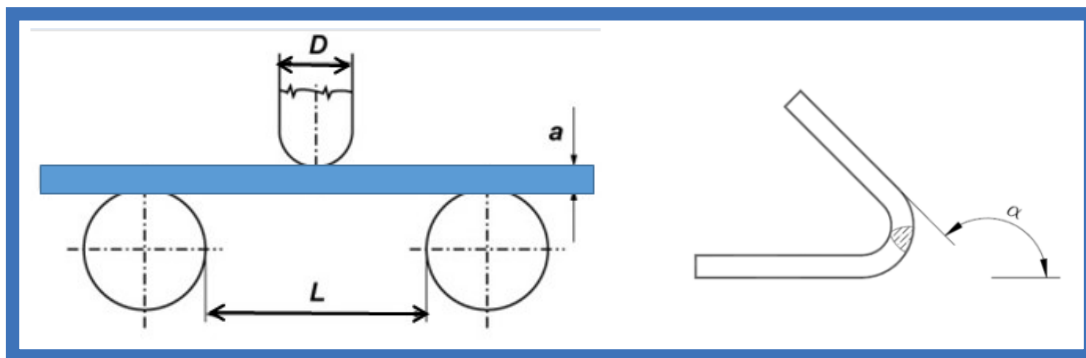
Az ipari gyártmányok igen nagy részénél találhatók olyan lemezből készült alkatrészek, amelyeknek alakját egyszerű vagy összetett hajlítási műveletek során lehet kialakítani. A lemezhajlítás szilárd-ságtanilag bonyolult feladat, mert a hajlított alkatrész egy része képlékenyen alakul, maradó alakváltozást szenved, de ha a hajlítás folyamatát végigkísérjük, jól látható, hogy a hajlított keresztmetszet feszültségeloszlása feltárja az ún. rugalmas alakváltozás tényét.

A hajlító igénybevétellel szembeni viselkedést általában szobahőmérsékleten (20°C) szokták vizsgálni, de lehet ennél magasabb, előírt hőmérsékleten is.

A hárompontos hajlító vizsgálatnál a képlékeny alakváltozást nem mutató anyagok (pl. lemezgrafitos öntöttvas, kerámiák, üveg. stb.) esetén szilárdsági mérőszámok (pl. hajlítószilárdság, rugalmassági modulus, a rugalmas alakváltozáshoz tartozó határhajlító feszültség) határozhatók meg.

A vizsgálat során a próbatest két ponton támaszkodik és középen ún. hajlító tűskére ható nyomóerővel terheljük (8-1. ábra).

8-1. ábra. Hárompontos hajlító vizsgálatok kiinduló állapota



A próbatestet két párhuzamos, r sugarú támasztőhengerre fektetve, középen nyomóék segítségével meghajlítjuk. A támasztőhengerek közötti távolság $L=d+3a$ legyen, de legalább $d+2a$. A terhelést a húzott oldal első berepedéséig tartjuk, majd azt a szöget megmérjük. A hajlító erőt egyenletesen és folyamatosan kell alkalmazni úgy, hogy a nyomótest sebessége ne lépje túl a 25mm/min értéket.

A próbatestek keresztmetszete általában négyszög, de lehet kör vagy sokszög is. Négyszög keresztmetszet esetén az éleket jól le kell kerekíteni. A próbatest 250 mm hosszú, szélessége $b=25\text{--}50\text{ mm}$. Vastagsága melegalakítás esetén $a=20\pm 5\text{ mm}$. Körszelvény esetén a legnagyobb átmérőjű próbatest 50 mm lehet.

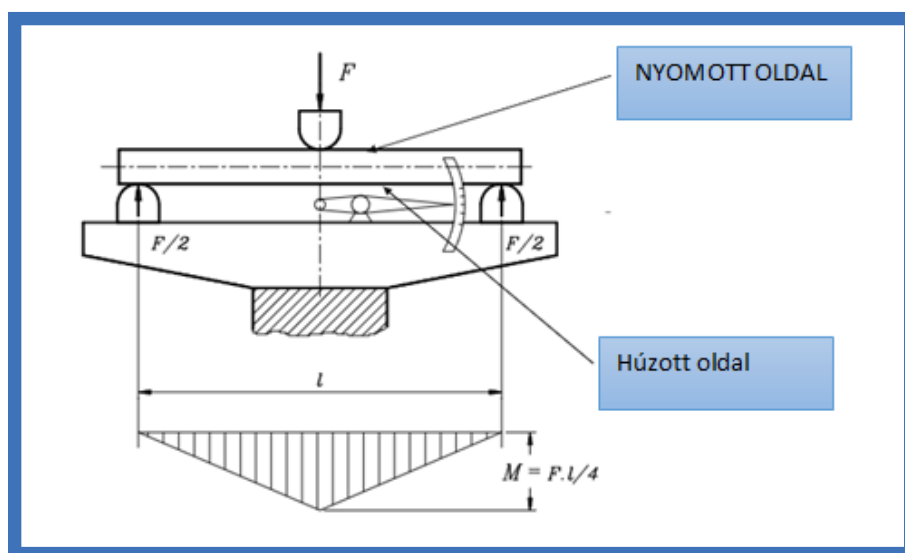
A mérés során a képlékeny alakváltozást nem mutató anyagok szilárdsági mérőszámai határozhatók meg (8-2. ábra).

Ezt a fajta hajlítóvizsgálatot elsősorban a szürke öntöttvasnál a szakítóvizsgálat helyett használják. Előnye, hogy a próbatest behajlása lényegesen nagyobb, mint a szakításnál mérhető nyúlás.

A vizsgálat során a hajlítónyomaték hatására a próbatest hajlító igénybevételnek van kitéve. A támaszban uralkodó $F/2$ reakcióerő hatására a legnagyobb $M_{\max}$ hajlítónyomaték az erő síkjában jelentkezik. A törés mindig itt következik be, ezért ezt a keresztmetszetet veszélyes keresztmetszetnek nevezik.

Szívós anyagoknál a folyáshatárt, illetve a rugalmassági határt állapítják meg, ehhez szükség van finom nyúlásmérő használatára. Ezzel a húzott szál megnyúlását mérik, ami a domború oldalon húzó, a homorú oldalon pedig nyomó igénybevételnek van kitéve. Emellett mérni kell még a próbatest behajlását is.

8-2. ábra. Hajlító vizsgálatnál fellépő terhelések



- ◆ Az alátámasztásoknál ébredő erő: $F/2$ (N)

- ◆ Maximális hajlító nyomaték:

$$M_{\max} = \frac{F}{2} \cdot \frac{l}{2} [\text{Nm}]$$

- ◆ A szélső szálakban ébredő hajlító feszültség:

$$\sigma_h = \frac{M_{\max}}{K} [\text{MPa}]$$



- ◆ Hajlítószilárdság: $R_{mh} = M/K \text{ (N/mm}^2\text{)}$

M: maximális hajlítónyomaték $M = (F \cdot l)/4$

K: keresztmetszeti tényező

körkeresztmetszet esetén: $K = d^3 \pi / 32$; négyszög keresztmetszetre: $K = ab^2/6$

Hajlítószilárdság az a feszültség, amelynél a próbatest eltörik.

- ◆ A folyás megindításához szükséges erő:

$$F = \frac{4 \cdot R_{eff} \cdot K_x}{l} [N]$$

- ◆ A próbatest rugalmassági modulusza:

$$E = \frac{F \cdot l^3}{48 \cdot f_{max} \cdot I_x} [MPa]$$

f_{max} : maximális lehajlás(mm)

Lehajlásnak nevezzük azt a jelenséget, amikor az anyag erő hatására elmozdul.

A mérés eredményét befolyásoló tényezők:

- ◆ Hőmérséklet emelkedése csökkenti a repedés érzékenységet.
- ◆ A próba érzékenyen jelzi az anyaghibák, zárványok, edzési- és megmunkálási repedések jelenlétét.

Ha a technológia megköveteli, akkor a vizsgálatot dinamikusan is elvégzik.



9. NYOMÓVIZSGÁLATOK

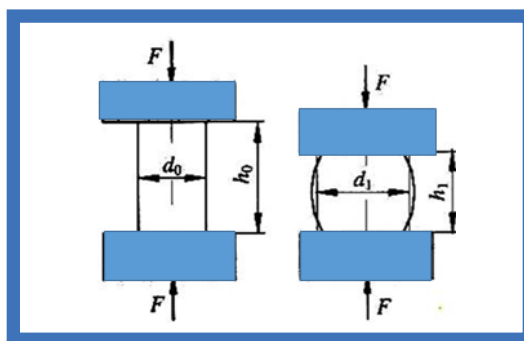
A nyomóvizsgálatot főleg rideg anyagok (öntöttvas) és különböző építőanyagok vizsgálatára alkalmazzák, mert ezeknél az anyagoknál a nyomószilárdság többnyire meghatározható. Szívós anyagoknál a nyomóterhelést nem mindig lehet törésig fokozni.

Próbatest alakja: henger vagy négyzetes hasáb.

A próbatest magassága (h_0) a nyomás alatti alakváltozástól függ és általában $0,5d_0 < h_0 < 2d_0$ határok között mozog (9-1. ábra)

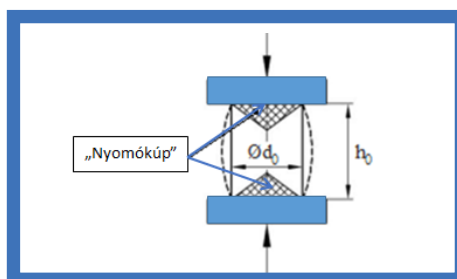
Acélok esetében $h_0=2d$, más fémeknél $h_0=1,5d$.

9-1. ábra. Nyomó kísérletek



A próbatesteknek a nyomólapokkal érintkező felületei a közöttük kialakuló súrlódási ellenállás miatt nem tudnak elmozdulni, ennek következtében az alakváltozást az érintkező felületek mentén gátolják, a próbatest hordósodik, és ezeken a felületeken úgynevezett nyomókúpok alakulnak ki. Ezek a nyomókúpok nem vesznek részt az alakváltozásban, hanem mint kétkúpos szerszám a próbatestbe hatolnak, és azt palástírányba tágitják (9-2. ábra). A hordósodás kenőanyaggal csökkenthető.

9-2. ábra. Nyomókúpok kialakulása

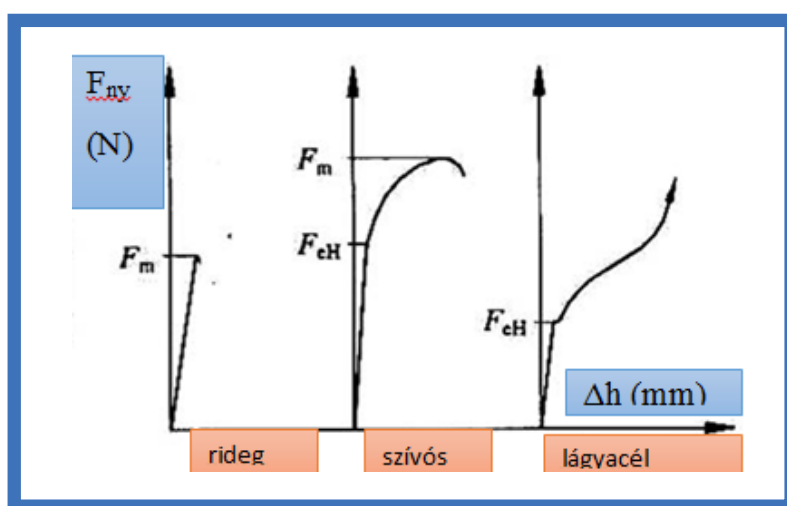


A nyomóvizsgálatokat általában különlegesen kialakított sajtoló gépen, vagy az egyetemes anyagvizsgáló gépen végzik. Az érintkező felületeket finoman kell megmunkálni, hogy ne akadályozzák a próbatest alakváltozását.

Különböző anyagfajták nyomóerő-rövidülés-diagramját mutatja az 9-3. ábra.

- ◆ A rideg anyagoknak (pl. öntöttvas) nincs, vagy alig van megrövidülése. A nyomószilárdság csak akkor állapítható meg, ha a próbatest a vizsgálatkor eltörik.
- ◆ A szívós anyagok diagramja hasonló a rideg anyagokéhoz, csak általában nagyobb terhelést bírnak el, és nagyobb az alakváltozásuk.
- ◆ Lágú, de egyben szívós anyagok nyomódiagramja inflexiós pontot mutat, ami felülről nézve konvexből konkáv alakba megy át. Az ez utáni alakváltozás közben a nyomóerő hirtelen annyira megnövekszik anélkül, hogy a próbatest törést szenvedne. Így a nyomószilárdság itt nem határozható meg.

9-3. ábra. Néhány szerkezeti anyag nyomódiagramja



A vizsgálatokból a következő szilárdsági mérőszámok kerülnek meghatározásra:

Nyomószilárdság: $R_{ny} = F_{max} / S_0$ (N/mm²)

Nyomószilárdságot első felületi berepedésnél mérik. Minél nagyobb a repedés megjelenéséig tapasztalható magasság csökkenése, annál jobb az alakíthatóság.

- ◆ Rideg anyagoknál:
 - ◇ nyomószilárdság,
 - ◇ rugalmassági határ: $\sigma_{0,02} = F_{0,02} / S_0$ (N/mm²).
- ◆ Szívós anyagok esetében meghatározható:
 - ◇ nyomószilárdság,
 - ◇ fajlagos magasság csökkenés: $\epsilon_{ny} = \Delta h / h_0$; $\Delta h = h_0 - h_1$,
 - ◇ fajlagos összenyomódás: Az alakíthatóság vizsgálata céljából az első repedés megjelenéséig végzik.



- ◇ a keresztmetszet viszonylagos növekedése vagy duzzadása:

$$\Psi_{ny} = (S_1 - S_0) / S_0 \cdot 100\%$$

(S_0 a próbatest eredeti keresztmetszete; S_1 a próbatest legnagyobb keresztmetszete a vizsgálat után),

- ◆ Lágú, de egyben szívós anyagok esetében:

- ◇ rugalmassági és folyáshatár,
- ◇ inflexiós pontnak megfelelő feszültség.

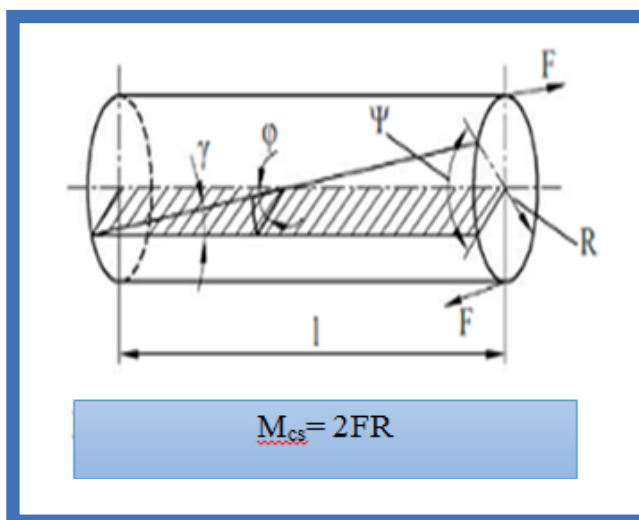


10. CSAVARÓVIZSGÁLATOK

A csavaróvizsgálatból általában a csavaró folyáshatárt szokás meghatározni, valamint 0,4–7 mm átmérőjű, elsősorban rugóacél huzalok, hajtóművek tengelyeinek minősítésére használják. A vizsgálat érzékenyen kimutatja mind a felületen mind a térfogatban elhelyezkedő hibákat.

Csavaróvizsgálat menete: a próbatest egyik végét mereven befogják, a másik végét pedig a próbatest tengelyére merőleges síkban ható csavaró nyomatékkal terhelik. A terhelés következtében a próbatest alkotói csavarvonalba mennek át, és az egymástól / távolságban lévő keresztmetszetei egymáshoz képest Ψ szöggel elfordulnak. A próbatestet szakadásig csavarják (10-1. ábra).

10-1. ábra. A csavaróvizsgálat elrendezése



Próbatest méretei: $d_0 = 10 \text{ mm}$; $l_0 = 20 d_0$ vagy $l_0 = 100 d_0$; típusa: kör vagy körgyűrű keresztmetszetű hengeres próbatest.

Minősítés: A vizsgált anyagot a szakadásig végezhető csavarások számával minősítik.

A vizsgálat során mérik a csavaró nyomatékot (M_{cs}) és a hozzá tartozó elcsavarodás szöget (Ψ).

Csavaró szilárdság $\tau_{cs} = M_{cs} / Kp_0$, ahol M_{cs} : a törést kiváltó csavaró nyomaték; Kp_0 : poláris keresztmetszeti tényező ($d^3 \pi / 16$) mm^3 .

Csavaró folyáshatár: $\tau_{Ft} = M_F / Kp_0$, M_F : a folyást kiváltó csavaró nyomaték.

A csavarószilárdság, illetve csavaró folyáshatár nagyságának ismeretére a csavarásnak kitett alkatrészek (közlőtengelyek, torziós rugók, stb.) méretezésénél van szükség. Csavaró szilárdságot csak rideg anyagoknál lehet megállapítani, mert szívós anyagok nem törnek, 360° -ban akár többször is elcsavarodnak.

11. NYÍRÓVIZSGÁLATOK

Célja: nyírószilárdság meghatározása. Tiszta nyírás a gyakorlatban nem valósítható meg, a nyírás mindig a hajlítással együtt lép fel.

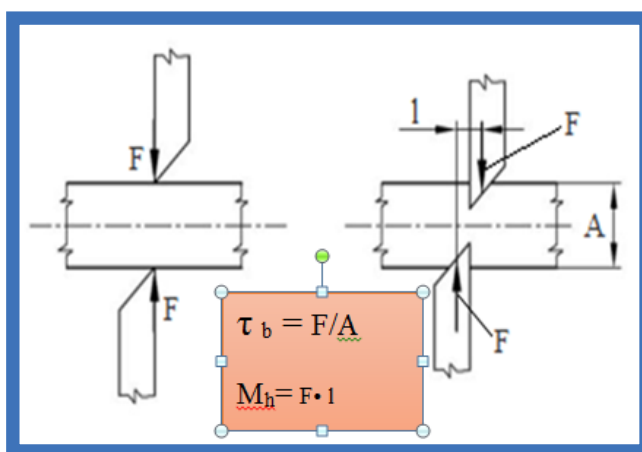
Nyíró igénybevétellel alakított munkadarab:

- ◆ hidegdaraboló olló,
- ◆ lyukasztó szerszám.

Vizsgáló szerszámok:

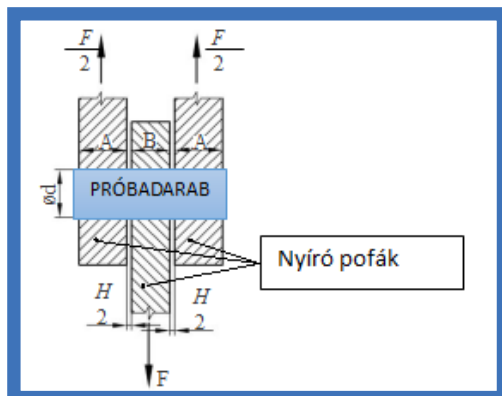
- ◆ **Egyélű – vágókísérletek:** A szerszám behatolása után minden esetben hajlító nyomaték is fellép (11–1. ábra).

11–1. ábra. Egyélű vágókísérletek menete



- ◆ **Kétélű nyírókísérletek:** A nyíróvizsgálatot hengeres próbatesten kettős nyírással végzik, amikor a próbatest elnyírása egyidejűleg két keresztmetszetben történik, mint azt a 11–2. ábra szemlélteti.

11–2. ábra. Kétélű nyíróvizsgálat



Mivel a vizsgálandó átmérők viszonylag széles tartományban mozognak ($d_0 = 2\text{--}25\text{mm}$), a nyíró készülék perselyei cserélhetőek.

A nyíró erő ($F_{nyí}$) mért nagyságára hatással van a nyíró pofák és a nyelv mérete, a szerszám alkatrészei közötti hézag és a nyírás sebessége, ezért ezeket az adatokat szabvány írja elő.

A Nyírószilárdság nagyságát a nyíróerő és az összes nyírt felület hányadosa adja meg:

- ◆ $R_{ny} = F_{nyí} / 2S_0$ (N/mm^2), amit egész számra kerekítve kell megadni.
- ◆ $S_0 = d^2\pi/4$ (mm^2), ahol d a próbatest átmérője mm-ben.

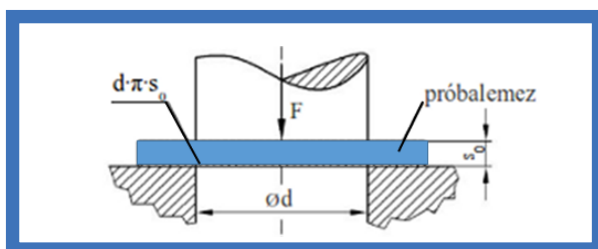
Gyakorlatban a nyírószilárdság ismeretére nyírásra terhelt alkatrészek, (szegecsek, csapszegek, hegesztési varratok) méretezésénél van szükség.

A nyírószilárdság ismeretének hiányában felhasználható a nyíró- és szakítószilárdság közötti összefüggés, ami acélok esetében: $R_{tny} = (0,65 \dots 0,75) R_m$.

Kemény anyagoknál ilyen összefüggés nem állapítható meg.

Kör alakú lyukasztó kísérletek elvi kialakítását a 11–3. ábra szemlélteti.

11–3. ábra. Kör alakú nyíró (lyukasztó) kísérletek



Nyírófeszültség: $\tau = F_{max} / \pi \cdot d \cdot S_0$.



12. TECHNOLÓGIAI VIZSGÁLATOK

A technológiai próbák az anyagok feldolgozhatóságának, hideg vagy meleg megmunkálhatóságának ellenőrzésére szolgálnak, és szorosan összefüggnek az anyag termékké való feldolgozásával. Ezért a vizsgálatok során igyekeznek a lehető legjobban megközelíteni azokat a feltételeket, amelyek között az anyag megmunkálása vagy feldolgozása végbemegy, esetleg amelyek használata során ki lesz téve. Ezen okok miatt a technológiai vizsgálatok az anyag feldolgozása közben előforduló alakváltozások szabványos módon való előidézéséből állnak.

A vizsgálatok általában az adott technológiákat modellezik és jellemző rájuk, hogy a vizsgálat során az erőt legtöbb esetben nem mérjük, csupán azt határozzuk meg, hogy a vizsgált anyag az adott technológiának megfelel-e. A vizsgálatokkal meghatározott mérőszámok nem általánosíthatók, azok csak a speciális esetre vonatkoznak. A vizsgálatokra vonatkozó előírásokat szabványok tartalmazzák.

A technológiai vizsgálatok csoportosítása:

- ◆ alakíthatóságot megállapító vizsgálatok,
 - ◇ hidegalakíthatósági technológiai vizsgálatok,
 - ◇ melegalakíthatósági technológiai vizsgálatok,
- ◆ hőkezelhetőségi (edzhetőségi) vizsgálatok,
- ◆ forgácsolhatósági vizsgálatok,
- ◆ hegeszthetőségi vizsgálatok.

A hegeszthetőségi vizsgálatok nem ebben a fejezetben kerülnek bemutatásra, egy külön fejezet részletesen tárgyalja.

12.1. ALAKÍTHATÓSÁGOT MEGÁLLAPÍTÓ VIZSGÁLATOK

Az alakíthatóság olyan tulajdonság, amellyel a kovácsoláshoz, hengerléshez, sajtoláshoz, stb. az anyagnak rendelkeznie kell. Az alakítható vagy képlékeny anyag a külső mechanikai erők hatására kapott alakját az erők megszűnése után is megtartja. Az alakíthatóságot hidegen vagy melegen végzett vizsgálatokkal állapítják meg.

A képlékenyalakítási technológiák jelentős része hidegen (10...35 °C-on) történik. A hidegalakíthatósági vizsgálatok célja az anyagok alakíthatóságának, vagyis törésig elviselt maradó alakváltozás nagyságának meghatározása.

Az állapothatározók közül a feszültségállapot a legfontosabb, ami annyit jelent, hogy a feszültségi állapot módosításával az anyag alakíthatósága befolyásolható. A vizsgálatok kiegészítik az anyagok szilárdsági minősítéseit, lehetővé téve ezáltal az ideális technológia megválasztását.

Meleg alakíthatósági vizsgálatok esetében az acél alakíthatóságának és a szennyező elemek, főleg a kén okozta vörös törékenységi hajlamának a meghatározása a cél.



12.1.1. HAJLÍTÓVIZSGÁLATOK

Technológiai hajlító vizsgálat: a vizsgálat folyamán különböző keresztmetszetű próbatesteket hajlítással képlékeny alakításnak vetnek alá, míg egy előírt hajlítási szöget el nem érnek. Ilyen esetekben nem szilárdsági mérőszámokat határozunk meg, hanem a vizsgált mintadarab alakváltozó képességét ellenőrizzük. A technológiai hajlítóvizsgálatot leggyakrabban lemezeknél, betonacéloknál, hegesztett kötéseknel szokták alkalmazni, annak igazolására, hogy a vizsgált anyagrepedés/törés nélkül képes – általában a termékszabványokban meghatározott – alakváltozásra.

Képlékeny, illetve szívós anyagok gyakran összehajlíthatók akár 180° -ra is törés nélkül.

A vizsgálat során általában lapos, vagy kör keresztmetszetű próbatesteket alkalmaznak.

A hajlítópróbák során az alakváltozás nagyságán kívül számtalan más információ is nyerhető. A hajlítópróba érzékenyen jelzi a megmunkálási repedéseket, az anyag szennyeződéseit, zárványait és az edzési hibákat.

Ezen vizsgálatok az alábbi módon valósulhatnak meg:

Párhuzamos tengelyű támasztóhengerekkel

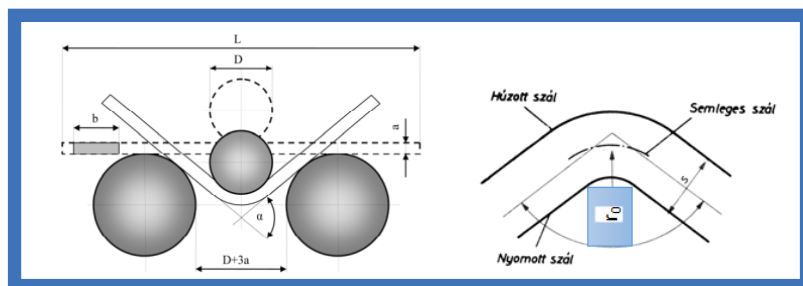
Lényege: a vizsgálat folyamán a téglalap keresztmetszetű próbatestet adott átmérőjű nyomótest körül meghatározott hajlítási szögig, vagy szemrevételezéssel észlelhető repedés megjelenéséig hajlítanak, majd ekkor azt a szöget megméri. Általában 60° , 90° ; 130° és lágy anyagok esetében 180° -ban hajlítják meg a vizsgálat során a próbákat.

A támasztóhengerek közötti távolság $L=D+3a$ legyen, de legalább $D+2a$.

A hajlítóerőt egyenletesen és folyamatosan kell alkalmazni úgy, hogy a nyomótest sebessége ne lépje túl a 25mm/min értéket.

A hajlítóvizsgálatnál a próbatestet úgy hajlítjuk meg meghatározott méretű nyomótüskével az előírt hajlítási szögig, hogy a két szár tengelye egy síkban maradjon (12–1. ábra).

12–1. ábra A hajlító vizsgálat menete



A próbadarab hajlítási sugarától legtávolabb elhelyezkedő szálát *húzott* szálnak nevezzük.

A próbadarab hajlítási sugarához legközelebb elhelyezkedő szálát *nyomott* szálnak nevezzük.

Hajlító vizsgálatnál a próbadarab közepén elhelyezkedő, a hajlítás során hosszát nem változtató szálát semleges szálnak nevezzük, jelölése: r_0 .

A hajlítóvizsgálatnál használt szabványos próbatestek:

A próbatestek keresztmetszete általában négyszög, de lehet kör vagy sokszög is. A próbatest méretei:

- ◆ $L = 250$ mm a próbatest hossza,
- ◆ $b = 25 \dots 50$ mm a próbatest szélessége,
- ◆ a = a felhasználható anyag (lemez) vastagsága. 50 mm-nél vastagabb próbadarab esetén az anyag egyik felületének lemunkálásával 25...50 mm vastagságú próbatestet kell kialakítani. Kör-szelvény esetén a legnagyobb átmérőjű próbatest 50 mm lehet, a nagyobb átmérőt 20–50 mm-re le kell munkálni.

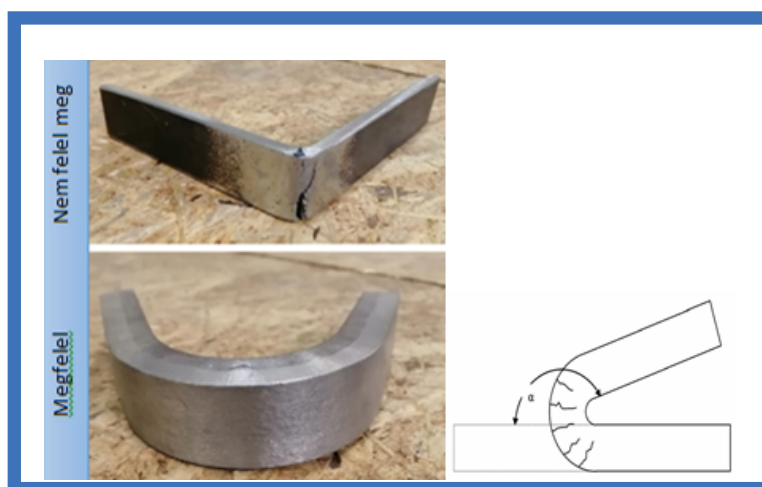
A hajlítóvizsgálatok kiértékelése:

- ◆ Makroszkopikus felületminősítés:

Ha a hajlítóvizsgálat célja annak ellenőrzése, az anyag hogyan viselkedik egy előírt hajlítási szögig történő hajlításnál, akkor a húzásra igénybe vett külső felületen repedésnek nem szabad jelentkeznie (12–2. ábra). A hajlítópróba jelzi a hengerelt lemezek felületi hibáit, és a rétegességet. Rétegesség esetén a próbatest közepén hosszában szétválnak.

A szabványok előírják a repedés nélkül elérhető hajlásszöget (α). Az igénybevétel nagyságát a hajlító tüske átmérőjének (D) a lemez vastagságához (a) viszonyított aránya határozza meg. Annál szigorúbb az igénybevétel, minél kisebb a D az a -hoz képest. A szabványban a $D=n \cdot a$ kifejezésben az n értéke 0,5-től 3-ig változik.

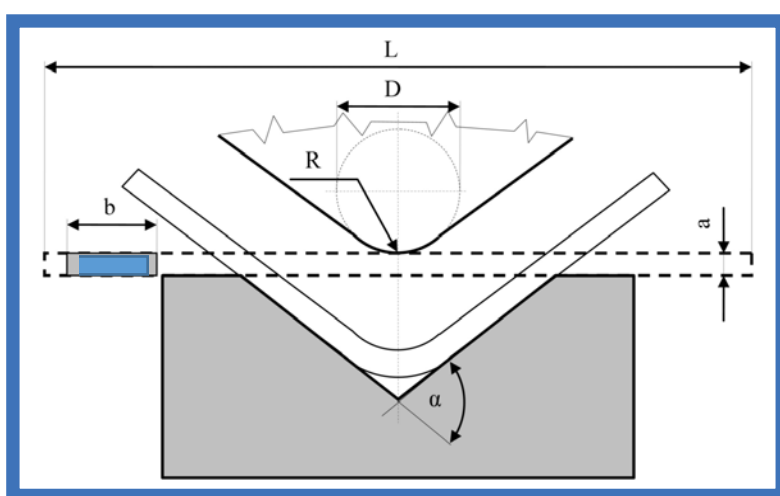
12–2. ábra. Hajlító vizsgálat eredményének kiértékelése felületvizsgálat alapján



- ◆ A próba megítélésére használják az úgy nevezett Tetmayer-féle hajlítási mérőszámot: Tetmayer-féle hajlítási mérőszámot: $B = 50 a/r_0$ ahol a : lemez vastagság; r_0 : semleges szál (középvonal) sugara.
- ◆ A hajlítóvizsgálat eredményét a termékszabványok előírásai szerint kell értékelni. Vonatkozó követelmények hiányában a próbatest megfelelőnek minősíthető, ha azon szabad szemmel – nagyító eszköz használata nélkül – repedések nem láthatók.

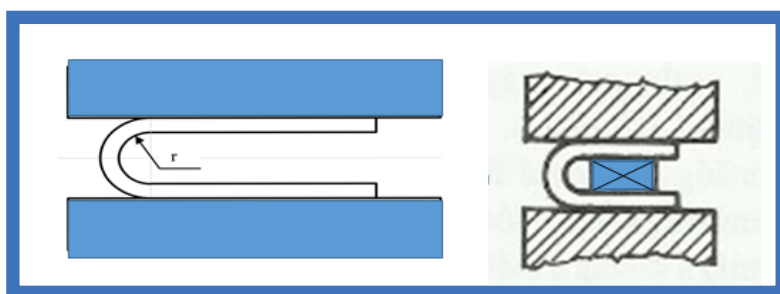
A 60°-os, ill. 90°-os nyílásszögű hajlító nyeregben (12-3. ábra).

12-3. ábra. Hajlítás hajlító nyeregben



180°-os nyílásszögű hajlítás esetén nyomólapok között, előhajlítás után (12-4. ábra).

12-4. ábra. 180°-os nyílásszögű hajlítás



Ezt a hajlítást végezhetjük a száraz párhuzamosságáig úgy, hogy a száraz között adott távolság legyen, vagy a próbatest szárainak terhelés alatti teljes érintkezéséig.

12.1.2. HAJTÓGATÓVIZSGÁLATOK

Finomlemezek, szalagok és huzalok alakíthatóságának megítélésére a hajlítóvizsgálat nem elégséges. A vizsgálandó, egyik végén rögzített lemezcsíkot, vagy huzalt meghatározott méretű hajlító hengerek között ide-oda hajtogatással (90° -os szögben) hajlítgatják (7. ábra) egy előre meghatározott hajtogatási szám eléréséig, vagy a látható repedésig, ill. a teljes törésig.

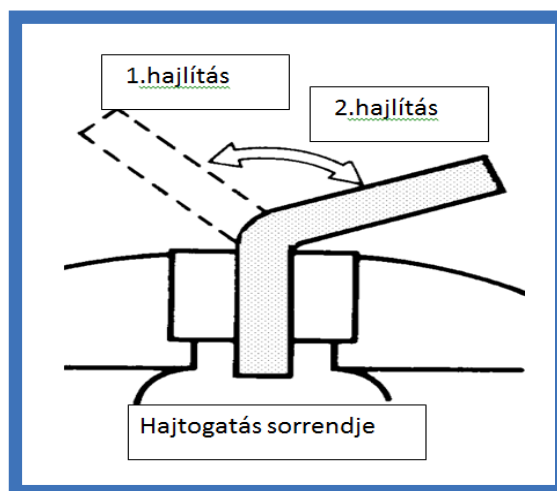
A hajtogató vizsgálatnál alkalmazott szabványos próbatestek

A próbatestnek legalább 80 mm hosszúnak kell lennie és vastagsága az eredeti lemez vastagságával megegyezzen. A próbatest szélessége 20–50 mm, széleit le kell sorjázni és kerekíteni, a görbeségeket ki kell egyengetni.

A hajtogatóvizsgálat berendezése (12–5. ábra)

A hajlító készülék hajlító-hengerei cserélhetőek, elforgathatók, keményre edzettek. A befogópofákban is cserélhető üvegkeményre edzett betétlapok találhatók. Ezek úgy fogják meg a próbadarabot, hogy a hajlító-hengertől mindkét oldalon 0,1 mm távol legyen. A hajlító-henger átmérője, a hajtogató-csapnyílása és a hajtogató-csap helyzete a próbadarab méretéhez igazodik.

12–5. ábra. Hajtogató vizsgálatok



A mérés menete:

- ◆ a próbatest alsó végét úgy kell a befogó pofák közé helyezni, hogy tengelyvonala a hajlító hengerek tengelyvonalára merőlegesen álljon,
- ◆ a vizsgálat hőmérséklete $10...35^\circ\text{C}$ legyen,
- ◆ a hajtogatások gyakorisága másodpercenként legfeljebb egy legyen.

A vizsgálat eredménye:

A vizsgálat eredménye a törésig elviselt hajtogatások száma.

N_b = törésig elviselt hajtogatások száma -1. Az így meghatározható számot befolyásolja a hajlító hengerek sugara és a lemezvastagság. A vékonyabb lemez (huzal) jobban hajlítható.

Ha egy előre meghatározott hajtogatási szám elérésének teljesülése a vizsgálat elérendő célja, akkor a hajtogatások száma nem tekintendő eredménynek, csak az, hogy teljesült-e a kitűzött cél.

12.1.3. MÉLYHÚZHATÓSÁGI VIZSGÁLATOK

Fémlemez és szalagok különféle alakítási feladatokra való alkalmasságát lehet vele meghatározni. Ezt a technológiai próbát főleg olyan vékonylemezek esetén alkalmazzák, amelyekből mélyhúzással készítenek végerterméket (pl. edények, dobozok). Ezeknek a vizsgálatoknak a pontos menetét szabványok rögzítik.

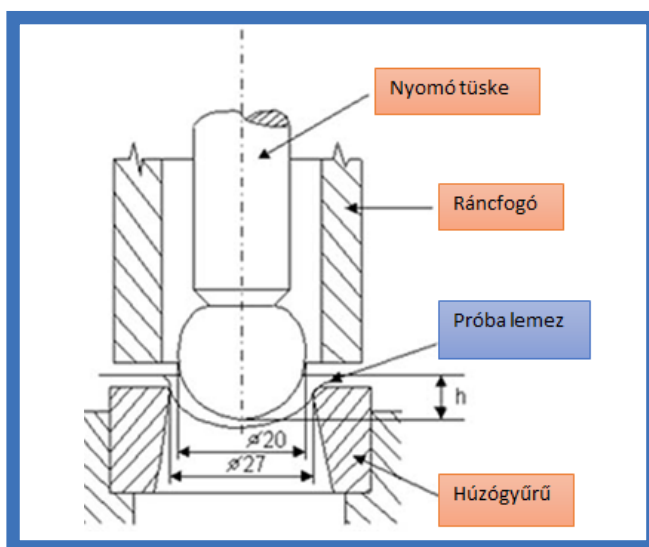
Vékony lemezek mélyhúzással való alakításánál a lemez anyagában igen nagyfokú képlékeny alakítások jönnek létre. Általában mélyhúzásra a szabályos tér vagy lapközepes kristályrendszerben kristályosodó színfémek vagy szilárdoldatok alkalmasak. Ilyenek például a sárgaréz, réz, alumínium, tiszta lágyacél és meghatározott összetételű Cr–Ni acél.

A mélyhúzhatósági vizsgálatok közül az Erichsen-féle mélyítővizsgálatot és a csészehúzó vizsgálatot tárgyaljuk részletesen.

Erichsen-féle mélyítővizsgálat

A vizsgálattal a lemez szakadásig elviselt nyúlása (nyújthatósága) állapítható meg kéttengelyű húzó igénybevétel mellett (12-6. ábra).

12-6. ábra. Az Erichsen-próba sémája



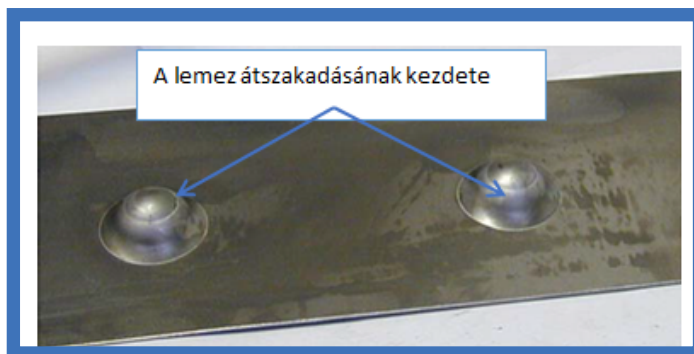
A próbatest kialakításának szempontjai:

- ◆ A próbatest átmérőjét vagy szélességét úgy kell meghatározni, hogy a mélyített rész középvonala a próbatest szélétől legalább 45 mm legyen.
- ◆ A szalagok vizsgálatakor az egymást követő mélyítések távolága min. 90 mm legyen.

Mérés menete: A húzógyűrű és a ráncfogó sima felületei közé fogják be a próbalemezt, amit mindkét felületén kenőanyaggal látnak el. Ezt nyomják ki a nyomótüskével gömbsüveg alakúra.

- ◆ A készülékbe vizsgálható lemez vastagsága általában 0,2...2 mm lehet.
- ◆ A vizsgálat hőmérséklete 10...35°C legyen.
- ◆ A sorjamentes próbadarabot 10kN állandó szorítóerővel rögzítjük a gyűrűk között.
- ◆ A kiindulási helyzetben a nyomófej érinti a próbatestet, a mérőberendezés kijelzője 0 helyzetben áll.
- ◆ A mélyhúzást 5...20 mm/perc sebességgel, folyamatosan kell végezni.
- ◆ a repedést a vizsgáló tükörben kell figyelni, és a repedés megjelenésekor a mélyhúzás sebességet csökkenteni kell.
- ◆ Az átszakadás kezdetének azt az állapotot kell tekinteni, amikor a próbatest mélyített részén, a teljes vastagságon áthatoló és annyira szétnyílt repedés képződik, amely a fényt teljes hosszában, vagy egy részén átengedi (12-7. ábra).

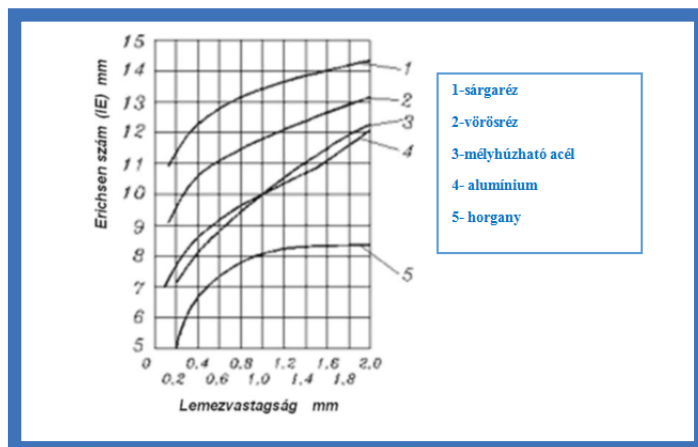
12-7. ábra. Erichsen mélyítő vizsgálat eredménye



A mélyhúzhatóság mértéke: **Erichsen-szám**. A mérőszám az a távolság lesz, amit a golyó kiinduló helyzetétől számítva megtesz anélkül, hogy a lemezen repedések jelennének meg, azaz berepedésig eltelt h húzási mélység mm-ben.

Szabványos jelölése: IE (ha a húzógyűrű furatátmérője 27 mm). Az Erichsen mélyítési szám a lemezvastagsággal nő, ezért a mélyítési számhoz mindig meg kell adni, hogy milyen vastag lemezre vonatkozik. A 12-8. ábra különböző fémek mélyhúzhatósági görbéit mutatja be az anyagvastagság függvényében.

12–8. ábra. Különböző fémek Erichsen számának függése az anyagvastagságtól



A húzógyűrű furatátmérője 5, 11, vagy 21 mm is lehet, amit indexben jelölni kell, pl. IE5, IE11, IE21. Az Erichsen-szám értéke erősen függ még az anyagminőségtől, az anyag állapot jellemzőitől is, az anyagfajtától.

Az Erichsen-vizsgálat előnyei:

- ◆ az alakváltozott rész felületének minősége jellemző a lemez anyagának szemcsenagyságára (durva szemcsézet, esetén a felület narancshéjra emlékeztet),
- ◆ a repedés alakja, illetve a repedés környezetében kialakuló kontrakciós vonal jellemző a lemez anizotróp tulajdonságaira.

Az Erichsen-vizsgálat hátrányai:

- ◆ a vizsgálat-végrehajtás és a -kiértékelés szubjektív hibái miatt csak nagy szórással jellemzi a lemezanyagot,
- ◆ a vizsgálatnál kialakuló feszültség- és alakváltozás-állapot eltér a mélyhúzásétól, ezért a mérőszám elsősorban a nyújthatóságot jellemzi, a mélyhúzhatóságot csak közvetetten.

CSÉSZEHÚZÓ VIZSGÁLATOK

A csészehúzó vizsgálat $a=0,1\ldots 3$ mm vastag lemezek mélyhúzhatóságának a megállapítására szolgál.

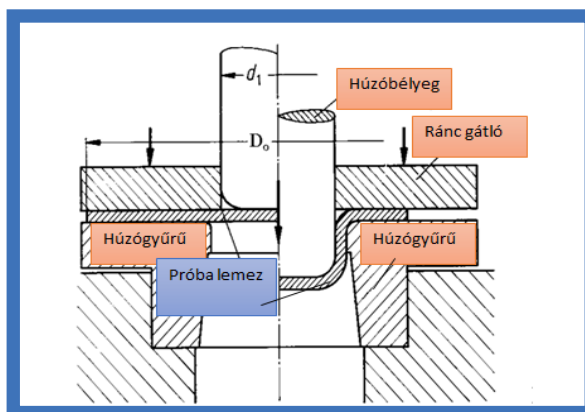
A vizsgálat végrehajtásának menete:

- ◆ A vizsgálandó lemezből 2 mm-ként növekvő átmérőjű tárcsákat ($D_0 = 64, 66, 68, 70, 72, 74$ mm) vágunk ki. (A szerszámhoz tartozó húzógyűrű-sorozat a vizsgálandó lemez vastagságoknak megfelelően van kiválasztva. A lemezvastagság tartomány minden egyes szabványos lemezvastagságához tartozik egy húzógyűrű, amellyel optimális húzórés mellett végezhető el a húzás). Ezek alapján megadják a húzási fokozat mérőszámát: $m_0=d_1/D_0$.



- ◆ A vizsgálandó fémből kialakított tárcsákat meghatározott méretű ($d_1=33\text{mm}$ átmérőjű), lekerekített élű, hengeres nyomófejjel egymás után, egyetlen művelettel csészévé húznak (12–9. ábra).

12–9. ábra. Csészehúzó vizsgálat



- ◆ A lemez mélyhúzhatóságát a legnagyobb, még szakadás nélkül húzható tárcsaátmérő határozza meg.
- ◆ A vizsgálat előtt a tárcsa két felületét kenőanyaggal kell ellátni.
- ◆ A ráncgátlónak alkalmasnak kell lennie a tárcsa olyan mértékű leszorítására, hogy az ne ráncosodjon, de a túlzott leszorítás miatt ne is szakadjon el (12–10. ábra: nem megfelelő ránc tartó használata következtében kihúzott minta).

12–10. ábra. Mélyhúzási hibák: ráncosodás



- ◆ A nyomófej legnagyobb haladási sebessége 500mm/min.

Minősítése:

A vizsgálat mérőszáma a még csészévé húzható tárcsa átmérője.

A csészék vizsgálata a lemez anizotrópiájáról is tájékoztatást ad, mivel ha a lemez anizotróp, a csésze fűlesedik (12–11. ábra).

12–11. ábra. Mélyhúzási hibák: fülesedés



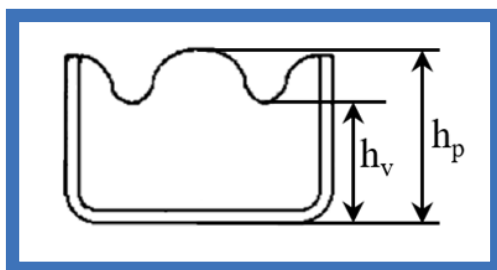
A csészehúzó vizsgálattal meghatározható a lemezanyag anizotrópiáját is jellemző fülesedés mértéke.

A fülesedés mértékének meghatározása (12–12. ábra)

átlagos fülmagasság: $h_e = h_p - h_v$

fülesedés mértéke: $f = \frac{\sum h_p - \sum h_v}{\sum h_v} \cdot 100\%$

12–12. ábra. Fülesedés mértékének meghatározása



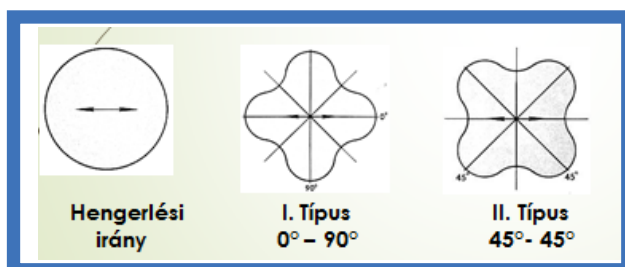
Fülesedési karakterisztika (12–13. ábra)

Anizotrópia: a hengerelt lemezek tulajdonságai a hengerlési irányban és arra merőlegesen eltérhetnek.

A jelenség hőkezeléssel csökkenthető, ill. megszüntethető.

I. Típus : általában hőkezelt textúra. II. Típus: általában hengerelt textúra

12–13. ábra. A fülesedés alakulása a technológia függvényében



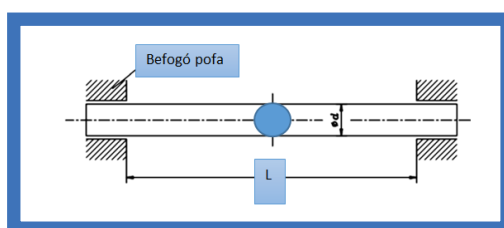
A csészehúzó vizsgálat elvében eltér az Erichsen-féle mélyítő vizsgálatától. A Erichsen-vizsgálat és a csészehúzó vizsgálat mérési eredményei között nincs kapcsolat, ezért nem helyettesítik egymást.

12.1.4. HUZALOK CSAVARÓVIZSGÁLATA

Célja: 0,4 mm-nél nagyobb átmérőjű huzalok minősítése.

A csavaróvizsgálat során a huzalból készült próbatestet a tengelye körül egyik vagy mindkét irányban 360°-os vagy esetleg lépcsőzetesen növelt szögértékkel egy előre meghatározott N csavarási számig vagy törésig csavarunk (12–14. ábra). A vizsgálat elsősorban rugóacél huzalok felületi és belső hibáinak kimutatására és alakíthatóságának minősítésére szolgál.

12–14. ábra. Huzalok csavaróvizsgálata



Készülék egyik befogópofája forgatható és a huzal rövidülését súrlódásmentesen követni tudja.

Hasonlóan végezhető tengelyek, idomok, csövek, zártszelvények torziós vizsgálata. Az egyik végén befogott próbatestet a másik végén csavaró igénybevétellel terheljük és a rugalmassági határon belül meghatározzuk az elcsavarodás szögét.

12.1.5. CSÖVEK VIZSGÁLATA

A varrat nélküli csöveket a szilárdsági vizsgálaton kívül az üzemi körülményeknek megfelelő technológiai próbáknak is alá kell vetni. Ezek közül az alábbi vizsgálatok a legelterjedtebbek:

- ◆ víznyomáspróba,
- ◆ csőlapító próba,
- ◆ csőtágító próba,
- ◆ csőperemező próba,
- ◆ csőhajlító próba,
- ◆ gyűrűszakító próba

A vizsgálatok közös vonása, hogy a feldolgozás, a szerelés legfontosabb műveleteit próbálják modellezni. Emellett a vizsgálatok a felületi és belső hibák egyszerű kimutatására is alkalmas.

Víznyomás próba:

A vizsgálatot úgy kell elvégezni, hogy a csővégeket lezárva a cső belsejében nyomást hozunk létre. Az üzemi nyomásnál általában 50%-kal, ill. 100%-kal nagyobb, ún. próbanyomást a csőnek repedés és számottevő méretváltozás nélkül kell elviselnie.

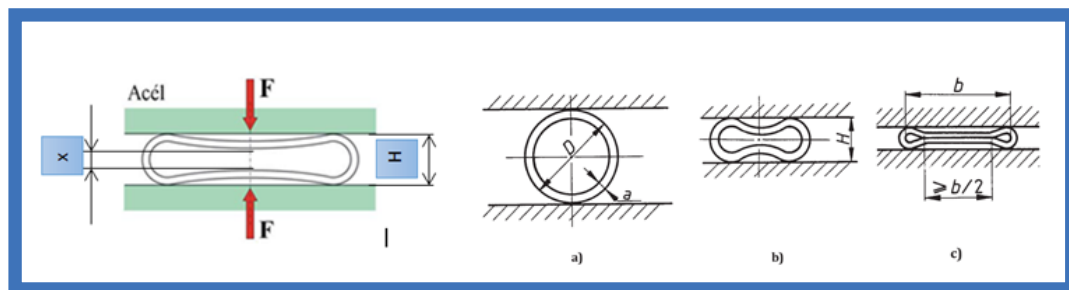
Csőlapító próba

Csővek hibáinak kimutatására végzik úgy, hogy a csöveknek előre meghatározott mértékű lapítást kell tudniuk elviselni. A lapítás helyén repedések nem keletkezhetnek.

Ez a próba 40 mm-ig van előírva olyan csövekre, amelynek falvastagsága az átmérőjük 15%-ánál kisebb. A vizsgálat során a D-átmérőjű és h-falvastagságú csövet vagy csőből levágott 10...100 mm hosszúságú gyűrűt (próbatestet) a hossz tengelyére merőleges irányban addig kell lapítani, amíg a nyomólapok közötti H-távolság el nem éri az előírt értéket (12–15. ábra).

A lapítás teljes felfekvésig is végezhetjük, úgy hogy a belső felületek érintkezése legalább a lapított próbatest szélességének a felével legyen egyenlő (12–15.c ábra). A vizsgálat max. 600 mm külső átmérőjű és az átmérő 15%-nál nem nagyobb falvastagságú csöveken végezhető el.

12–15. ábra. Csőlapító próba

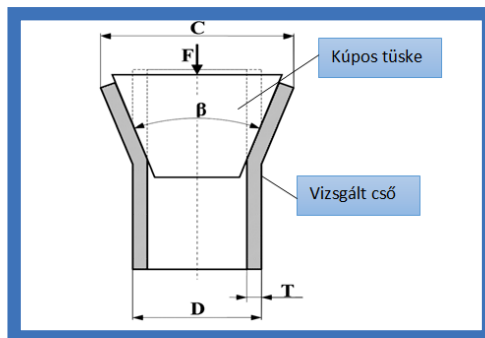


Csőtágító próba

A tüzelés- és a klimatechnikában alkalmazott csöveknél gyakran előfordul, hogy a csőkötés létrehozásához a csővégeket tágítani kell. A vizsgálattal a csövek ($\varnothing 150$ mm-ig) képlékenyalakíthatósága dönthető el. A vizsgálatot változtatható sebességű vagy univerzális sajtológépen végezzük el. A tágító tüske sebessége nem haladhatja meg az 50 mm/perc értéket. A cső vagy a csőből vágott próbatest végét kúpos tükével (30° , 45° vagy 60° , de használhatunk 1:10 vagy 1:20 kúposágú tükét is. Addig kell tágítani, amíg tágított cső legnagyobb külső átmérője el nem éri az előírt értéket (12–16. ábra). A vizsgálat eredménye akkor megfelelő, ha a próbatest tágított felületén nincsenek szabad szemmel látható repedések.



12–16. ábra. Csőtágító próba



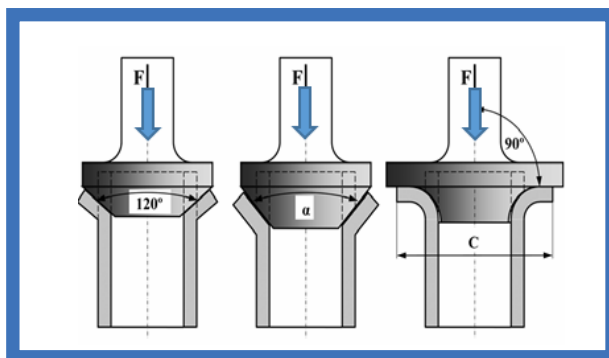
Csőperemező próba

Peremezett csövek vizsgálatára alkalmas eljárás a peremezési próba. Peremezéssel beépített csövek pl. fékcövek minősítésére használják. A cső vagy a csőből levágott próbatest végén a cső hossz tengelyére merőleges síkban peremet kell kialakítani olyan mértékben, hogy a perem („C”) külső átmérője elérje a szabványban előírt mértéket (12–17. ábra). A peremezéshez két tüskét alkalmaznak:

- ◆ előperemező tüskét, amely kúpos kialakítású,
- ◆ peremező tüskét, amely
 - ◇ a cső belső átmérőjénél 1 mm-rel kisebb átmérőjű hengeres részből,
 - ◇ egy előírt sugarú átmenetből és,
 - ◇ a peremátmérőjével legalább megegyező méretű lapos részből áll.

A próbatestre ható tengelyirányú nyomással az előállított részből peremet kell kialakítani. A vizsgálat eredménye akkor megfelelő, ha a próbatest peremezett felületén nincsenek szabad szemmel látható repedések.

12–17. ábra. Csőperemező próba

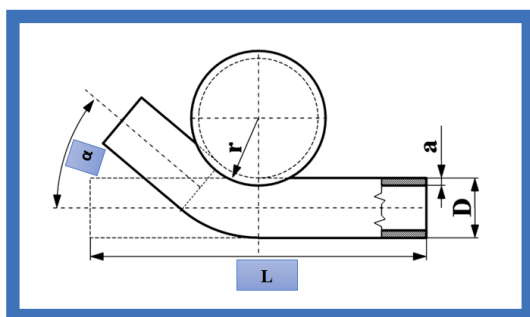


Csőhajlító próba

A teljes keresztmetszetben végzett hajlítóvizsgálatnál a $D \leq 65$ mm-nél kisebb külső átmérőjű csövet (próbatestet) egy, a cső külső átmérőjének megfelelően kialakított r -sugarú görgő körül meghatározott α szögig (általában $\alpha = 90^\circ$) lassan és folyamatosan kell hajlítani (12–18. ábra). A vizsgálat célja a képlékeny alakváltozási képesség jellemzése.

A hajlítás r -sugarát a termékre vonatkozó előírások határozzák meg. A vizsgálat eredménye akkor megfelelő, ha a meghajlított próbatesten szabad szemmel látható repedések, szakadások, torzulások nincsenek.

12–18. ábra. Csőhajlító vizsgálat

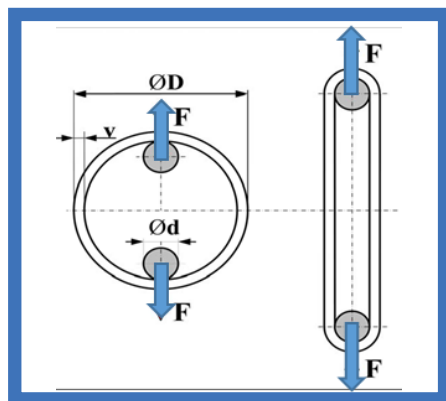


Gyűrűszakító próba

A vizsgálat csövek képlékenységének értékelésére, a felületi és a belső hibák kimutatására alkalmas. A csőből kivágott 15 mm szélességű gyűrűt párhuzamos tengelyű, körszelvényű csapokra helyezve sugár irányban, szakadásig (törésig) terheljük (12–19. ábra). A terhelés sebessége legfeljebb 5 mm/s lehet.

A vizsgálat olyan csövekre alkalmazható, amelyek külső átmérője 150 mm-nél nagyobb és falvastagsága 40 mm-nél kisebb. A vizsgáló csapok átmérője (d) lehetőség szerint a cső falvastagságának legalább háromszorosa legyen.

12–19. ábra. Gyűrűszakító próba



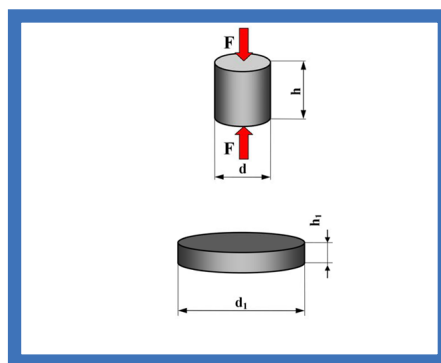
12.1.6. ZÖMÍTŐVIZSGÁLATOK

Ha ezt növelt **hőmérsékleten** végzik, akkor a zömíthetőségi próba a kovácsolás technológiáját modellezi. Egyik célja az ún. vörös törékenységi hajlam megállapítása. A vas és a vas-szulfid (FeS) eutektikumot alkot, a szemcsehatáron helyezkedik el és a kovácsolás hőmérsékleténél alacsonyabb hőmérsékleten (985 °C-on) már megolvad, így kovácsoláskor a kristallitok egymáson elcsúszhatnak. Az acél ausztenites alakítási állapotában viszont ridegnek mutatkozik, kielégítő alakváltozás nélkül be-repedezik.

A vizsgálat elvégezhető szobahőmérsékleten is.

A vizsgálat során a próbatestet hossz tengelye irányában, előírt alakváltozás eléréséig, vagy az első repedés megjelenéséig zömítik (12Zömítő vizsgálat 20. ábra).

12Zömítő vizsgálat 20. ábra. Zömítővizsgálat



Próbatest alakja: henger vagy négyzetes hasáb.

A próbatest magassága (h_0) a nyomás alatti alakváltozástól függ és általában $0,5d_0 < h_0 < 2d_0$ határok között mozog.

A zömítés előtti magasság

- ◆ acélok esetén: $h = 2d$
- ◆ más fémek esetén: $h = 1,5d$

A próbatest jellemző mérete:

- ◆ szobahőmérsékletű vizsgálatkor: $d = 3\text{--}30\text{mm}$
- ◆ növelt hőmérsékletű vizsgálatkor: $d = 5\text{--}150\text{mm}$

Minősítés:

- ◆ zömítés százalékos mértéke: $x = h_0 - h_1 / h_0 \cdot 100 (\%)$,
- ◆ zömítési viszonyszám: $z = h_1 / h_0$,
- ◆ makroszkopikus felületellenőrzés.

Jellemző alakítási mérték: 50%; 66%; 75%; illetve 1/4h, 1/3h; 1/2h

Szívós anyagok esetében meghatározható a

- ◆ fajlagos magasság-csökkenés: $\varepsilon_{ny} = \Delta h/h_0$; $\Delta h = h_0 - h_1$
- ◆ fajlagos összenyomódás

A szívós, képlékeny anyagok hordósodásra hajlamosak.

A próbatest felületén a zömítés után a termékszabvány szerint kell értékelni. Vonatkozó előírás hiányában a vizsgálat eredménye megfelelő, ha zömítés után a próbatest palástfelületén repedés, szakadás, illetve gyűrődés nem észlelhető.

A zömítés az első repedések megjelenéséig is végezhető. A duzzasztási próbát olyan anyagoknál alkalmazzák, ahol általában a magasság $n=1/3$ -áig kell az anyagnak repedés nélkül kovácsolódnia (pl. szegecsanyagoknál, szegecselt hidak, tartályok, tartók, stb. esetén). A zömítő próba feltételeit, körülményeit (pl. hőmérséklet) szabvány írja elő.

12.2. HŐKEZELHETŐSÉGI (EDZHETŐSÉGI) VIZSGÁLATOK

Edzhetőség fogalma

Az acélok keménységét fokozó hőkezelések célja: az acél legnagyobb keménységének biztosítása.

Az acél martenzites állapotban a legkeményebb. A martenzit úgy érhető el, hogy az acélt homogén ausztenites állapotból a felsőkritikus lehűlési sebességnél gyorsabban hűtjük. Ezt a hőkezelési műveletet edzésnek nevezzük.

Az edzési művelet célja a minél teljesebb martenzites átalakulás elérése.

A munkadarab felszíne és magja közötti hűlési sebesség-különbség indokolja az átedzhetőség vizsgálatát.

Az acélnek azt a tulajdonságát, hogy ausztenites állapotból a kritikus hűtési sebességnél nagyobb sebességgel hűtve martenzitessé tehető, az acél edzhetőségének nevezzük.

Az edzhetőség feltétele

Annak, hogy az acélt edzéssel kellően kemény állapotba hozzassuk a következő feltételei vannak:

- ◆ Az acél a hűtés kezdetén ausztenites állapotban legyen.
- ◆ Az ausztenit karbontartalma legalább 0,25% legyen.
- ◆ A kritikusnál nagyobb legyen a hűtési sebesség.
- ◆ A hűtés végén ne maradjon jelentős mennyiségű átalakulatlan (maradék) ausztenit



Az edzett acél maradék ausztenit-tartalmának hatása kettős. Egyrészt csökkenti a keménységet, mert az ausztenit sokkal lágyabb szövetelem, mint a martenzit, másrészt a későbbiek során izotermásan, kisebb-nagyobb mértékben bainitké alakul át, ami fajtérfogat-növekedést okoz, s ezzel a gépalkatrészeket használhatatlanná teszi. A maradék ausztenit jelenlétét nem lehet elkerülni, mennyiségét azonban az edzést követő alacsony hőmérsékletre történő hűtéssel lehet csökkenteni.

Az acélok edzése, edzhetősége szempontjából legnagyobb jelentősége a hűtési sebességnek van. Az ausztenites szövet csak akkor alakulhat át tisztán martenzitessé, ha a darab teljes egészében a felsőkritikus sebességnél gyorsabban hűl M_s -hőmérséklet alá. Az edzés során a darabnak az edzőfolyadékkal érintkező felülete mindig gyorsabban hűl, mint a közepe. A darab belseje a felülethez képest annál lassabban hűl, minél nagyobb a darab keresztmetszete, minél kisebb az acél hővezető képessége és időegység alatt minél több hőt von el a hűtőfolyadék.

Az átedzhetőség fogalma

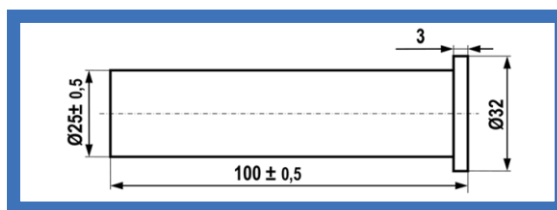
- ◆ Ideálisan vagy teljesen átedződő szelvényátmérőnek nevezzük azt az átmérőt, amelynél az adott összetételű munkadarab teljes keresztmetszete martenzites lesz.
- ◆ Átedződő szelvényátmérőnek nevezzük azt az átmérőt, amelynél az adott összetételű munkadarab magja 50%-ban martenzites, 50%-ban bénites lesz.
- ◆ A gyakorlatban az átedzhető szelvényátmérőt tekintjük edzhetőségi kritériumnak.

Bármilyen edzőközeget választunk is, az acél felülete mindenképpen gyorsabban hűl, mint a belső része. A darab belsejének hűlése annál inkább elmarad a felület hűtéséhez képest, minél nagyobb a darab keresztmetszete, illetve minél kisebb a hűtőközeg időegység alatti hőelvonása és az acél hővezető képessége.

Az edzhetőség vizsgálata – Jominy-próba

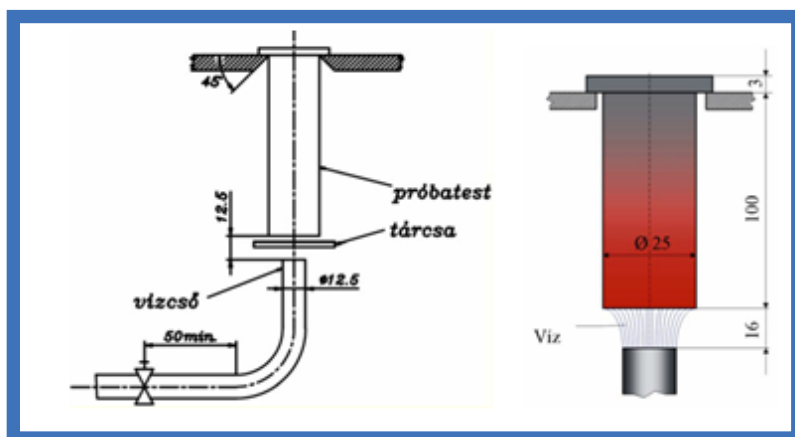
A különböző átmérőjű rudakon végzett kísérletek helyett jól reprodukálható, szabványos vizsgálatot vezettek be, ez a Jominy-próba, véglapedzési-próba. A Jominy-próba 25,4 mm átmérőjű, 100 mm hosszú hengeres rúd (12–21. ábra), melyet ausztenítés után a véglapon vízsugárral hűtenek. A vizsgálati eredmény a paláston mért keménység eloszlása.

12–21. ábra. Jominy vizsgálat



A 12–22. ábra a Jominy-vizsgálat kísérleti elrendezését mutatja. A hűtőberendezés feladata a véglapedzés körülményeinek állandósítása. A próbatest megtartását és központosítását a peremével kapcsolódó tárgytartó lemez biztosítja.

12–22. ábra. Jominy-féle véglapedzés



A próbatestet a felületi oxidáció és a dekarbonizáció elkerülésére semleges atmoszférájú kemencében, vagy lágyacél tokban 30...40 perc alatt fel kell hevíteni az anyagra előírt hőmérsékletre, majd 30 ± 5 percgig hőtartani.

A próbatest véglapját folyamatosan vízszugárral a homlok lapján a kritikus lehűtési sebességnél gyorsabban hűtik (12–22. ábra). A véglap a vízszugár hatására beedződik, a véglaptól távolodva a hűtési sebesség egyre csökken.

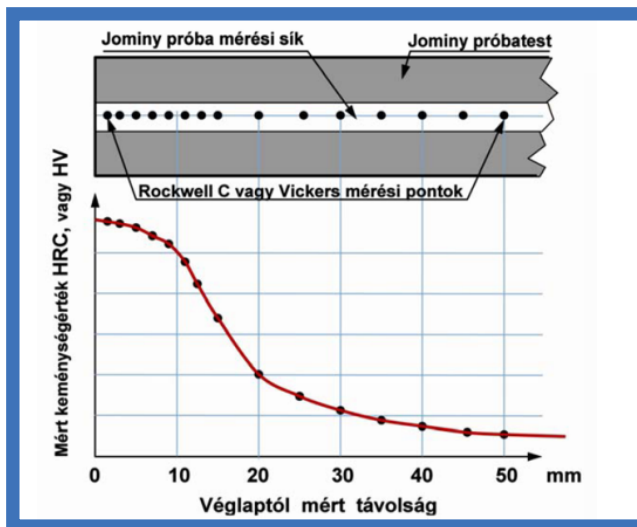
Az edzési folyamattal szemben támasztott körülmények:

- ◆ a hűtővíz hőmérséklete 5...30 °C között legyen,
- ◆ a próbatest kemencéből történő kivétele és a vízűtés megkezdése között eltelt időtartam max. 5 másodperc lehet,
- ◆ a vízszugár erőssége akkor megfelelő, ha a véglapról visszaverődő víz által befedett kör átmérője a csővég alatti síkon kb. 210 mm,
- ◆ a hűtés időtartama min. 10 perc legyen, majd hideg vízbe való merítéssel lehet teljesen lehűteni a próbatestet.

A lehűlést követően a palástfelületre 4-6 mm széles síklapot köszörülnek, és ezen a felületen mérik a keménységet, ami HRC, vagy HV30 lehet. A keménységmérés célja a Jominy-görbe megrajzolása, ezért az első nyolc mérési pont távolsága a véglaptól 1,5; 3; 5; 7; 9; 11; 13 és 15 mm, a további pontok 5 mm-s távolságban követik egymást.

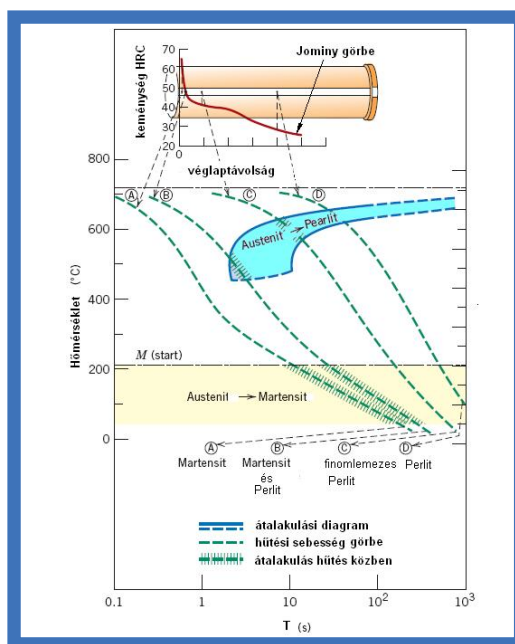
A keménységet (HV vagy HRC) a véglaptól mért távolság (d) függvényében ábrázolva a Jominy-görbét kapjuk (12–23. ábra).

12–23. ábra. A Jominy görbe felvétele



A próbatest hossza mentén a hűtési sebesség változik. A próbatest különböző pontjaihoz tehát a véglaptávolság függvényében különböző hűtési sebességeket rendelhetünk, melyeket a folyamatos hűtési görbébe berajzolva megkaphatjuk a mért keménység szerinti szövetszerkezetet. A 12–24. ábrán jelölt „A” pont a próbatest véglapján található, mely a legnagyobb hűtési sebességgel hűlt. A C-görbén ezt a sebességet berajzolva a kialakult szövetszerkezet martenzit. A következő pont, a véglaphoz közeli „B” pont, de ez a pont már természetesen lassabban hűlt így a kialakult szövetszerkezet martenzit és perlit. Ugyanígy leolvasható a „C” és „D” pont, ahol finomlemezes perlit, illetve egyensúlyihoz közeli perlit képződik.

12–24. ábra. A véglaptávolság függvényében a mért keménység szerinti szövetszerkezet



A görbe kezdeti szakasza azt a legnagyobb keménységet mutatja, amelyre az acél edzhető.

A technológiai előírásban meg lehet adni az acél szükséges keménységét egy felső és egy alsó értékhatárral. Ha a vizsgálati értékek a két görbe közé esnek, az acél edzését megfelelőnek lehet minősíteni.

A Jominy-vizsgálat eredményeinek megadása

A jellemzőket az ún. edzhetőségi mutatóval (edzhetőségi szám) lehet kifejezni, amely egy J betűből és két azt követő számból áll a **J xx-d** formában. A jelölésben az:

- ◆ J – Jominy edzhetőségi próba, ha a keménység HRC-ben van megadva,
- ◆ JHV – Jominy edzhetőségi próba, ha a keménység HV30-ban van megadva,
- ◆ xx – a Rockwell-C (HRC) vagy Vickers-30 (HV30) keménység,
- ◆ d – az edzett véglaptól mért távolság.

Példák a jelölésre:

J 35-15: a véglaptól mért 15mm-re a keménység 35HRC

J 340-15: a véglaptól mért 15 mm-re a keménység 340HV30

J50-5/10: a véglaptól mért 5 és 10 mm-es távolságok között a keménység 50 HRC

J40/50-10: a véglaptól mért 10 mm-es távolságban a keménység 40 és 50 HRC között van

Az átedzhetőséget befolyásoló tényezők:

Auszténit szemnagysága: minél nagyobb az auszténit-szemcsnagyság, annál jobb az átedzhetőség, de jobban is vetemedik.

- ◆ A karbontartalom növeli a martenzit keménységét, és az átedzhetőséget.
- ◆ Ötvöző elemek: az egyes ötvözők az átedzhetőséget eltérő mértékben növelik, ezt egy szorzótényező fejezi ki.

12.3. FORGÁCSOLHATÓSÁGI VIZSGÁLATOK

A megmunkálhatóságot a mechanikai tulajdonságok mellett a forgácsleválasztás körülményei is meghatározzák. A megmunkálhatóságot ismert anyagok esetén szabványos szerszámokkal, kísérleti forgácsolással határozzák meg.



Irodalom

- Tisza Miklós (2005): *Anyagvizsgálat*. Miskolc: Miskolci Egyetemi Kiadó. Pp. 130–160.
- Tóth Tamás (2004): *Mechanikai anyagjellemzők és vizsgálatuk módszerei*. Dunaújváros: Dunaújvárosi Főiskola Kiadói Hivatala.
- Pósa Gyula: *Anyagvizsgálat I.*
- Lovas A. (Szerk.) (2011): *Anyagismeret*, egyetemi tananyag. Budapest: Typotex Kiadó.
- Gruber Györgyné: *Roncsolásos anyagvizsgálatok 1. Szilárdsági vizsgálatok*.
- Lovas Jenő: *Mechanikai anyagvizsgálat*.
- Dormák Lajos (2001): *Gépészeti Anyagismeret I. Fémek és fémes anyagok*. Újvidék.
- Szombathalvy Árpád (1967): *Az acélok edzhetősége*. Budapest: Műszaki Könyvkiadó.
- Artinger István (1978): *Szerszámacélok és hőkezelésük*. Budapest: Műszaki Könyvkiadó.
- Horváth László: *Mélyhúzás lemezanyagai és minősítési módszereik*. Oktatási segédlet

12.4. SZABVÁNYOK

Ezen fejezetben tárgyalt technológiai vizsgálatokra vonatkozó mérési módszereket az alábbi szabványok szabályozzák:

Szabvány	Cím
MSZ ISO 7438:1992	Fémek hajlítóvizsgálata
MSZ 105-39:1983 –Visszavont	Fémek mechanikai vizsgálata. Lemezgrafitos öntöttvas hajlítóvizsgálata
MSZ ISO 7799:1990	A legfeljebb 3 mm vastag fémlemez és -szalagok hajtogatóvizsgálata
MSZ 105-49:1983	Fémek mechanikai vizsgálata. Huzalok hajtogatóvizsgálata
MSZ 105-43:1978	Fémek mechanikai vizsgálata. Lemez és szalagok hajtogatóvizsgálata
MSZ 105-52:1976	Fémek mechanikai vizsgálata. Rugószalagok rugalmas hajlíthatóságának vizsgálata
MSZ ISO 8490:1993	Fémlemez és -szalagok módosított Erichsen-féle mélyítővizsgálata
MSZ EN ISO 20482:2004	Fémek. Lemez és szalag. Erichsen-féle mélyhúzóvizsgálat (ISO 20482:2003)
MSZ EN ISO 20482:2014	Fémek. Lemez és szalagok. Erichsen-féle mélyítővizsgálat (ISO 20482:2013)
MSZ 105-46:1986	Fémek mechanikai vizsgálata. Nemvasfém lemezek és szalagok csészehúzó vizsgálata
MSZ ISO 9649:1993	Fémhuzalok változó irányú csavaróvizsgálata



Szabvány	Cím
MSZ 105-51:1983	Fémek mechanikai vizsgálata. Huzalok csavaróvizsgálata
MSZ 105-48:1978	Fémek mechanikai vizsgálata. Csövek technológiai vizsgálata
MSZ 105-47:1983	Fémek mechanikai vizsgálata. Zömítővizsgálat
MSZ 105-7:1985	Fémek mechanikai vizsgálata. Nyíróvizsgálat
MSZ EN ISO 8493	Csövek technológiai vizsgálata. Csőlapító próba, Csőtágító próba
MSZ 105-52:1976	Fémek mechanikai vizsgálata. Rugószalagok rugalmas hajlíthatóságának vizsgálata
EN ISO 642	Acél edzhetőségi vizsgálat (Jominy-teszt)

ELLENŐRZŐ KÉRDÉSEK

1. Mi a hárompontos hajlítóvizsgálat lényege?
2. Mit jelent a húzási fokozat?
3. Mikor használják a kétélű nyíróvizsgálatokat?
4. Milyen mélyhúzási hibák léteznek?
5. Mit jelent az Erichsen-féle mélyítési szám?
6. Hogyan viselkednek a különböző anyagok a nyomóvizsgálatok során?
7. Mire használják a hajtogató vizsgálatokat, és mi a vizsgálat menete?
8. Mik azok a nyomókúpok?
9. Mire használják a csavaróvizsgálatokat, és milyen anyagoknál alkalmazzák?
10. Mik a technológiai próbák?
11. Milyen technológiai próbákat ismer a csövek vizsgálatára?
12. Hogyan adják meg a Jominy-vizsgálat eredményeit?



MEGOLDÁSOK

1. A vizsgálat folyamán a téglalap keresztmetszetű próbatestet adott átmérőjű nyomótest körül meghatározott hajlítási szögig, vagy szemrevételezéssel észlelhető repedés megjelenéséig hajlítanak, majd ekkor azt a szöget megméri.
2. Csészehúzó vizsgálatoknál szerszámhoz tartozó húzógyűrű-sorozat a vizsgálandó lemezvastagságoknak megfelelően van kiválasztva. A lemezvastagság-tartomány minden egyes szabványos lemezvastagságához tartozik egy húzógyűrű, amellyel optimális húzórés mellett végezhető el a húzás). Ezek alapján megadják a húzási fokozat mérőszámát: $m_0 = d_1/D_0$.
3. Gyakorlatban a nyírószilárdság ismeretére nyírásra terhelt alkatrészek, (szegecsek, csapszegek, hegesztési varratok) méretezésénél van szükség. A nyírószilárdság ismeretének hiányában felhasználható a nyíró és szakító szilárdság közötti összefüggés, ami acélok esetében: $R_{ny} = (0,65 \dots 0,75) R_m$.
4. Ráncosodás. Fülesedés: A csészek vizsgálata a lemez anizotrópiájáról is tájékoztatást ad, mivel ha a lemez anizotróp, a csésze fülesedik.
5. A lemezek és szalagok Erichsen-féle mélyítő vizsgálata során a próbatestet húzógyűrű és szorító gyűrű közé fogjuk. A befogott próbatestet gömbvégű nyomófejjel addig mélyítjük, ameddig a mélyítés szélén szabad szemmel látható repedés keletkezik. A mélyítés mértéke az anyag mm-ben kifejezett Erichsen-féle mélyítési száma.
6. A 10. ábra magyarázata.
7. Finomlemezek, szalagok és huzalok alakíthatóságának megítélésére. A vizsgálandó, egyik végén rögzített lemezcsíkot, vagy huzalt meghatározott méretű hajlító hengerek között ide-oda hajtogatással (90°-os szögben) hajlítgatják (5. ábra) egy előre meghatározott hajtogatási szám eléréséig, vagy a látható repedésig, ill. a teljes törésig.
8. A próbatesteknek a nyomólapokkal érintkező felületei a közöttük kialakuló súrlódási ellenállás miatt nem tudnak elmozdulni, így ezeken a felületeken úgynevezett nyomókúpok alakulnak ki, amelyek az alakváltozásban nem vesznek részt. Ezek a nyomókúpok, mint kétkúpos szerszám a próbatestbe hatolnak, és palástirányba tágitják.
9. A csavarószilárdság illetve csavaró folyáshatár nagyságának ismeretére a csavarásnak kitett alkatrészek (közlőtengelyek, torziós rugók, stb.) méretezésénél van szükség. Csavarószilárdságot csak rideg anyagoknál lehet megállapítani, mert szívós anyagok nem törnek, 360°-ban akár többször is elcsavarodnak.



10. Technológiai próbáknak nevezik az olyan vizsgálatokat, amelyek az illető anyag feldolgozhatóságára adnak információt. A technológiai vizsgálatok célja: az anyag alakíthatóságának, megmunkálhatóságának, azaz adott technológiára való alkalmasságának a meghatározása.

11. Víznyomás; Csőlapító; Csőtágító; Csőperemező; Csőhajlító; Gyűrűszakító.

12. A jellemzőket az ún. edzhetőség mutatóval lehet kifejezni, amely egy J betűből és két azt követő számból áll a **J xx-d** formában.

A jelölésben az:

- ◆ J – Jominy edzhetőségi próba, ha a keménység HRC-ben van megadva,
- ◆ JHV – Jominy edzhetőségi próba, ha a keménység HV30-ban van megadva,
- ◆ xx – a Rockwell-C (HRC) vagy Vickers-30 (HV30) keménység,
- ◆ d – az edzett véglaptól mért távolság.



13. Vegyészeti anyagvizsgálatok

13.1. Általános alapfogalmak

13.1.1 A SZENNYEZÉS

A szennyezés nem más, mint az anyagoknak vagy az energiának, az ember által közvetlenül vagy közvetve környezetbe juttatását jelenti. Káros hatásként veszélyezteti az emberek egészségét, árt(hat) az élő erőforrásoknak. A környezetünkben különböző szennyezőforrások léteznek, úgymint i) zaj, amely fizikai szennyezés, ii) termikus szennyezés, pl. mikor a folyóba a természetes állapotnak megfelelőtől eltérő hőmérsékletű vizet engedve befolyásolják a folyó élővilágát, iii) pl. a kémiai szennyezés, amely valamely kémiai vegyület környezetbe juttatását jelenti. [1]

A környezetünket ért szennyezések fő forrásai a fosszilis energiahordozókat felhasználó erőművek, gázgyárak, az ércbányászat, kohászat, vegyipar, elektronikus ipar, az általános városi és ipari források, a hulladéklerakók és égetőművek, valamint a közlekedés. A szennyezőanyagok egyik legkiemelkedőbb csoportja az ún. elsőbbségi anyagok listája, melyet az USA-ban, az Egyesült Királyságban és az EU-ban is rendeletben határoznak meg. Ezek azok az anyagtípusok, amelyek jelentős kockázatot jelentenek az élővilágra, a vízi környezetre, illetve azon keresztül az egyéb védett értékeinkre, és a környezeti elemekre. [1]

13.1.2. MIÉRT VAN SZÜKSÉG A KÉMIAI ELEMZÉSEKRE?

Kémiai analízisre azért van szükség, hogy pl. egy környezetellenőrzési program különböző szakaszait, vagy gyártásközi minták összetételét, gyógyszermaradványok mennyiségét, stb. ellenőrizni tudjuk. Első körben a probléma felismerésénél alkalmazzuk, utána pl. a szennyezés mértékének meghatározásához szükséges (monitoring tevékenység) a természetidegen vagy a természetesnél nagyobb koncentrációban előforduló vegyületek koncentrációjának követése. Nem lehet azonban elhanyagolni azt a tényt, hogy a természetes háttérszintek jelentősen változnak a földrajzi hely és éghajlat függvényében, amit szem előtt kell tartanunk.

13.1.2.1. KÉMIAI ELEMZÉS FOGALMA, LÉPÉSEI

A kémiai elemzésen azon fizikai-kémiai műveletek összességét értjük, amelyek során érzékszervi észleléshez, illetve számszerű vagy számszerűsíthető adatokhoz jutunk, amelyek egyértelmű összefüggésben vannak a minta komponensének minőségével és mennyiségével.



Kémiai analízis lépései:

- ◆ a feladat definiálása, célkitűzés,
- ◆ stratégiakészítés: a módszer kiválasztása, tervezés a mintavételtől a kiértékelésig,
- ◆ mintavétel,
- ◆ mintaelőkészítés,
- ◆ elemzés, mérések végrehajtása,
- ◆ adatfeldolgozás, és értékelés. [2]

A környezetszennyezési problémák megoldására irányuló folyamatok lehetnek i) technológiai vagy ii) szociálisan orientált folyamatok. Technológiai folyamat pl. a füstgáz nitrogén-oxid mentesítése az NO_x-kibocsátás csökkentésére. Szociálisan orientált folyamat például zenei fesztiválok, koncertek zajkibocsátásának mérése. Ezeknél a folyamatoknál is nagy szerepe van a megfelelő kémiai elemző módszer kiválasztásának, és végül, de nem utolsó sorban a megoldások tesztelése is analitikai kémiai monitorozással történik.

13.2. A MINTAVÉTEL ÉS JELLEMZŐI

13.2.1. MINTAVÉTEL

A környezeti és ipari technológiai vizsgálatok során olyan rendszerek jellemzőit kell meghatározni, amelyeknek igen nagy kiterjedésük is lehet. Ideális esetben a vizsgálatot az eredeti sokaság teljes terjedelmére el kellene végezni, de ez éppen a nagy méretek miatt nem lehetséges. További gondot jelent, hogy az elemzési módszerek idő-, és költségigénye miatt az elvégezhető vizsgálatok száma behatárolt. Mindezek eredményeként általában meg kell elégednünk azzal, hogy a vizsgálandó sokaságnak csak egy meghatározott mennyiségű részét elemezzük, és feltételezzük, hogy ez a részlet a vizsgálandó jellemzőkre nézve jól reprezentálja az eredeti sokaságot. Annak érdekében, hogy ez a feltételezésünk megalapozott legyen, a mintavételt megfelelően meg kell tervezni, elő kell készíteni, és szakszerűen kell végrehajtani.

A mintavétel megkezdése előtt ki kell dolgozni egy mintavételi programot, amely során figyelembe kell venni a mintavétel célját. A cél lehet:

- ◆ általános tájékozódás, ilyen esetekben az adott mintatípusban általánosan vizsgált paraméterek meghatározása történik meg,
- ◆ konkrét szennyezőanyagok meghatározása akkor szükséges, ha egy adott területen ismert szennyezőanyag-forrás van jelen, és ennek a forrásnak jellegzetes kibocsátása van, mindenképpen fel akarjuk deríteni a forrást, és előfordulhat, hogy kármentesíteni kell a területet.

A környezeti vizsgálatok során a mintavételezés az egyik első, ugyanakkor kulcsfontosságú lépés, amelyet nagyfokú körültekintéssel és szakértelemmel kell megtervezni és végrehajtani, ellenkező esetben a mintavétel során elkövetett hiba torzíja a későbbi vizsgálat eredményét. A mintavételi hibák



lehetnek rendszeresek és véletlenszerűek, nagyságuk pedig a meghatározandó paraméterhez képest az elhanyagolhatótól a nagyságrendekkel nagyobbig is terjedhet.

A mintavételi cél ismeretében kell rögzíteni a meghatározandó paraméterek listáját, a mintavétel helyét, idejét, a minták számát, a mintavételi pontok sűrűségét, a mintavétel időbeni gyakoriságát, a minták típusát, a mintavételezési módszereket, a minta mennyiségét, a minták kezelését (pl. helyszíni szűrés) és tartósítását, valamint a későbbi vizsgálati módszert. A mintavételi módot elsősorban az határozza meg, hogy milyen vizsgálat céljából kell venni a mintákat. [3]

13.2.2. A mintavételi helyek kiválasztása

A mintavétel helyének kiválasztásánál általában az a legfőbb szempont, hogy az onnan származó minta reprezentálja a megmintázandó sokaságot. Abban az esetben, ha a meghatározandó paraméter térbeli eloszlása inhomogén, akkor több mintavételi pontot kell kijelölni. Az ezekről származó minták neve pontminta. Ha a vizsgálandó paraméterek térbeli eloszlása homogén, vagy nem célunk meghatározni csak az átlagértéket, akkor a pontmintákból térbeli átlagmintát képzünk (ez lehet időbeli vagy térbeli), és homogenizálás után ebből végezzük el az elemzést.

A pontminták térbeli elhelyezkedése lehet:

- ◆ véletlenszerű,
- ◆ szisztematikus, amikor az egyes mintavételi pontok mértani alakzatokba rendezve helyezkednek el, egymástól való távolságuk azonos,
- ◆ rétegzett, amikor a vizsgálandó mintaterületet egyenletesen kisebb részterületekre osztjuk, majd az egyes részterületeken belül véletlenszerűen jelölünk ki egy-egy mintavételi pontot.

Az olyan mintavételi helyeknél, amelyek folyamatos mozgásban vannak (pl. folyóvizek, patakok) vizsgálatánál a mintavételi hely(ek) kiválasztásánál különös tekintettel kell lenni arra, hogy a folyás mentén elhelyezkedő pontszerű (pl. szennyvízbevezetés, ill. szennyvízbevezetés alatt/felett) és diffúz (város) forrásokból származó szennyező komponensek csak bizonyos távolság után keverednek el a vizsgált közegben. [3]

Ezen mintavételi helyekre vonatkozóan az illetékes hatóság határozatban állapítja meg és rögzíti a mintavétel helyét, módját, EOv-koordinátákat, stb.

13.2.3. A minták típusa

A mintázandó minták típusa lehet pontminta, átlagminta, sorozatminta. Az átlagminta lehet térbeli és időbeli. Az időbeli átlagminta esetén azonos pontban, de időben egymás után vett mintákat keverjük össze. A térbeli minták esetén eltérő mintavételi pontoknál veszünk mintát, lehetőleg közel azonos időben. A sorozatminta különböző időpontokban és helyeken vett pont-, és átlagmintákból áll.



13.2.4. A minták tartósítása, tárolása

A mintavétel végrehajtása után körültekintően kell bánnunk a mintáinkkal és gondoskodnunk kell arról, hogy a minta tulajdonságaiban ne álljon be szignifikáns változás az elemzés végrehajtásáig. Univerzális tartósítási, mintakezelési eljárás nem létezik. A legszélesebb körben alkalmazott módszer a minták megfelelő mértékű hűtése/fagyasztása rövidebb-hosszabb ideig, de törekedni kell a különböző paraméterek „testreszabott” tartósítására. A konkrét módszereket az adott közegre vonatkozó mintakezelési és tartósítási nemzeti és nemzetközi szabványok írják elő. [3]

13.2.5. Mintavételi terv

A helyes mintavétel mindig a megfelelő mintavételi stratégián alapul. Leghasznosabb, ha a mintavételi tervet, amely alapján a mintákat mintáznunk kell, három munkafázisban alkotjuk meg. Ez azonban sok esetben nem kivitelezhető, vagy csak egyes szakaszokat tudunk megvalósítani:

- ◆ tájékozódás, információgyűjtés,
- ◆ terepbejárás, helyszíni szemle végrehajtása,
- ◆ mintavételi terv kialakítása, véglegesítése (majd a helyszínen mintavételi jegyzőkönyv készítése).

13.3. MINTAELŐKÉSZÍTÉSI MÓDSZEREK

A mintavételt a mintaelőkészítési folyamat követi. A mintaelőkészítés során a mintát olyan formára hozzuk, hogy a kiválasztott fizikai és/vagy kémiai módszerrel elemezni lehessen.

Követelmények:

- ◆ Ne változzon a mintakomponensek aránya.
- ◆ Ne legyen veszteség.
- ◆ Ne szennyeződjön a minta.

A mintaelőkészítés módja függ a minta típusától, a meghatározandó komponens tulajdonságaitól és a kiválasztott analitikai módszertől. [2]

Az analitikai kémiai módszerekkel vizsgált minták folyadék, szilárd vagy gáz halmazállapotúak lehetnek. A környezeti minták gyakran nem mérhetőek közvetlenül, ezért az analízishez a mintákat gyakran kell koncentrálni, tisztítani, oldószerüket meg kell változtatni és a komponensek átalakítása is szükséges lehet.

Vízminták esetén a meghatározandó alkotó általában kis, „nyomnyi” koncentrációban és nagy térfogatban van jelen, emiatt a mintát sok esetben „dúsítani” kell, azaz megfelelő pontossággal mérhető koncentráció-állapotba kell hozni.



Szilárd mintákat közvetlenül, vagy oldatos módszerrel vizsgálhatunk. A műszeres analitikai módszerek kisebb része az, ahol a mintát közvetlenül szilárd állapotban vizsgálhatjuk (pl. WD-XRF – hullámhossz diszperzív röntgenfluoreszcencia, ED-XRF – energiadisziperzív röntgenfluoreszcencia, szikra-OES). A módszerek többsége azonban az oldatba történő mintabevitelt igényli, hogy a bennük lévő komponensek mérhetőek legyenek és elkerüljük a szilárd minta inhomogenitásából eredő mérési hibákat. Az oldatba vitelre számos megoldás létezik, a két legelterjedtebb i) amikor a mintát teljesen feloldják, vagy ii) amikor a mintarészletből kivonják a mérni kívánt alkotókat.

Annak eldöntésére, hogy melyik típusú mintabevitelt alkalmazzuk, a szilárd minták elemzésekor célszerű a következő szempontokat figyelembe venni:

- Az oldatos mintabevitel előnye az egyszerű mintabevitel, kisebb mátrix-, azaz zavaró hatás; homogén minta; míg hátrányai közé sorolhatók a feltárási, oldatbeviteli nehézségek, az időigényes (több órás, napos) mintaelőkészítés, az elszennyeződés veszélye, a minta hígulása, valamint nő a szilárd mintára vonatkoztatott kimutatási határ.

- A szilárdmintás bevitel előnyei az egyszerűbb mintaelőkészítés, rövidebb elemzési idő, kisebb kimutatási határok, alacsonyabb elemzési költségek; hátránya, hogy a minta homogenitása bizonytalan, a mintabevitel függ a minta kémiai összetételétől, ásványi szerkezetétől, a részecskeméret eloszlásától. Bizonyos kémiai elemek esetén lehetőség van gáz halmazállapotú mintabevitelre. [1]

13.3.1. Klasszikus mintaelőkészítési módszerek

Az oldás a klasszikus mintaelőkészítési módszerek közül az egyik legfontosabb folyamat. A legelterjedtebb oldószerünk a víz. A hidofil vegyületek jó vízoldhatósággal jellemezhetők, ezek poláris oldószerben oldhatóak. Azon vegyületek, amelyek vízben rosszul oldódnak, azaz a hidrofób vegyületek, apoláris oldószerekben oldódnak jól.

Amikor egy ismeretlen mintát szeretnénk oldatba vinni, akkor jellemzően a következő reagensekkel próbálkozunk: i) hideg, majd ii) forró ionmentes víz, iii) híg, majd egyre töményebb ásványi savak hidegen, majd melegítve, iv) hígított nátrium-hidroxid hidegen, majd melegítve. Előfordulhat, hogy a fentebb felsorolt oldási módszerek egyike sem vezet eredményre. Ebben az esetben a következő fejezetekben leírt, leggyakrabban alkalmazott feltárási módszerek közül választhatunk. [1]

Ömlesztéses feltárás

Az ömlesztéses feltárást elsősorban szilikátok, tűzálló anyagok, fém-oxidok és acélötvözetek nedveskémiai mintaelőkészítésénél használják. A mintát összekeverik a feltárószerezrel (jellemzően Na_2CO_3 – NaHCO_3 elegyével) és 300–1000°C közötti hőmérsékleten megömlesztik az elegyet, elektromos fűtőlapon vagy mikrohullámú sugárzással. Ennek során olyan termék keletkezik, amely híg savakban oldható. A módszer hátránya, hogy a viszonylag nagy mennyiségben alkalmazott feltárószerekkel



sok szennyezőt juttatunk be a mintaoldatba, nagy lesz a minta sótartalma és számolni kell a párolgási veszteségekkel is (nő a mátrixhatás).

A savas jellegű minták (pl. szilikátok) feltáráshoz lúgos ömlesztéses, lúgos oxidációs ömlesztéses vagy lúgos redukciós ömlesztéses feltárást alkalmazunk. Bázikus jellegű anyagok (pl. fém-oxidok) feltárára a savas ömlesztéses feltárást használhatók.

Mindig olyan feltáráseledényt (pl. PTFE, PP), téglét (pl. Pt-Ir-ötvözet, Ni-ötvözet) kell alkalmazunk, amelynek anyaga nem lép reakcióba a feltárással, nem szennyezi el a mintánkat. [1]

Szerves anyagok roncsolása

Nagyobb szervesanyag-tartalmú minták esetén a mintákat jellemzően oxigén atmoszférában, oxigén-felesleg alkalmazása mellett elégetjük, így csökkenthető a minta szervesanyag-tartalma az elemvizist megelőzően. A módszer hátránya, hogy az elemzendő alkotók távozhatnak illékony vegyületek formájában. Az egyik elterjedt feltárási módszer a Kjeldahl-feltárást, amely során a szerves vegyület feltáráshoz tömény kénsavat használunk, és ehhez kálium-szulfátot, réz-szulfátot adagolunk. Ma már jellemzően automatizált rendszerek működnek. A módszer legnagyobb hátránya, hogy nagy sótartalmú lesz a feltárt oldat.[1]

Oldatba történő feltárást

Abban az esetben, amikor oldatba történő roncsolásokat végzünk, tömény savakat alkalmazunk hőközlés alkalmazása mellett, nyitott vagy zárt rendszerben, azaz atmoszférikus vagy növelt nyomáson.

A feltárási közeg hőmérsékletét elektromos hőközléssel vagy mikrohullámú energia révén növelhetjük. A feltárási sav(elegy) megválasztásánál fontos szempont a sűrűség, az oxidáló-, és komplexképző képesség, a forráspont és a keletkező só oldhatósága. [1]

Atmoszférikus nyomáson az alkalmazott sav (salétromsav, sósav, kénsav, foszforsav, hidrogén-fluorid és hidrogén-peroxid, valamint ezek keveréke) forráspontja szabja meg az elérhető maximális hőmérsékletet, ami az illékony elemek lehetséges vesztesége szempontjából is fontos. Ezen módszer időigényes, nagy a szennyeződés veszélye, mert a nagy mennyiségű reagenssel sok szennyező anyagot viszünk be.

Szilikátos (nagyobb szilícium-tartalmú) minták teljes feltáráshoz hidrogén-fluorid hozzáadása is szükséges, amit aztán, ha szükséges bórsavval kell kezelni. Nyitott edényben való végrehajtáskor azonban elveszítjük az illékony elemeket. A veszteség minimalizálható, ha a feltárást zárt rendszerben végezzük. [4]

Növelt nyomású feltárási berendezések használatánál a nyomás növelésével együttjáró forráspont emelkedés biztosítja a kémiai reakció gyorsabb lefutását, ezáltal csökkentve a feltárási időigényét. Az alkalmazott feltáráseledények melegítése elektromos fűtéssel történik, amellyel az elérhető maximális hőmérséklet mintegy 170 °C.



13.3.2. Korszerű feltérési módszerek

Az ún. „klasszikus” vagy hagyományos mintaelőkészítési módszerek időigényes eljárásához képest jelentős előrelépést jelent a zárt és nagy hőmérsékleten működő berendezések, készülékek alkalmazása az előkészítési lépések folyamán, melyek segítségével a feltérési folyamat felgyorsíthatóvá, kontrollálhatóvá vált.

Hagyományos hőközlésű, nagyhőmérsékletű feltérás

Egy nagynyomású feltéróberendezéssel 14 MPa maximális nyomásig, 180–300°C hőmérsékleten olyan feltérásokat tudunk végrehajtani, amelyek automatizálhatóak és ellenőrizhetőek. Az erre alkalmas autokláv felső részén van egy fedőlap és egy zárógyűrű. Ez teszi lehetővé egy nagynyomású N₂-atmoszféra kialakítását a fűtőblokk felett. A fűtőblokk tartalmazza a feltéróedényt, melybe előzőleg bemérjük a mintát és a feltéró reagenseket. A különböző anyagú feltéróedényt teflon (PTFE) tömítés és kvarc fedlap zárja le. A nitrogén gáznyomása mindig meghaladja a feltéróbombában kialakuló nyomást, ezúton biztosítva a bomba tökéletes zárását. A feltérési idő 1–3 óra között van. Ezen típusú feltérásoknál nagy hangsúlyt kell helyezni az összes szerves szénttartalom (TOC) ellenőrzésére, mert a nagy szervesanyag-tartalom esetén más lesz az oldat felületi feszültsége és az atomspektroszkópiai vizsgálatoknál alkalmazott készülék mintabeviteli egységében kialakuló cseppméreteloszlás. [1]

Mikrohullám segítségével végzett feltérési módszerek

A mikrohullámú sugárzás 300 MHz–3 GHz közötti tartományú elektromágneses sugárzás, a műszeres analitikában a mikrohullámú energiaközlésben rejlő lehetőségeket használják ki.

Az anyagok mikrohullámú sugárzással való kölcsönhatása többek között függ a közeg dielektromos állandójától. A sima fémfelületek reflektálják a mikrohullámú sugárzást. A szigetelőanyagok (kerámiák, üvegek és műanyagok) átjárhatóak ezen sugárzás számára, de néhány száz °C-nál számolni kell a sugárzás növekvő abszorpciójával, elnyelődésével. A jelentős dipólmomentummal rendelkező vegyületek (pl. víz, savas és lúgos oldatok, savelegyek) a mikrohullámú sugárzást jól abszorbeálják.

A mikrohullámú sugárzás az anyagot közvetlenül hevíti, de csak az oldatot, a gőzfázist nem (nagy energiamegtakarítás).

A mikrohullámmal szemben mutatott tulajdonságaik alapján az anyagokat három fő csoportra oszthatjuk:

- ◆ *reflektív*: visszaveri a mikrohullámokat (pl. fémek),
- ◆ *transzparens*: átlátszó a mikrohullám számára (pl. kvarc, porcelán, üveg, teflon),
- ◆ *abszorptív*: elnyeli a mikrohullámú sugárzást (pl. víz, metanol, savak, lúgok). [5]



A mikrohullámú melegítés néhány főbb jellemzője:

- ◆ „belső hőkeltés”, egyenletesebb hőmérsékletprofil az anyag belsejében is,
- ◆ gyors,
- ◆ alaktalan szilárd minták is melegíthetők,
- ◆ kis tehetetlenség (a besugárzás megszűnésével a hőbevitel is azonnal megszűnik),
- ◆ jól szabályozható hőmérséklet,
- ◆ szelektív melegítés: összetett rendszerek esetén a különböző dielektromos tulajdonságú anyagok eltérő mértékben abszorbeálják a mikrohullámú energiát, így eltérő mértékben melegsznek, amit kihasználhatunk. [5]

Kétféle típusú feltáráberendezésről beszélhetünk:

- ◆ zárt multimódusos rendszerű,
- ◆ nyitott fókuszált mikrohullámú sugárzású feltárá.

A zárt multimódusos rendszerű mikrohullámú feltáráberendezésben a lezárt feltárábombákat forgótányérra, ún. rotorra helyezik, és a magnetronból (2,45 GHz) a hullámvezetőn keresztül érkező mikrohullámú sugárzást egy forgó hullámterelő lemez segítségével a fémházon belül viszonylag egyenletesen eloszlatják. A fémfelületekről reflektált mikrohullámú sugárzás közel homogén mikrohullámú teret hoz létre, amely biztosítja a forgótányérra helyezett bombákba bemért anyagok azonos mértékű felmelegítését. A teflonedényzettel bíró rendszerek 240 °C-on, míg a kvarcedényzettel rendelkezők legfeljebb 300 °C-on működtethetők.

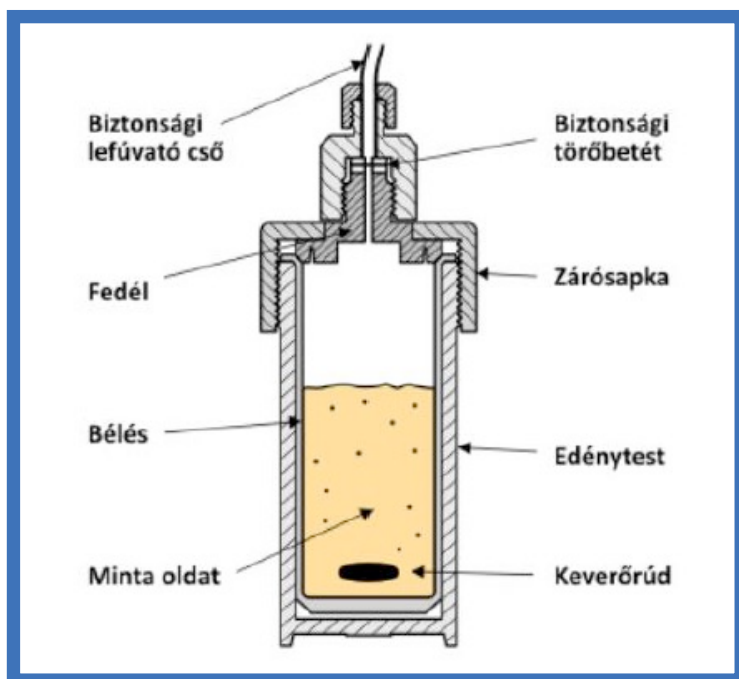
A nyitott fókuszált mikrohullámú sugárzással támogatott feltárá atmoszférikus nyomáson működik, a veszteségek csökkentésére visszafolyós hűtő helyezhető a feltáráedényre. Ez a megoldás lépcsőzetes reagens adagolást tesz lehetővé. Kényelmes, biztonságos, automatizálható. Az illékony vegyületek képződése miatt azonban nagyobb a valószínűsége az elemvesztésnek. [1]

Az analitikai célú mikrohullámú mintaelőkészítő rendszerekben:

- ◆ Zárt edényzetet alkalmazunk a mintakomponensek veszteségének csökkentésére és az emelkedő nyomás okozta reakciósebesség növelésére.
- ◆ Inert anyagú edényzetet alkalmazunk (pl: kvarc, kerámia köpennyel ellátott fluoropolimer). [5]
Az utóbbi megoldás esetén az elérhető hőmérsékletet a polimer olvadáspontja korlátozza. Az üzemi nyomás max. 80–130 bar.
- ◆ Mikrohullámú térben elhelyezett edényzet száma típus-, és gyártófüggő, továbbá folyamatos kontroll szükséges a mikrohullámú feltárá során. A zárt edényzet belsejében uralkodó hőmérsékletet és nyomást az alkalmazott szenzorok folyamatosan követik (pl. infravörös sugárzásmérő szenzor, elektronikus nyomásmérők, stb.) és azok jelével szabályozzák.
- ◆ Biztonsági elemek (törőbetét, biztonsági lefúvató cső). Ezek és a folyamatos kontroll akadályozza meg a zárt edényzet esetleges felrobbanását.



13–1. ábra. Analitikai mikrohullámú mintaelőkészítő készülék edényzetének metszeti rajza [5]



13.3.3. Dúsítási és elválasztási módszerek[1]

Az ipar, a környezetvédelem különböző területein egyre nagyobb az igény a szerves és szervetlen toxikus anyagok igen kis koncentrációban történő meghatározására. Ez az igény egyrészt minél kisebb kimutatási határral rendelkező méréstechnikák, másrészt a dúsítási és elválasztási módszerek alkalmazását és fejlesztését teszi szükségessé.

A dúsítás olyan koncentrációtartományig szükséges, ahol már megbízhatóan vizsgálhatók a meghatározandó komponensek. A művelet közben gyakran eltávolítják a mátrixelemeket, ami a mátrixeffektus csökkentésére alkalmas. A dúsítási módszerek kidolgozásánál fontos, hogy: i) egyidejűleg több elem dúsítható legyen, ii) a mátrixot is el tudjuk távolítani, iii) a visszanyerés hatásfoka közel 100% legyen, iv) kicsi legyen a dúsítás és a visszanyerés időigénye, v) alkalmas legyen automatizálásra és kapcsolt méréstechnikák kialakítására. A dúsítási módszerek általában folyadék-gáz, folyadék-folyadék, folyadék-szilárd vagy szilárd-folyadék fázisváltozáson alapulnak.

Folyadék-gáz fázisátmenetek kémiai reakcióval

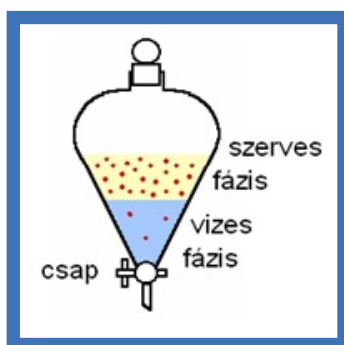
A fémorganikus vegyületek vizsgálatánál a vizes oldatoknak inert gázzal történő átbuborékoltatása esetén az apoláris illékony elemformák a gáztérbe kerülnek. A kifúvatott elemformák mellől a nedveséget kifagyasztják, az illékony vegyületeket pedig a töltetes oszlopra vagy kapilláris kolonnára vezetik. Közvetlenül felszabadíthatók például a tetraetil-ólom, tetrametil-ón, dimetil-higany.

Hidridképzés során a meghatározandó kémiai elemet stabil, illékony, kovalens hidridekké alakítják, a minta megsavanyított oldatát nátrium-borohidriddel reagáltatva. A keletkezett hidrideket megfelelő gázzal kiűzik az oldatból és közvetlenül a lángba vagy plazmába vezetik. Hidridképző elemek: As, Sb, Se, Te, Sn, Bi, Pb, Ge.

Folyadék–folyadék extrakció

A meghatározandó, nyomnyi mennyiségű vegyületek vizes mintákból való extrakciójára a legelterjedtebben alkalmazott módszer a folyadék–folyadék extrakció. A módszer lényege, hogy a minta megoszlik két egymással nem elegyedő oldószer között, amelyekben eltérő a mátrix és a meghatározandó vegyület oldhatósága. A módszer előnye, hogy tiszta oldószerek széles választéka áll rendelkezésre, és hogy nem igényel drága berendezést.

13-2. ábra. Laboratóriumi extrakció elve [6]



Folyadék–szilárd fázisátmenetek

Szilárd fázisú extrakció (SPE)

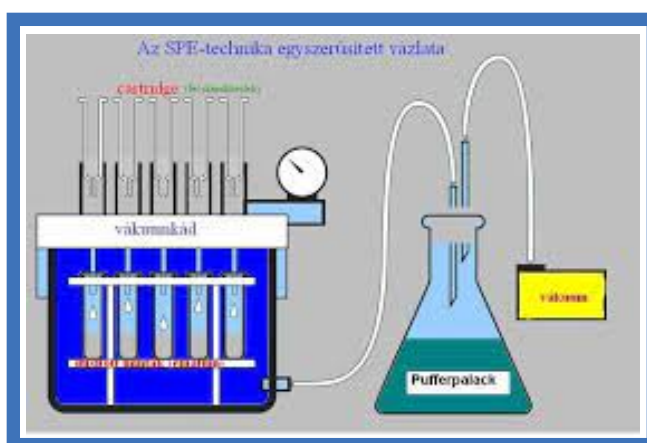
A szilárd fázisú extrakció azt jelenti, hogy egy folyadék vagy gáz halmazállapotú mintát érintkezésbe hoznak egy szilárd fázissal (állófázis) vagy szorbenssel, és a meghatározandó vegyület szelektíven adszorbeálódik annak felületére. A szilárd fázist ezután szeparálják az oldattól, majd valamilyen oldószerrel mossák, hogy eltávolítsák az esetleg jelen lévő mátrix-komponenseket. Végül egy oldószer-eleggyel (eluenssel) szelektíven deszorbeálják a meghatározandó komponenst. A mérendő alkotókat megkötő anyagot az oldatba teszik, majd az egyensúly beállta után szűréssel vagy dekantálással távolítják el.

Szilárd fázisú mikroextrakció (SPME)



A szilárd fázisú mikroextrakció (SPME) során a dúsítás kromatográfiás szorbenssel bevont mikroszálon megy végbe a komponens szorpciója következtében, folyadék vagy gázfázisban. A megkötődött vegyületek deszorpciót követően kerülnek be az elválasztására és meghatározására alkalmas analitikai műszerbe.

13–3. ábra. A szilárd fázisú extrakció megvalósítása a gyakorlatban [7]



Szilárd–folyadék fázisátmenetek

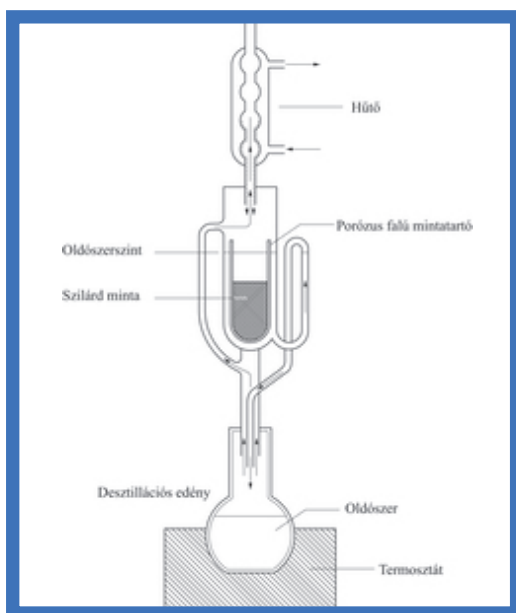
A szuperkritikus fluid extrakció

A szuperkritikus fluid extrakció alapja, hogy ha a kritikus hőmérséklete fölé hevített anyagot (pl. CO_2) a kritikus nyomásnál nagyobb nyomással nyomják össze, az anyag homogén marad, fluid állapot jön létre, amely anyaggal utána elvégezhető az extrakciós folyamat.

Soxhlet-extrakció

A Soxhlet-extrakciót szilárd minták szervesanyag-tartalmának kivonására használják. Soxhlet-extrakciónál az extrahálendő mintát elhelyezik a porózus falú mintatartóba. A gömblobbikban lévő oldószer folyamatosan melegítik, melynek gőzei kondenzálódnak és ráfolynak a mintára. A meleg oldószer az anyag egy részét kioldja, az oldószer feltölti a közlekedőedényt, és visszafolyik az alsó gömblobbikba. A folyamatos melegítés miatt ez újra és újra ismétlődik, míg végül az extrahálendő anyag megfelelő extrakciós hatásfokkal átkerül a gömblobbikba.

13–4. ábra. Soxhlet-extrakció elve [8]



Mikrohullámú sugárzással elősegített extrakció

Mikrohullámú sugárzással elősegített extrakció során a poláris vegyületek viszonylag rövid idő alatt jó hatásfokkal apoláris vagy gyengén poláris oldószerekbe extrahálhatók. A talajból, üledékből való kinyerés időigénye csökken, megnövekszik a nehezen kinyerhető elemformák extrakciós hatásfoka. Jól fókuszált, kis energiájú mikrohullámú teret célszerű alkalmazni.

13.4. ANYAGVIZSGÁLATI MÓDSZEREK CSOPORTOSÍTÁSA

Az anyagvizsgálati módszereket többféleképpen lehet csoportosítani:

- ◆ a vizsgált anyag a vizsgálat elvégzése során roncsolódik-e vagy sem, ebből adódóan beszélhetünk roncsolásos és roncsolásmentes anyagvizsgálatokról;
- ◆ az igénybevétel hatása szerint: a teljes anyagterfogra vagy felületére ható anyagvizsgálatok;
- ◆ a vizsgált anyagot érő igénybevétel időbeli lefutása szerint:
 - ◇ statikus,
 - ◇ dinamikus,
 - ◇ ismétlődő, vagy
 - ◇ ezek kombinációja.
- ◆ az anyagvizsgálati módszer jellege szerint: kémiai vagy fizikai. Kémiai vizsgálat esetén a kémiai összetétel meghatározása történik. Fizikai vizsgálat esetén a minta fajsúlyát, hővezetését, villamos vezetőképességét vagy mágneses tulajdonságait vizsgáljuk.



A roncsolásmentes anyagvizsgálati módszereket hibakereső vizsgálatoknak is nevezhetjük, mert tulajdonképpen az anyag külső és belső hibáinak felderítésére szolgálnak.

A mintadarab felületén található hibák kimutatására alkalmazhatunk:

- szemrevételezéses vizsgálatot,
- folyadékbehatolásos vagy penetráló folyadékos vizsgálatot,
- mágneses repedésvizsgálatot.

A mintadarab belsejében található hibák esetén alkalmazható vizsgálatok:

- ◆ akusztikus emissziós vizsgálat,
- ◆ ultrahangos vizsgálat,
- ◆ röntgenvizsgálat,
- ◆ γ sugárzó izotópos vizsgálat.

A roncsolásos anyagvizsgálati módszerek célja a vizsgált anyagok fizikai, technológiai és kémiai tulajdonságainak meghatározása. A korszerű ipari és egyéb gyártási folyamatok olyan anyagjellemzők meghatározását igényli, amely e módszerek alkalmazása nélkül elképzelhetetlen. [9]

A roncsolásos anyagvizsgálatok típusai:

- ◆ analitikai vizsgálatok,
- ◆ mechanikai vizsgálatok,
- ◆ metallográfiai vizsgálatok.

Mechanikai vagy szilárdságtani vizsgálatok során olyan anyagjellemzők meghatározását végezzük, melyek az igénybevételek jellemzéséhez szükségesek. Ide sorolhatóak a húzó, nyomó, hajlító, nyíró vagy csavaróvizsgálatok, a keménységmérés, a fárasztóvizsgálat és a törésmechanikai jellemzők meghatározása.

Metallográfiai vagy fémtani vizsgálatok során a fémek szövetszerkezetét és annak átalakulási tulajdonságait határozzuk meg. [9]

13.4.1. Analitikai vizsgálatok

Az analitikai vizsgálatok körébe az anyag kémiai összetételét ellenőrző vizsgálatok (mennyiségi és minőségi analízisek) és/vagy az anyag korrózióval szembeni ellenállásának meghatározása tartozik.

A kémiai összetétel vizsgálata

A kémiai összetételt jellemzően kétféle módszerrel határozhatjuk meg, i) kémiai reakciókon alapuló (pl. vegyszerrel történő oldás, égetési módszerek, stb.), ii) fizikai mérésekre támaszkodó vizsgálatokkal (pl. színképelemzés, röntgenfluoreszcens, ill. emissziós vizsgálati módszerek).



Korróziós vizsgálatok

A korróziós vizsgálatok segítségével a fémek és ötvözeik különböző közegekben, meghatározott feltételek közötti korrózióállóságát tudjuk meghatározni. A legelterjedtebben alkalmazott korróziós vizsgálatok a következők:

- ◆ természetes körülmények között végzett, ún. kitéti korróziós vizsgálatok,
- ◆ laboratóriumi gyorsított korróziós vizsgálatok, amelyet a különböző mintavizsgálati helyeken végzett korróziós eredmények egyértelmű összehasonlíthatósága céljából szabványosítottak. [10]

13.5. BEVEZETÉS AZ ANALITIKAI KÉMIÁBA

Az analitikai kémia nem más, mint tudomány és gyakorlat, melynek módszereivel azonosítani lehet egy anyagi minta kémiai alkotórészeit, azok szerkezetét és mennyiségi viszonyait a vizsgálati mintákban.

Az anyag kémiai összetételét vizsgálhatjuk minőségi és mennyiségi szempontból:

- ◆ Minőségi analízis – meghatározza, hogy milyen komponensek vannak jelen a mintában;
- ◆ Mennyiségi analízis – meghatározza, hogy az egyes komponensekből mennyi van jelen a mintában.

A mennyiségi analitikai módszer főbb lépései:

1. Mintavétel.
2. A minta vizsgálati módszerének kiválasztása.
3. Laboratóriumi minta előkészítése (amennyiben szükséges) – a minta oldatának elkészítése.
4. Interferáló (zavaró) anyagok eltávolítása.
5. Mérőgörbe felvétele (amennyiben szükséges) és mérés.
6. Eredmények számítása.
7. Eredmények értékelése és megbízhatóságának becslése.

A műszeres analitika fejlődése tette lehetővé nagy mennyiségű adat gyűjtését, növelte az analitikai módszerek teljesítőképességét, csökkentette az anyagok kimutatási határát. További nagy előnye, hogy a műszeres analitikai módszerek szelektivitása lényegesen nagyobb egyéb kémiai módszereknél és specifikus meghatározásokat tesz lehetővé. Ilyen például ionok, vagy molekulák mérésére alkalmazott legegyszerűbb elven működő ionszelektív vagy molekulaselektív elektródok.

A műszeres elemzések során valamilyen analitikai jelet képzünk, amikor a vizsgálati minta állapotát és energiaszintjeit valamilyen külső hatás segítségével gerjesztjük. A gerjesztésre bármilyen energia felhasználható (elektromos vagy elektromágneses sugárzás – azaz a fény valamilyen fajtája). A gerjesztés lecsengését valamilyen analitikai mérőműszerrel követjük nyomon. Az alkalmazott műszerek egyik egysége a gerjesztést szolgálja, a másik egysége a lecsengés során lejátszódó folyamatot tükröző jelet méri.



Ennek a jelnek a mérése egyértelműen kivitelezhető, mert egy adott mintát azonos körülmények között, adott külső energiával gerjesztve, mindig ugyanazt a jelet hozzuk létre. A jelek értelmezése, a jelfeldolgozás és jelértékelés már komplexebb feladat. Ezt jellemzően független hitelesítés (mérőgörbe felvétele) segítségével történik.

13.5.1. Klasszikus analitikai módszerek

A klasszikus analitikai módszerek olyan elvégzett fizikai és/vagy kémiai folyamatokon, kölcsönhatásokon alapuló eljárások, melyek során a változásokat vizuálisan megfigyeljük, vagy mérjük. Az analízis során egyszerűbb laboratóriumi eszközöket használunk. [2]

A klasszikus mennyiségi elemzésnek két fajtája van a tömeg szerinti elemzés (gravimetria) és a térfogatoss elemzés (titrimetria).

Gravimetria

A gravimetria olyan kémiai átalakulások összefoglaló neve, amelyek során a bizonyos oldatok összeöntésekor vízben rosszul oldódó szilárd anyagok válnak ki. A folyamat során az oldatban lévő ionok közül valamelyik kation és anion vízben nagyon rosszul oldódó vegyületet képez. A meghatározandó iont kis oldhatóságú, sztöchiometrikusan ismert összetételű vegyületté alakítjuk, amelyet aztán oldattól elválasztunk. A csapadékot szárítással vagy izzítással tömegállandóvá tesszük, és a tömegét lemérjük. A tömegből a csapadék sztöchiometrikus összetétele ismeretében kiszámítható a meghatározandó ion koncentrációja.

A tömeg szerinti elemzés feltételei:

- ◆ jól szűrhető (szemcseméret ne legyen túl kicsi vagy túl nagy) és jól mosható (a lecsapószer és oldószer komponensei eltávolíthatók) csapadék váljon le,
- ◆ a csapadék rosszul oldódjon,
- ◆ sztöchiometrikus összetételű,
- ◆ szárítással vagy izzítással tömegállandóvá tehető csapadék váljon le.

A gyakorlatban minden csapadék kisebb vagy nagyobb mértékben oldódik, tehát a csapadék feletti telített oldatban megtalálhatók a csapadékot alkotó ionok. A csapadék oldhatóságát jellemző állandó az oldhatósági szorzat, jele: L .

Az oldhatósági szorzat definíciója: adott hőmérsékleten, a telített oldatban az ionkoncentrációk megfelelő hatványon vett szorzata állandó. Az oldhatósági szorzat értéke függ az anyagi minőségtől és a hőmérséklettől. Minél kisebb az oldhatósági szorzat értéke, a csapadék annál kevésbé oldódik.

A kevésbé oldódó csapadék alkalmasabb az illető ion tömegszerinti elemzésére.



A gravimetria fő lépései és a velük szemben támasztott követelmények:

1. Mintaelőkészítés: általában híg mintaoldat előállítása szükséges a következő műveletek valamelyikével, kombinálásával (oldás, esetleg feltárás vagy a zavaró komponens elválasztása), fontos szem előtt tartani, hogy lehetőleg ne járjon anyag veszteséggel.
2. A csapadék leválasztása: a lecsapásnak mennyiséginek (kvantitatívnak) kell lennie. Mivel a klaszikus analitikai eljárásokkal általában 0,1%-os nagyságrendű megbízhatóság érhető el, ez azt jelenti, hogy a csapadéknak az alkotó legalább 99,9%-át kell tartalmaznia. Kíváncos, hogy a csapadék lehetőleg minél tisztább is legyen, bár bizonyos szennyezőket a következő lépésekben még el lehet távolítani.
3. A csapadék szűrése, mosása: az anyag veszteség itt is elkerülendő.
4. Szárítás vagy hőkezelés (esetleg egyéb átalakítás): olyan végterméket kell előállítanunk, mely a mérendő alkotót mennyiségileg tartalmazza, sztöchiometrikus összetételű és stabil.
5. Tömegmérés, számítás. [11]

A gravimetriás analízis előnyei:

- ◆ egyszerű és olcsó,
- ◆ nem kíván kalibrálást (kivéve az analitikai mérleg, hőmérő/hőelem),
- ◆ nagy pontosság a főkomponens mérése esetén.

A módszer hátrányai közé tartozik:

- ◆ munka és időigényes,
- ◆ kicsi az érzékenysége,
- ◆ nem elég szelektív.

Titrimetria

A titrimetria (volumetria) vagy térfogatós analízis az analitikai kémia ágához tartozik, a kvantitatív analízis témaköréhez. Alapjául az szolgál, hogy megmérjük a mérendő komponens mennyisége mekkora térfogatú reagenssel (mérőoldat) ekvivalens. A reakció lejátszódását indikálni (jelezni) szükséges. A reakció sztöchiometriájának ismeretében a mérendő komponens koncentrációja kiszámítható.

Négyféle reakciótípus alkalmas titrimetriás eljárás végrehajtására:

- ◆ Savbázis (semlegesítési vagy neutralizációs): egy bázissal egy savat semlegesítünk, vagy fordítva. A semlegesítés során egy sav és egy bázis lép reakcióba, amelynek során só és néha víz keletkezik. A reakció a titráló oldat és a vizsgált anyag között megy végbe.
- ◆ Csapadékos: a csapadékos reakciók során egy oldhatatlan szilárd anyag/csapadék keletkezik. Összetételét és színét az oldatban feloldódott ionos vegyületek határozzák meg. Az oldhatóság alapján meghatározható, milyen ionok csapódnak ki.



- ◆ **Kompleképző:** számos fém alkot disszociált komplexeket különböző ligandumokkal. Ezek a reakciók a fémionok titrálási műveleteinek alapjául szolgálhatnak, amelyek során a komplexáló anyag szerepét a titráló oldat tölti be.
- ◆ **Redoxi:** ebbe a kategóriába tartoznak a redox reakciót magába foglaló titrálások. A reakció elektromos cserén alapul. A titrálás során a résztvevő anyagok oxidációs állapota változik.

Ahhoz, hogy egy reakció alkalmas legyen titrimetria céljára, a következő feltételeknek kell teljesülnie:

- ◆ a reakció legyen kvantitatív,
- ◆ ne legyenek mellékreakciók,
- ◆ a reakciósebesség kellően gyors legyen,
- ◆ a reakció befejezettsége jól detektálható legyen, ill. a titrálószer (mérőoldat) megfelelő tisztaságban és stabilitással előállítható legyen.

Az elkészített mérőoldatok pontos koncentrációját meg kell határoznunk, azaz, hogy az oldatunk tényleges ($c_{\text{tényleges}}$)/valós koncentrációja ($c_{\text{névleges}}$) mennyiben tér el annak névleges koncentrációjától. Ennek megadása az ún. faktor (f) segítségével történik.

A faktor az a szám, amely megmutatja, hogy 1 ml mérőoldat hány ml pontos koncentrációjú mérőoldatnak felel meg.

$$f = \frac{c_{\text{tényleges}}}{c_{\text{névleges}}} \quad (1)$$

ahol:

f az oldat faktora, amit a tényleges és a névleges koncentráció hányadosa ad meg.

Ha a $f = 1$, akkor pontos a mérőoldatunk, ha a $f > 1$, akkor töményebb a mérőoldatunk, ha a $f < 1$, akkor hígabb a mérőoldatunk a névleges koncentrációnál.

A titrálás ideje alatt a titrált oldat összetétele folyamatosan változik. A meghatározandó anyag koncentrációja fokozatosan, majd a reakció befejeződésekor a titrálás végpontjában ugrásszerűen csökken. A reakció végpontjának jelzésére általában indikátorokat, színjelző anyagokat alkalmazunk. Az indikátorok szerves bázisok vagy szerves savak, melyek protonfelvétel, illetve leadás közben színüket megváltoztatják, így jelzik a reakció lejátszódásának végét.

A titrálás lehetséges módjai:

- ◆ **Közvetlen titrálás:** ez a legelterjedtebb és legegyszerűbb módszer, az alapkoncepciónak megfelelő titrálási mód.
- ◆ **Visszatitrálás:** akkor alkalmazzuk, ha pl. a mérendő komponens a titrálószerrel csak lassan reagál. Ilyenkor egy feleslegben alkalmazott segédreagens segítségével, amely jól titrálható (gyorsan reagál) elreagáltatjuk a mérendő komponens teljes mennyiségét, majd a felesleget visszamérjük.



- ◆ *Fordított titrálás:* a minta és a mérőoldat „helyét” felcseréljük, és a mintát adagoljuk a bürettából a mérőoldat egy adott részletéhez. Olyankor alkalmazzuk, amikor a minta érzékeny a levegő oxigén-tartalmára.
- ◆ *Indirekt titrálás:* a mérendő, rosszul titrálható komponenst kémiai reakcióval előzetesen kvantitatíve átalakítjuk egy jól titrálható komponenssé.



14. Műszeres analitika módszerek

14.1. MŰSZERES ANALITIKAI MÓDSZEREK CSOPORTOSÍTÁSA

Ismeretlen anyag kémiai összetételének meghatározása (minőségi és mennyiségi analízis) az 1940-es évek végéig az ún. nedveskémiai módszerekkel történt. A nedveskémiai vizsgálatokhoz pl. egy ötvözet mintaelemzése esetén forgácsállapotú minta szükséges. Ezután a forgácsmintát oldatba visz-szük megfelelő minőségű és koncentrációjú vegyszerekkel, majd az egyes elemeket elkülönítjük hosz-szadalmas, kevésbé környezetbarát, és költséges folyamatok során.

A műszeres analitikai vizsgálati módszerek az 1960-as évektől terjedtek el, kutatásfejlesztés, mi-nőségellenőrzés, fémanalitikai szolgáltatásokban támogatva pl. a termelési folyamatokat, azok ellen-őrzését. A gépgyártásban, vagy a fémvizsgálatoknál elterjedt berendezések működése optikai emisz-sziós (OES) és röntgenfluoreszcens spektroszkópia (XRF) vizsgálati módszerein alapulnak. Nagy előnye mindkét módszernek, hogy a vizsgálati mintadarab roncsolása nélkül, csak a vizsgálati felület „fémisztára” történő előkészítése után – akár a helyszínen – a mintadarab pl. eredeti beépítés állapo-tában megvizsgálható. [12]

A műszeres analitikai vizsgálati módszereket jellemzően az alkalmazott vagy detektált fizikai para-méter jellege szerint szokás csoportosítani: Bevezetés a műszeres analitikai kémiába

- ◆ elektromos áram/feszültség → elektroanalitika,
- ◆ elektromágneses sugárzás → spektrokémia/radiokémia,
- ◆ hőátadás → termoanalitika,
- ◆ elválasztástechnika → kromatográfia.

Jelen jegyzetben az elektroanalitika és spektrokémiai módszerek ismertetésével foglalkozunk bő-vebben.

14.2. AZ ELEKTROANALITIKAI MÓDSZEREK

Az elektroanalitikai módszerek gyűjtőnéven azokat az analitikai eljárásokat foglaljuk össze, ame-lyekben az anyag minőségi vagy mennyiségi meghatározása az elektrolitokban való áramvezetés jelen-ségein, valamint a fémes vezetők és az elektrolitok fázishatárán lejátszódó jelenségeken alapulnak. [13]

Csoportosításuk:

- ◆ potenciometria,
- ◆ voltammetria,
- ◆ polarográfia,
- ◆ konduktometria.



A potenciometria az elsőrendű vezetők és az elektrolitok határfelületén kialakuló potenciál mérésén alapszik. A másik gyakran alkalmazott elektroanalitikai módszer a konduktometria, ami az elektrolitok vezetésével, annak mérésével foglalkozik.

A jegyzetben e kettő módszer ismertetésével foglalkozunk, mint a leggyakrabban alkalmazott elektroanalitikai kisműszeres mérések.

14.2.1. A potenciometria fogalma és a pH mérése

A vizes oldatok kémhatása lehet savas, semleges vagy lúgos. A kémhatást a hidrogénionok és a hidroxidionok koncentrációjának viszonya szabja meg. Vizes oldatok kémhatását legegyszerűbben sav-bázis indikátorokkal lehet meghatározni, amelyek lehetnek kétszínűek, illetve univerzál típusúak. A kétszínű indikátorok egyféle indikátoranyag felhasználásával készülnek. Azt jelzik, hogy a vizsgált oldat pH-ja az indikátor átcsapási tartománya alatt vagy fölött található. Az univerzál indikátorok többféle indikátor felhasználásával készülnek. Színváltásuk általában az 1–14 közötti pH-tartományra terjed ki. [14]

A savas kémhatású oldatokra az oxóniumionok túlsúlya jellemző: $[H_3O^+] > [OH^-]$. A semleges kémhatású oldatokban: $[H_3O^+] = [OH^-]$ (25°C-on ez $1 \times 10^{-7} \text{ mol/dm}^3$, pH=7). Lúgos kémhatású az oldat, ha a hidroxidionok vannak túlsúlyban: $[H_3O^+] < [OH^-]$.

A pH az oxóniumion-koncentráció tízes alapú logaritmusának mínusz egyszerese:

$$pH = -\log[H_3O^+] \quad (2)$$

A pH legpontosabb meghatározására a potenciometriás módszer a legalkalmasabb. Mivel egy elektród potenciálját mindig csak egy másik elektródhoz viszonyítva lehet meghatározni – a közöttük kialakuló feszültségkülönbség mérésével, ezért a mérőelektródot egy referenciaelektróddal galvan-elemmé kapcsoljuk össze. Az indikátorelektródot pedig egy viszonyítási (vagy referencia) elektróddal kapcsoljuk össze. Ha a viszonyítási elektród potenciálja mérés során jó közelítéssel állandó, akkor a bekövetkező potenciálváltozás egyedül az elektród aktív komponens koncentrációjának (aktivitásának) változását fogja tükrözni. Viszonyítási elektródként szolgálnak az ún. másodfajú elektródok, a gyakorlatban az Ag/AgCl vagy a Hg/Hg₂Cl₂ (kalomel) elektródok a legelterjedtebbek. [15]

A másodfajú elektródok egy fémből, annak rosszul oldódó sójából, valamint a só anionját tartalmazó elegendően nagy koncentrációjú (esetenként telített) oldatából álló rendszer. Ebben az elrendezésben az elektród aktív ionkoncentrációja bizonyíthatóan állandó, ami egyúttal garantálja az állandó elektródpotenciált. [15]

Egy potenciometriás cella (oldat+indikátorelektród+referencia elektród) elektromotoros erejét az indikátor és referenciaelektródok közé kötött feszültségmérővel mérhetjük meg.

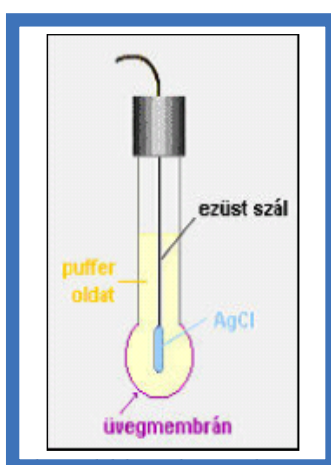
A pH meghatározására mérőelektródként üvegelektródot alkalmazunk, referenciaelektródnak pedig másodfajú elektródokat használunk. A galvan-elem elektromotoros erejéből a pH kiszámítható, illetve a pH mérésére szolgáló készülékek mindjárt pH-egységekben jelzik a mérési eredményt. A pH-érzékeny



üvegelektrod különleges összetételű, nagy elektromos vezetőképességű és kis olvadáspontú üvegből készített membrán.

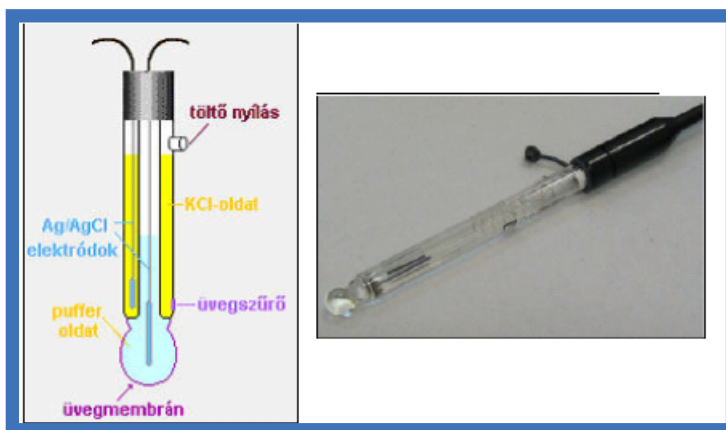
Az üvegmembrán erősebb falú üvegcsőre van forrasztva. Az elektrod belsejében nagy kapacitású, 6–7 pH-jú pufferoldat van, amelybe ezüst/ezüst-klorid elektrod merül. Az elektrod lényegében egy vékonyfalú üveggömb (membrán), amely az oldat H^+ -ival ioncsere-egyensúlyt alakít ki. A membránon kialakuló potenciált a két oldalon lévő H^+ -ion koncentrációk aránya határozza meg. Az üveggömb belsejében a pufferoldat révén állandó a $[H^+]$, így az elektrodpotenciál egyedül a külső H^+ -ion koncentrációtól, azaz az oldat pH-jától fog függni. [16]

14–1. ábra. Az ezüst/ezüst-klorid-elektrod klorid-ionokat tartalmazó oldatba merülő ezüstszál, amelyre ezüst-kloridot választanak le



Napjainkban leginkább kombinált elektrodokat alkalmazunk, amelyek mindkét egységet magukba foglalják, azaz tartalmazzák a mérő és az összehasonlító elektrodot is (az üvegelektroddal össze van építve a referenciaelektrod). Ekkor az elektrod szára egy duplafalu üvegcső, amelyben az összehasonlító elektrod (szintén $Ag/AgCl$) a külső térrészben található. Ezt az oldatteret $AgCl$ -dal telített KCl -oldattal rendszeresen fel kell tölteni, mert egy kicsiny kerámiaszűrőn keresztül érintkezik a mérendő oldattal és mennyisége ezalatt folyamatosan csökken.

14–2. ábra. Kombinált üvegelektrodok sematikus és valódi képe



14.2.2. A fajlagos elektromos vezetőképesség fogalma, mérése

A fajlagos elektromos vezetőképesség széles körben vizsgált analitikai paraméter. A mérőkészülékek megbízhatósága, érzékenysége, gyors reagálása és viszonylag alacsony költsége a fajlagos elektromos vezetőképességet a minőségellenőrzés értékes, könnyen használható eszközévé teszi a különféle vízfajták (tisztá víz, ivóvíz, természetes víz, technológiai víz stb.) és egyéb oldószerek sokféle monitorozásához és felügyeletéhez.

A vezetőképesség az ellenállás reciproka. Az elektromos vezetők olyan anyagok, amelyek szabad ionokat (elektromos töltéssel rendelkező részecskék) tartalmaznak, amelyek elmozdulását áramnak nevezzük. A másodfajú vezetők, azaz elektrolitok vezetőképességét a bennük található só(k) kristályrácsából kiszabadult ionok adják. A fajlagos elektromos vezetőképesség mértékegysége a S (siemens), mS (millisiemens) vagy μS (microsiemens)/cm.

Az elektrolitok vezetőképességének meghatározását konduktométerrel végezzük. A készülék működése az oldat ellenállásának mérésén alapszik. A közvetlenül vezetőképességet kijelző műszerek kis frekvenciás, váltakozó áramú mérőberendezések, mivel az egyenáram hatására elektrokémiai folyamatok mehetnek végbe és az elektródok polarizálódnak, ebből illetve ennek kémiai reakciók hatására bekövetkező változásaiból származtatunk analitikai információkat.

Elektrolitok vizes oldataiban a kationok és anionok koncentrációja jelentős lehet, ezért azok az elektrolitikus disszociáció mértékétől függően többnyire vezetők. Egy kétkomponensű (tehát egy oldószerből és egy elektrolitból álló) oldat vezetőképessége az oldatban levő kationok és anionok vezetőképességeinek összegeként számítható, a többkomponensű (kettő vagy több elektrolitot tartalmazó) oldatoké pedig az egyes elektrolitok vezetőképességeinek összegeként adható meg. A vezetőképesség elsősorban függ az i) oldat térfogategységében levő ionok számától (tehát a koncentrációtól), valamint az ii) ionok mozgékonyaságától (vagyis attól a sebességtől, amellyel egy adott ion az elektromos tér hatására mozogni képes). [15]

Az oldat vezetőképessége más paramétértől is függ, amelyek néha kölcsönhatásban vannak, ilyen például:

- ◆ az oldott elektrolit típusa,
- ◆ az oldott elektrolit koncentrációja,
- ◆ az elektrolit disszociációs foka,
- ◆ oldószer viszkozitása,
- ◆ hőmérséklet.



14.3. MOLEKULASPEKTROSKÓPIA

14.3.1. Általános ismeretek [11]

Molekuláris formában jelenlévő mintakomponensek meghatározásához az UV-látható fény (UV-VIS) spektrofotometria és az infravörös (IR) spektroszkópia módszereit alkalmazhatjuk.

Azon kémiai módszerek, amelyeknél az anyag és az elektromágneses sugárzás közötti kölcsönhatás szolgál az analitikai jelképzés céljára.

Az anyag és az elektromágneses sugárzás (fény, fényintenzitás = I_0) közötti kölcsönhatások a következők lehetnek:

- ◆ fényabszorpció (fényelnyelés), I_A
- ◆ fényemisszió, fényreflexió (a fény visszaverődik), fényszórás, I_R ,
- ◆ fénytranszmisszió (a fény áthalad az anyagon), I_T

$$I_0 = I_T + I_R + I_A \quad (3)$$

Ezen kölcsönhatások alkalmasak minőségi és mennyiségi analitikai feladatok megoldására, amennyiben az elektromágneses sugárzásokat energiájuk (hullámhosszuk) alapján sorba rendezzük, akkor kapjuk az elektromágneses színeképet.

Fényelnyelés

Ismert intenzitású fény elnyelése során a molekula vagy atom fotont nyel el (abszorbeál). A folyamat során az energiája megnő, gerjesztett állapotba kerül. A besugárzásra használt fény intenzitása lecsökken. Az energiaváltozás az anyagi minőségtől és a fényt elnyelő részecskék mennyiségétől függ.

A besugárzó fény különböző energiájú sugárzások keveréke, ezért az analitikai alkalmazásához komponenseire kell felbontani. A fehér fény hullámhossz szerinti felbontása monokromatikus fényhez vezet.

Az analitikai gyakorlatban az abszorpción alapuló módszerek a leggyakoribbak. A használt származtatott mennyiség az abszorbancia (A), a kapott spektrum az adott anyagra jellemző.

A spektrumokból nyerhető információ

A spektrum (színekép) olyan függvény, amelyen a fény energiájának (vagy az energiával összefüggő mennyiségnek) a függvényében ábrázolunk valamely, a fény intenzitásával összefüggő mennyiséget. Más szóval a spektrum a mintán áteresztett fény intenzitása a monokromatikus fény energiájának függvényében.



Az egyes anyagok olyan energiájú fényt nyelnek el, amely két jól definiált energiaállapot közötti átmenetet tesz lehetővé. Az anyag által elnyelt sugárzás energiája (a spektrum abszorpciós maximumának megfelelő hullámhossz - λ) az anyagi minőségre jellemző. Az elnyelés következtében jelentkező intenzitásváltozás hordozza a mennyiségi információt.

14.3.2. Ultraibolya és látható fény (UV-VIS) spektrofotometria

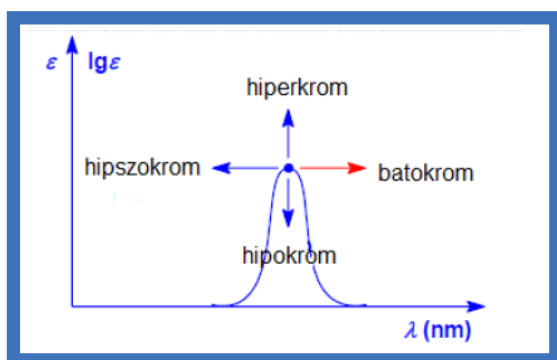
Az UV-VIS spektrofotometria a molekulák fényelnyelésének mérésén alapuló módszer. A vizsgálni kívánt molekulánk az ultraibolya (200–380 nm) vagy a látható fény (380–780 nm) tartomány adott hullámhosszúságú komponensét képes abszorbeálni.

A fényabszorpció lejátszódása során egy kötő vagy nem kötő molekulapályán elhelyezkedő vegyértékelektronok gerjesztődve lazító molekula-pályára kerülnek. A molekula fényabszorpcióért felelős csoportokat nevezzük kromofor csoportoknak. [14]

Az atomok sávos fényelnyelésével ellentétben a molekulák fényabszorpciója sávos szerkezetű, széles akár 10 nm tartományú lehet. A módszer nehézségét a molekula-abszorpciós sávok között létrejövő átfedések okozzák. A gyakorlatban ezért törekedni kell arra, hogy az adott hullámhossz-tartományban minél kevesebb abszorbeálódó komponens legyen.

A vizsgálatok során fényabszorpciós sáv kis részét használjuk, leggyakrabban a sáv maximumát, mivel ebben az esetben érhető el a legnagyobb érzékenység. Az abszorpciós maximumunk helyét számtalan tényező befolyásolhatja. Az abszorpció általános helye a spektrumban eltolódhat. Ha az eltolódás a nagyobb hullámhosszak irányába történik *batokrom*, ha a kisebb hullámhosszak felé történik *hipszokrom*-eltoldásnak nevezzük. Amennyiben az abszorpció intenzitás-növekedése következik be *hiperkrom*, míg csökkenés esetén *hipokrom* eltolódásról beszélhetünk. [17; 18]

14–3. ábra. Eltolódások típusai a spektrumban [17]



A koncentráció-arányos a fényelnyelés mértékével. A fényabszorpció mértékét két szabály alapján írhatjuk le:

- ◆ Bougert–Lambert-törvény: homogén izotrop közegben a monokromatikus fényből abszorbeált hányad független lesz a beeső fény intenzitásától.
- ◆ Beer-törvény: a beeső fényből abszorpciót önmagában nem mutató, vagyis optikailag átlátszó oldószerben az oldott anyag által abszorbeált rész csak a fényútba eső abszorbeálódó molekulák számától fog függeni.

Egyesítve a két törvényt kapjuk a Lambert–Beer-törvényt:

$$A = \log \left(\frac{I_0}{I} \right) = \varepsilon * c * l \quad (4)$$

ahol:

A = az oldat abszorbanciája,

I_0 = a beeső fénysugár intenzitása,

I = a kilépő fénysugár intenzitása,

ε = moláris abszorpciós koefficiens az adott hullámhosszon [$\text{dm}^3/\text{mol} \cdot \text{cm}$],

c = a vizsgált komponens koncentrációja [mol/dm^3],

l = az abszorpció útossz, vagyis a kuvetta hossza [cm]. [14]

A százalékos fényáteresztésként definiálhatjuk a transzmitanciát ($T = I/I_0$ hányados). A transzmitancia negatív logaritmus az abszorbancia (A).

Az UV-VIS spektrofotometria alkalmazható folyadékminták mind mennyiségi, mind minőségi vizsgálatára. A gyakorlatban elterjedten alkalmazzák anionok (nitrit, nitrát, foszfát), molekulák (fenol), valamint különféle oxidációs állapotú fémionok (pl. Cr(VI)-ion) meghatározására.

Közvetlenül vizsgálható a mintánk, amennyiben a vizsgálandó mintakomponensüknek van elnyelése UV-VIS tartományban (lila-permanganát ion).

Ha nincs fényelnyelése a vizsgálandó komponensnek, akkor reakció révén tehetjük analízisre alkalmassá a molekulánkat. A vegyületképzés lehetővé teszi a mintaalkotók átfedésének csökkentését a fényelnyelés helyének eltolásával. Például CrO_4 -ion vizsgálatánál difenil-karbazid-reagens hozzáadásával képezhetünk rózsaszín komplexet, vagy PO_4^{3-} -ion meghatározásakor a kék színt ammónium-molibdenát reagenssel érhetjük el.

Amennyiben a fényelnyelés mértéke adott koncentráció esetén nem megfelelő, a kuvetta hosszának változtatásával érhetjük el a megfelelő mérhetőséget. [18]



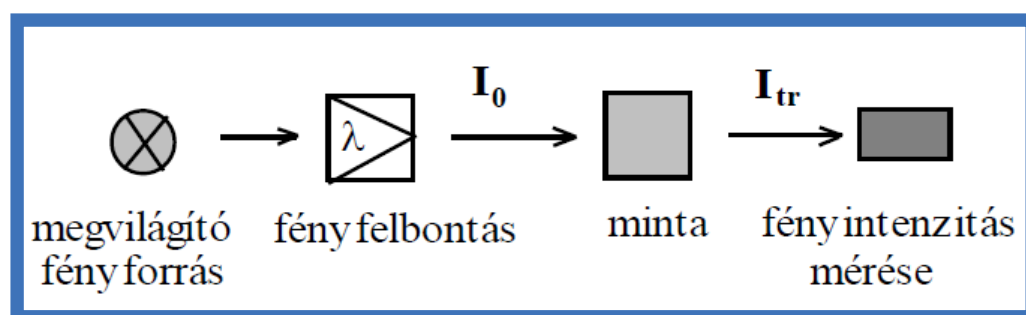
A spektrofotométer jellemzői

A transzmittancia valamint az abszorbanica meghatározásakor három mérés elvégzésére van szükség az adott hullámhosszon:

- ◆ nulla intenzitás, vagyis lezárt fényút mellett meghatározzuk a detektor sötétáram jelét,
- ◆ mérjük az I_0 intenzitáshoz tartozó detektorjelet a meghatározandó komponenst nem tartalmazó mintaoldatból (vakminta),
- ◆ I intenzitás detektorjelet mérjük a mintán keresztül. [11]

A spektrofotométer elvi felépítése

14–4. ábra. A spektrofotométer elvi felépítése [11]



◆ Megvilágító fényforrás

Az UV-VIS spektrofotométerekben a fényforrás egy folytonos sugárzású lámpa. Látható tartományban általában wolframszálas izzólámpát, UV-tartományban deutériumlámpát használunk.

◆ Fényfelbontó egység

Monokromátor: a megfelelő hullámhosszúságú fény kiválasztására leginkább rácsos monokromátort használunk. A fényforrásból kilépő fény a monokromátorra kerül, ahonnan a távozó, már felbontott fény útjába egy kilépő rést helyezünk, amely csak egy keskeny hullámhossz-tartományú fénysugarat enged át. A rács forgatásával más és más hullámhosszúságú fény jut át a kilépőrésen.

◆ Mintatartó-, és referenciatér

UV-tartományban történő mérés során a kuvetta anyagának UV-fényáteresztőnek kell lennie (kvarc vagy UV-áteresztő műanyag), közönséges üvegvakminta csak a látható fény tartományában használható.

◆ Detektor

A fényintenzitás mérésére szolgál, általában fotoelektron sokszorozót használunk.

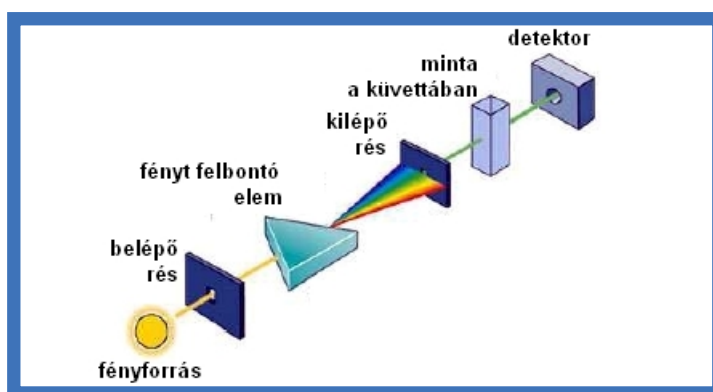


◆ Jelfeldolgozó egység

Adatfeldolgozó egységként speciális szoftverekkel működtetett számítógépet használunk. [11; 18]

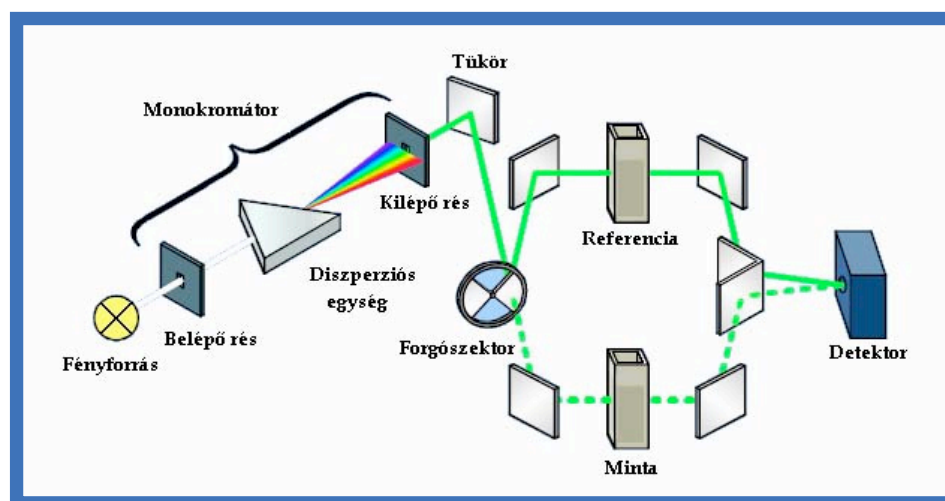
Megkülönböztethetünk egysugaras és kétsugaras spektrofotométereket. Az egysugaras készülékek esetén a méréseket manuálisan végezzük el. Hátránya, hogy a mérések során a fényforrás intenzitása és a detektor érzékenysége ingadozhat, ezért ezeket a készülékeket általában ugyanazon a hullámhosszon, ugyanazon komponensek sorozatban történő mérésére használhatjuk. [11]

14–5. ábra. Az egysugaras spektrofotométer elvi felépítése [19]



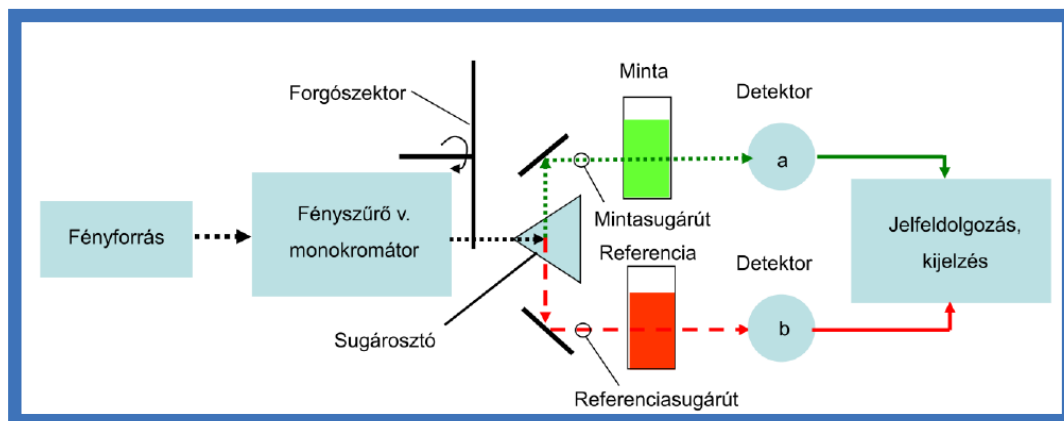
A kétsugaras készülékek esetén lehetőségünk van egy-, vagy kétdetektoros megoldás alkalmazására. A kétsugaras készülékek használatával kompenzálható a fényforrás lassú intenzitás-változása és lehetőségünk van a teljes spektrum felvételére is. Az egydetektoros készülékekben a méréseket időosztásban végezzük el forgó tükörszektor segítségével, úgy hogy a minta és a referencia sugárút elkülönítésre kerül. [11]

14–6. ábra. A kétsugaras, egydetektoros spektrofotométer elvi felépítése [20]



A kétsugaras, két-detektoros megoldású készülékek esetén a mérés egyidejűleg történik a minta és a referencia sugárútban. Az egyidejű méréssel kompenzálható a fényforrás gyors és lassú ingadozása, valamint alkalmas teljes spektrum felvételére. [11]

14–7. ábra. A kétsugaras, egydetektoros spektrofotométer elvi felépítése [11]

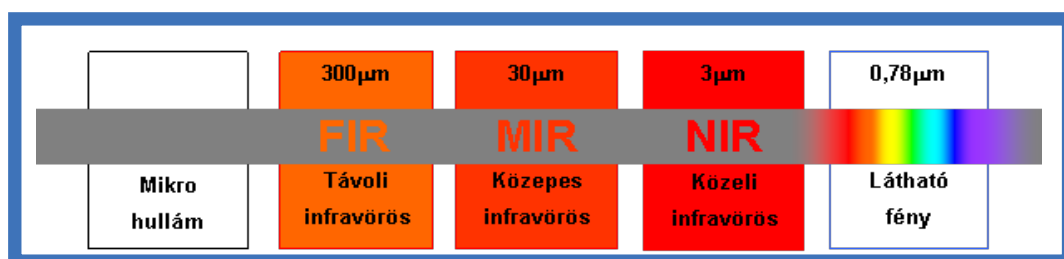


14.3.3. Infravörös spektroszkópia

Az infravörös spektroszkópia elméleti háttere

Az IR-spektroszkópia analitikai alkalmazása során az elektromágneses sugárzás infravörös tartományát három részre osztjuk: a közeli infravörös (800–2500 nm; NIR - near infrared), a közép-infravörös = ún. analitikai infravörös (2500–25 000 nm; MIR – middle infrared) és a távoli infravörös (25 000–300 000 nm; FIR – far infrared) tartományokra. [21]

14–8. ábra. Az infravörös tartomány felosztása [21]



Az infravörös sugárzás elnyelésekor a molekulák rezgési és forgási állapotai gerjesztődnek. A közepes infratartományban jelentkeznek a rezgésekhez kapcsolódó elnyelések, mivel ezen állapotok gerjesztése igényli a legtöbb energiát. A közepes infratartományt analitikai infratartománynak is nevezik. Ezzel szemben a forgási állapotok gerjesztésére kisebb energia szükséges, így azok a távoli infra- vagy mikrohullám-tartományban jelentkeznek.



A készülékek elvi felépítése az UV–VIS spektrofotométerekéhez hasonló. Izzó szilárd testeket használhatunk sugárforrás gyanánt. Közepes infratartományban 1100 °C-ra hevített SiC-szálat, a közeli infrában wolframszalag lámpát, míg a távoli infratartományban nagy nyomású higanyív sugárforrást használhatunk.

A küvettákkal szembeni elvárás az infrasugárzás-áteresztőképesség. Kvarc és üveg alkalmazása helyett a küvetta ablakai ebben az esetben alkáli-, vagy alkáliföldfém-halogenidekből (NaCl, LiF, CaF_2 , KBr) készülnek. Abban az esetben, ha a készülékünk prizmás felbontású, magát a prizmát is alkáli-, vagy alkáliföldfém-halogenidekből készítik.

Folyadékok vizsgálata során nehézséget okoz a küvettavíz oldhatósága valamint az, hogy a legtöbb szerves oldószer jelentős IR-elnyeléssel rendelkezik. A mintaoldásra pl. szén-diszulfid alkalmas, melyek fényelnyelése nem zavarja a meghatározást.

Fotocellák, fotoelektron-sokszorozók nem alkalmazhatóak a detektálás során, mivel 1200 nm-nél hosszabb hullámhosszúságú sugarak energiája már nem lesz elegendő a fotoelektronok kilépésére. Helyettük piroelektromos tulajdonságú deuterált-triglicerid-szulfát (DTGS) anyagú detektorok terjedtek el a közép és távoli infratartományban. Az analitikai infratartományban Hg-Cd-Te lámpát is gyakran alkalmaznak, míg távoli infratartományban termisztorok használata is elterjedt.

Gyakorlati alkalmazás

A C-, S-tartalom meghatározásának alapelve az infravörös abszorpció. Az infravörös spektroszkópia az egyik leggyakrabban használt analitikai módszer gáz, ill. szilárd halmazállapotú minták (pl. acélok, ötvözetek, kőanyag-halmazok, talajok) karbon-, és kéntartalom meghatározására.

A mintát kerámia tégelybe mérve, égésgyorsító segédanyagok hozzáadása után, oxigénáramban, indukciós kemencében hevítjük. A hevítés során a minta széntartalma szén-dioxiddá (és szén-monoxiddá), kéntartalma pedig kén-dioxiddá égve felszabadul. E gázok jellemző és pontosan meghatározható hullámhossznál megfigyelhető infravörös elnyeléssel rendelkeznek, így mennyiségük IR-detektorral meghatározható.

14–9. ábra. LECO 844 típusú C-, S-elemző készülék – kemencetér és szoftver [22]



Ezen hullámhosszak energiája akkor abszorbeálódik, amikor a gáz áthalad a mérőcellákon, amelyek az IR-sugárzást át bocsátják. Egy megfelelő, pontos hullámhossz-szűrővel minden más infravö-

rös fényt kizárunk, így az IR-fény elnyelése csak a CO/CO₂-nak, illetve SO₂-nak tudható be, amelyek koncentrációit a detektoron mérhető IR-fény intenzitásának csökkenéséből határozhatunk meg. Ugyanazt a cellát használjuk referenciaként és mérőkamraként is. Az összes, ill. a CO/CO₂-ként megjelenő széntartalmat, valamint az összes, SO₂-ként megjelenő kéntartalmat nyomon tudjuk követni és adott időszak alatt megmérni.[21]

14–10. ábra. LECO 844 típusú C, S elemző készülék [22]



A mérés során kapott abszorpciókat ismert szén-, és kéntartalmú tanúsított referenciaanyagok elméleti értékeihez hasonlítva kapjuk meg a minta szén-, és kéntartalmát.

14.4. ATOMSPEKTROSKÓPIAI MÓDSZEREK

A klasszikus és kisműszeres analitikai vizsgálatok (gravimetria, titrimetria, spektrofotometria) időigényessége is indukálta az atomspektroszkópiai módszerek létrejöttét, amelyeknek mintaelőkészítése egyszerű és gyors, az eredmények a felhasználók számára rövid idő alatt a rendelkezésre állnak. A felhasználók további igényeként jelentkezett, hogy nagyon pontos nyomelem-összetételt vártak az analitikai mérőeszközöktől. Az optikai emissziós spektrometria ideális módszer ezekhez az elemzésekhez. A széles lineáris dinamikus tartomány (5–6 nagyságrend) lehetővé teszi nyomelemek és mellékalkotók egymás mellett történő meghatározását további hígítási vagy előkoncentrálnálási technikák alkalmazása nélkül, így nemcsak idő, hanem költséghatékony működést tesznek lehetővé a minta előkészítése és elemzése során egyaránt.

A műszeres módszerek előnyei:

- ◆ érzékenység (nyom- vagy ultra-nyomanalízis is lehetséges),
- ◆ szelektivitás (csekély zavaró hatás),
- ◆ reprodukálhatóság (megbízhatóság),



- ◆ kis mintaigény (ml vagy mg vagy kevesebb),
- ◆ miniaturizálhatóság,
- ◆ gyorsaság (automatizálható, gyors mérési sebesség).

A műszeres módszerek hátrányai:

- ◆ jelentős költségek,
- ◆ összetett működés,
- ◆ rendszeres karbantartás szükséges.

14.4.1. Abszorpciós módszerek [23]

Elméleti háttér

Az atomabszorpciós módszerek során elsősorban termikus energia segítségével alapállapotú szabad atomokat állítunk elő, majd az így létrehozott atomok által elnyelt (abszorbeált) elektromágneses sugárzást (fényt) vizsgáljuk. Ebből a sugárzásból, mely egy külső fényforrásból származik, az atom a gerjesztési energiájának megfelelő hullámhosszúságú fotont elnyeli és így gerjesztett állapotba kerül (elektrongerjesztés). A sugárzás azon része, mely nem fordítódik a gerjesztésre, tovább halad a detektor felé, ahol így fényintenzitás-csökkenést mérünk (adott hullámhosszon). Ez a fényintenzitás csökkenés egyértelmű kapcsolatban áll a fényelnyelést okozó atomok koncentrációjával.

Az atomok abszorpciós spektruma éles vonalakkól áll (vonalas szerkezetű). E vonalak meghatározott hullámhossznál jelentkeznek és nagyon kicsi, közel 0,001 nm a félértékszélességük. A kis vonalszélesség miatt a különböző elemek jellemző vonalai között nagyon kicsi az átfedés lehetősége.

Vagyis egy adott elem legjobb vonalának hullámhosszán a többi atom elnyelésének nagyon kicsi a valószínűsége. Ezért az atomabszorpciós módszerrel összetett, sok elemet tartalmazó minták is elemezhetők az elemek kémiai elválasztása nélkül. Egy atomspektrum nagyszámú vonalai közül rendszerint csak a legkisebb gerjesztési energiával rendelkező vonalat használjuk fel a mennyiségi elemzésre.

Az atomabszorpciós vizsgálatokhoz szükséges szabad, alapállapotú atomokat többféle módon (lángban, grafitkemencében) állíthatjuk elő. Ha a lángban történik a minta atomizálása, akkor lángatomabszorpciós spektrometriáról (FAAS) beszélünk.

A vizsgálandó mintát beporlasztjuk a lángba (2000–3000°C). A lángba bejutott cseppek több lépésben a hőenergia hatására átalakulnak, szabad atomok keletkeznek, melyek megfelelő hőenergia hatására gerjesztődhetnek, sőt ionizálódhatnak is. A méréshez használt készülék felépítése az atomemissziós készülékek felépítéséhez hasonló. A megvilágító fényforrás (vájtkatódlámpa, 14–11. ábra) fénye áthalad a lángon, ahol találkozik a meghatározandó elem alapállapotú atomjaival, majd egy monokromátoron keresztül a fényérzékelő detektorba jut. A monokromátor feladata a láng saját emissziójának kiszűrése, a vizsgált elem rezonanciavonalának kiválasztása. A detektor (legtöbbször fotoelektron-sokszorozó) a kimenő jelet erősíti.



Fényforrás

Az atomok keskeny abszorpciós vonalai szükségessé teszik egy speciális fényforrás használatát, amely intenzív vonalas spektrumot tud előállítani ebben a keskeny abszorpciós tartományban. A vájtkatód lámpa (más néven: üregkatód lámpa) megfelel az utóbbi követelményeknek, a vizsgált elem elnyelésének megfelelő hullámhosszúságú vonalas színeképet szolgáltat. Ezek a fényforrások általában egyelemesek (a katód csak egyféle elemet tartalmaz), tehát a különböző elemek meghatározásánál cserélnünk kell a fényforrást, de a kereskedelemben már kapható többelemes lámpa is, amelynek katódja két vagy akár hat elemet is tartalmazhat.

14–11. ábra. Üreges vájtkatód lámpa



A láng, mint atomizáló közeg előnye, hogy viszonylag egyszerűen és olcsón előállítható, továbbá reprodukálható eredményeket szolgáltat. Hátránya, hogy nagy anyagmennyiséget (néhány cm^3) igényel, és a mérendő elemek tartózkodási ideje a (fényelnyelés szempontjából) vizsgált lángrészen viszonylag kicsi, ami korlátozza a módszer érzékenységét.

Az érzékenység növelésére vezették be az elektrotermikus atomizálást. A grafitkemencés atomabszorpciós spektrometriában (GFAAS) az atomizálás egy elektromosan felfűtött grafitcsőben történik. A grafitcsőbe bevitt oldatok, vagy szilárd minták a felfűtés során először elpárolognak, később termikusan atomjaira disszociálnak. A grafit igen nagy hőmérsékletig hevíthető, jól megmunkálható elem. A felfűtés számítógéppel vezérelt, pontos hőmérsékletprogramozással történik, ami négy részből áll: szárítás, hamvasztás, atomizálás és kiégetés. A GFAAS előnye az FAAS-val szemben a nagy érzékenységén kívül, kicsi mintaigénye, ami néhány (5–100) mikroliter.

Az atomabszorpciós technikák alkalmazása széleskörű minden olyan területen, ahol kis koncentrációban jelenlevő fémek mennyiségi meghatározása a feladat (pl. talaj-, víz-, levegőminták, ötvözetek, fémek, élelmiszerek, biológiai eredetű minták vizsgálata, stb.).

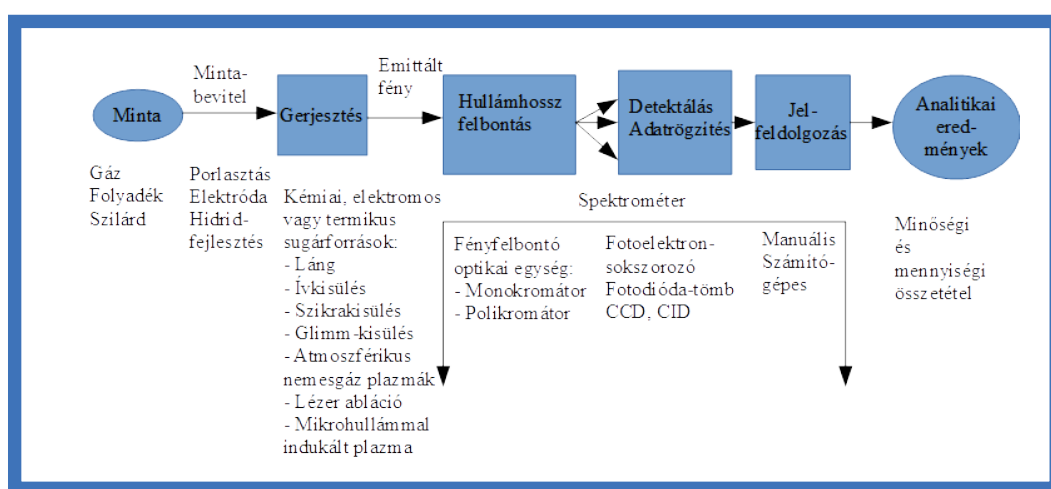
14.4.2. Emissziós módszerek

Az optikai emissziós színeképlemezést elsősorban elemanalitikai módszerként alkalmazzuk. A vizsgálandó minta anyagát, amely lehet gáz, folyadék és szilárd, valamilyen típusú mintabeviteli eszközzel



a spektroszkópiai sugárforrásba juttatjuk, ahol megtörténik az anyag elpárolgása, atomokra bontása, gerjesztése és ionizációja. A plazmából kisugárzott fényt a mai modern készülékekben optikai rácscsal hullámhossz szerint felbontjuk (a fényfelbontás fényelhajlás és interferencia jelenségével jön létre), majd detektáljuk. Ily módon megkapjuk a sugárforrás kisugárzási intenzitásának hullámhossz szerinti eloszlását, amelyet emissziós színeknek nevezünk. Manapság fényelektromos detektálással működő spektrométereket használunk monokromátorral, polikromátorral, és képalkotó detektálási móddal. Az analitikai eredmények lehetnek kvantitatív, fél-quantitatív, kvalitatív jellegűek. Ezeknél a berendezéseknél a mérési adatgyűjtést és feldolgozást számítógépes szoftver végzi.

14–12. ábra. Atomemissziós spektroszkópia folyamatábrája



Az ábrán azt láthatjuk, hogy a különböző emissziós módszerek alapfolyamata ugyanaz, különbség a minta formájában, a mintabevitel módjában, a gerjesztés típusában van.

14.4.3. Az atomspektroszkópiai módszerek elméleti háttere

Az atomspektroszkópiához tartozó mindhárom módszer esetében (emissziós, abszorpciós, fluoreszcens módszer) az anyagot nagy hőmérsékletű gázállapotban vizsgáljuk. A módszerek egyik előnye, hogy viszonylag egyszerű berendezésekkel ppm, sőt egyes esetekben ppb koncentrációtartományban vizsgálódhatunk.

Az emisszió során a gerjesztett állapotba került atom fölös energiáját fény formájában kibocsátja, miközben visszatér alapállapotba. Az elemek külső elektronhéján létrehozott diszkrét energiaváltozások következtében létrejövő elektromágneses sugárzást detektáljuk. A külső elektronok gerjesztéséhez a vizsgálandó mintát atomos gázhalmazállapotba kell hozni. A külső héj elektronjának két, E_2 és E_1 energiájú állapota közötti átmenet (5) egy fénykvantumnak felel meg. [24]

$$h \cdot \nu = h \cdot \frac{c}{\lambda} = E_2 - E_1, \quad (5)$$



ahol:

h = Planck-állandó, $6,626 \times 10^{-34}$ Js,

ν = a sugárzás frekvenciája, Hz,

λ = a sugárzás hullámhossza, nm,

c = fénysebesség, m/s.

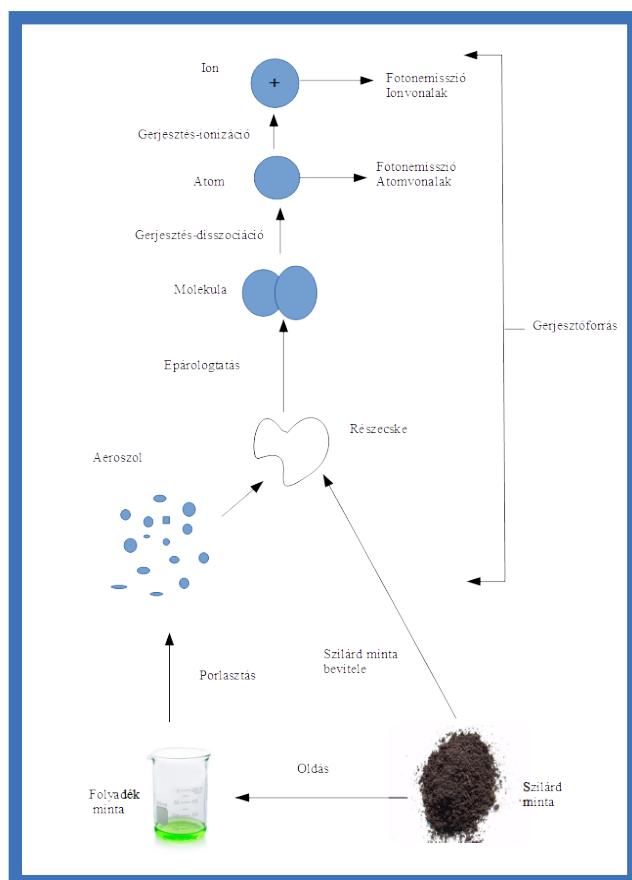
A gerjesztés

A spektrokémiai sugár-, ill. gerjesztőforrásoknak az optikai színekélelemzésben fontos szerepük van. A sugárforrásokat többféleképpen csoportosíthatjuk:

- ◆ analitikai feladatok alapján (fémek, porok, gázok, stb. elemzése),
- ◆ energiaközlés módja szerint (elektromos, kémiai, termikus energiaforrások),
- ◆ kimutatási teljesítőképességük alapján.

A gerjesztőforrás hatásmechanizmusa egymástól jól elkülöníthető folyamatokra bontható, amelyet a lenti ábrán követhetünk nyomon.

14–13. ábra. Gerjesztőforrás hatásmechanizmusa



Első lépésben a mintarészecskék elvesztik víztartalmukat, majd tovább melegedve elpárolognak. A mintagőzőkből a sugárforrás gerjesztési zónáját elérve a mintát alkotó molekulák egy része szabad atomokra disszociál. Az atomos gőzben keletkező atomok a részecskék ütközése révén elegendően nagy energiához jutnak ahhoz, hogy gerjesztett állapotba kerüljenek. Ha ionizáció révén a sugárzó térben a részecskék nagy része töltött állapotba kerül, tehát ionok és elektronok vannak túlnyomó részt jelen, akkor plazmaállapotról beszélünk. Az emittált sugárzás – amely független a gerjesztés módjától – hullámhossz szerint felbontott sugárzása szolgáltatja az analitikai jelet. A kapott spektrum színekpvo-
nalakban rendkívül gazdag.

A színekpvoalak intenzitása arányos az elem mennyiségével, ill. koncentrációjával a mintában, ez teszi lehetővé a mennyiségi elemzést. Ez utóbbi, ismert, a mintához hasonló összetételű minták alkalmazásával, kalibrálással történik.

A mintagőzők létrehozása és a gerjesztés ugyanabban a sugárforrásban is végbemehet (ív, szikra-gerjesztés) vagy külön, pl. a lézerablációval. A tulajdonképpeni gerjesztés mindig a plazmában történik.

14.4.4. Szikragerjesztésű és induktív csatolású plazma optikai emissziós spektrometria

A szikragerjesztésű és induktív csatolású plazma optikai emissziós spektrometria nagyon hasonló folyamattal leírható atomspektroszkópai módszerek, fő különbség abban rejlik, hogy a szikra-OES alapján egy roncsolásmentes, szinte alig igényel mintaelőkészítést, míg az ICP-OES technika egy roncsolásos, mintaelőkészítést igénylő analitikai módszer.

Az ICP-OES készülékkel jellemzően azon vizsgálati igények elégíthetők ki, ahol nincs szükség azonnali vizsgálati eredményre, és ahol a beszállított minták ultranyomelem vagy akár főalkotó mennyiségét ($< 0,00\% - 1,0\%$) akarják ismerni.

A szikra-OES spektrométert ott használják, ahol a megrendelőnek gyors – pár perces – eredményközlésre van szükség, és ahol nem feltétlenül egy nagyon pontos összetétel meghatározására van igény, hanem egy megbízható, kevésbé pontos, „tájékoztató jellegű” eredménnyel is elégedett, a hangsúly a gyorsaságon van.

Az 14-1. táblázatban a hasonlóságokat és különbségeket foglaltuk össze a minta típusától, egészen a detektálás módjáig.



14-1. táblázat. A szikra-OES és ICP-OES jellemzőinek összehasonlítása

Jellemzők	Szikra-OES	ICP-OES
Minta típusa	szilárd (+beszártott oldat)	folyadék
Mintabevitel módja	porlasztás, lokális a minta felületéről	porlasztás, pneumatikus vagy ultrahangos
Gerjesztés	szakaszos elektromos kisülés	nagyhőmérsékletű plazma
Fényfelbontó optikai egység	polikromátor	polikromátor, monokromátor
Detektálás módja	fotoelektron-sokszorozó (PMT)	fotoelektron-sokszorozó (PMT), CCD/CID detektor
Hőmérséklet	5000–10000 K	6000–10000 K
Elektron koncentráció	közepes, $< 10^{14} \text{ cm}^{-3}$	nagy, $10^{14}–10^{16} \text{ cm}^{-3}$
Atmoszféra	argon	argon
Spektrum	atom és ionvonalak	atom és ionvonalak
Analitikai jel	nem stacioner, integráló jelfeldolgozás szükséges	stacioner

Mintabeviteli egységek és a sugárforrás

Az optikai emissziós spektrométerek egyik legfontosabb része a sugárforrás. A sugárforrásban lejátszódó folyamatok alapvetően meghatározzák az emittált fénysugárzás minőségét, ami alapvetően befolyásolja a kapott analitikai információt. A sugárforrások általában tartalmazzák a mintabeviteli egységet.

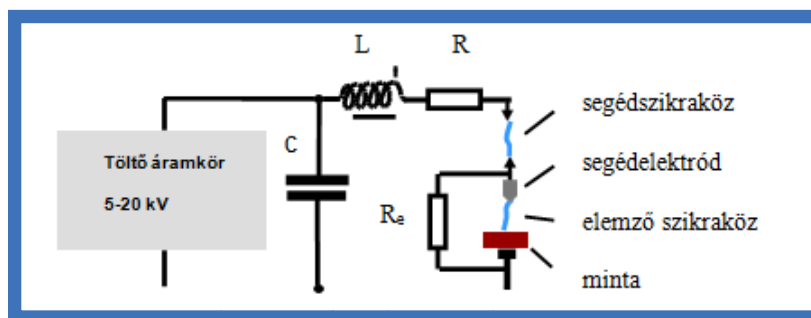
(A fejezetben tárgyalt ARL 3460 B típusú szikra-OES, és Agilent 5110 VDV típusú ICP-OES készülékek, ill. képek a Dunafer Labor Nonprofit Kft. laboratóriumában találhatóak, ill. készültek.)

Szikra-OES

Az elektromos szikra legalább két elektród közötti, rövid ideig tartó kondenzátor kisülés. A szikráram 5–20 kV nagyságrendű feszültségre töltődött kondenzátorból származik (14–14. ábra). Ha rövid impulzusokból álló szikrakisülések sorozatával végezzük a vizsgálati minta párologtatását és gerjesztését, akkor ezekben a gyorsan lezajló termikus folyamatokban kevésbé érvényesülnek részleges elpárolgási folyamatok, vagy más, elemek közötti hatások.



14–14. ábra. Nagyfeszültségű szikragenerátor [25]



ahol:

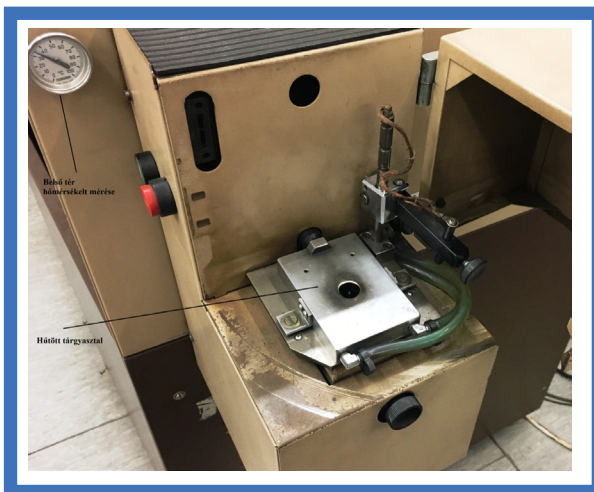
C = kondenzátor,

R = soros ellenállás,

R_e = ellenállás,

L = induktivitás.

14–15. ábra. ARL 3460 B típusú szikra–OES gerjesztő és mintabeviteli egysége



A szikrakisülés nagy hőenergiája felmelegíti a mintát ezáltal a fémasztalt is, amelyen a minta elhelyezkedik. Az asztal hűtése zárt vízkörű hűtéssel történik, az asztaltól elvont hőt a rendszer a környezetnek adja át a hozzá kapcsolódó szivattyú és hűtőrendszer segítségével. A vákuum alatt működő spektrométer és az argonnal átöblített mintatér között optikai lencse található. Az optikai lencsét fűteni kell, hogy elkerülhető legyen káros kondenzátum képződés a felületen. A 14–15. ábrán az ARL 3460 B típusú szikra–OES készülékének gerjesztő és mintabeviteli egysége látható.

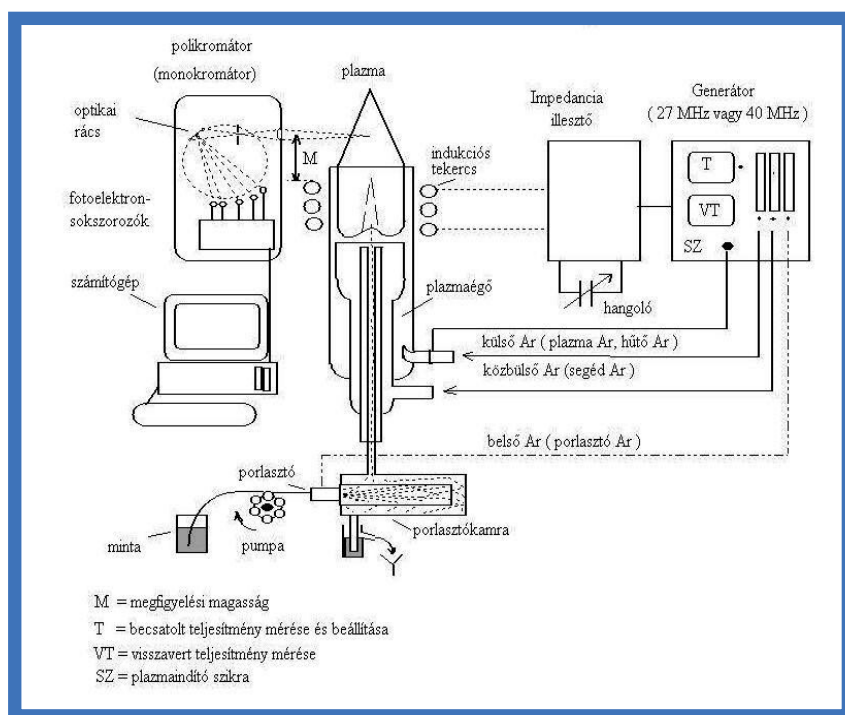
A szikrakisülésen alapuló módszerek nagy hátránya, hogy kifejezetten egy adott fém, vagy ötvözet típus elemzésére alkalmasak, így használatuk gazdasági szempontból csak olyan laboratóriumok számára éri meg, amelyek igen nagy számban vizsgálnak azonos összetételű anyagmintákat.

ICP–OES

Az induktív csatolású nagyfrekvenciás plazma elektród nélküli kisülés, nagyfrekvenciás (27 vagy 40 MHz) generátor tekercsében induktívan gerjesztett plazma. A nagyfrekvenciás kisülést Tesla-árammal kell begyújtani, hogy az alkalmazott argongáz ionizációja beinduljon. A 14–16. ábrán az ICP–OES készülék általános felépítése látható.

Az impedancia-illesztő egységhez 2–3 menetes vízhűtéses (megjegyzés: alkalmaznak levegőhűtéses modelleket is) indukciós tekercs kapcsolódik. Ebbe helyezzük el a három koaxiális kvarccsőből kialakított plazmaégőt, amelyben három argon gázáramot alkalmazunk. A külső argon, plazmagáz vagy hűtő argon (12–15 l/min) alkotja a plazmát és távol tartja a plazmát a plazmaégőtől. A közbülső gázáramot (1–2 l/min) használjuk a plazma mintához igazodó beállításához. A belső gázárammal (0,5–1 l/min) porlasztjuk mintát és szállítjuk a plazmába.

14–16. ábra. Az ICP–OES készülék általános felépítése [21]



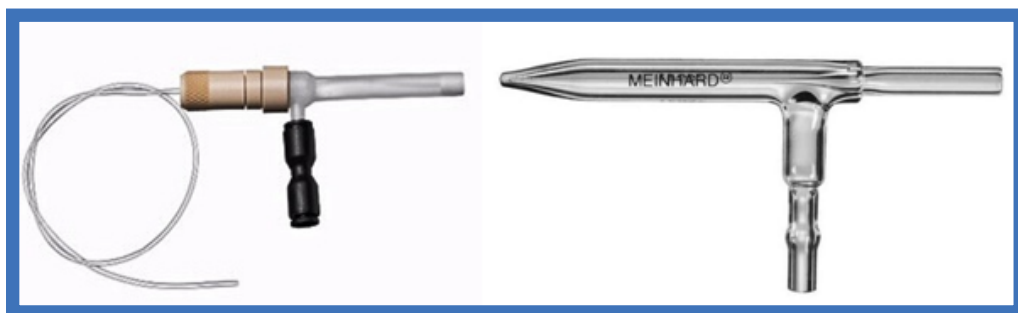
Az induktív csatolású plazma toroidális szerkezetű. A plazma tengelye irányában argon gázugárral bevitt minta kb. 10000 K hőmérsékletű belső zónán haladva atomizálódik, ionizálódik és gerjesztődik. A minta gerjesztett részecskéi az indukciós tekercs feletti, körülbelül 8000 K hőmérsékletű plazmában intenzíven sugároznak.

Az ICP–OES készülékek alapvetően két leképezési módszert és annak kombinációit alkalmazzák: (i) radiális leképezés, (ii) axiális leképezés és (iii) kombinált radiális és axiális leképezés. A radiális leképezés technikailag egyszerűbb, de rosszabb kimutatási határokat eredményez.

Az axiális leképezés technikailag összetettebb, de kb. egy nagyságrenddel jobb kimutatási határokat kaphatunk. A kombinált technika kihasználja mindkét módszer előnyeit.

A folyékony halmazállapotú mintákat leggyakrabban porlasztás segítségével juttatjuk be a plazmába. Erre a pneumatikus porlasztás a legelterjedtebb és egyben legrégebbi módszer. A porlasztás során a folyadékból nagy sebességű gázáram segítségével mikroméretű ($> 5 \mu\text{m}$) aeroszol cseppeket állítunk elő. A porlasztógáz legtöbb esetben argongáz. Az aeroszol-képzést porlasztórendszer végzi, melynek két fő egysége a porlasztó és a ködkamra. A porlasztók működésének elve alapján beszélhetünk (i) pneumatikus és (ii) ultrahangos porlasztórendszerrel. A leggyakrabban alkalmazott pneumatikus porlasztó az ún. Meinhard-típusú koncentrikus porlasztó (14–17. ábra), melynek porlasztási hatásfoka 1–2% körül mozog.

14–17. ábra. Agilent ONE-NEB (bal oldal), Meinhard típusú koncentrikus porlasztó (jobb oldal)



A ködkamra kialakítása befolyásolja a porlasztó által létrehozott aeroszol cseppméretének eloszlását. A ködkamrából a minta a plazmába argon vivőgázzal elkeveredve jut be.

Hullámhossz-felbontási lehetőségek, optikai rendszerek

A mai modern optikai spektrométerekben a fénysugárzás felbontására kizárólag optikai rácsokat használnak, amelyek a fényelhajlás és az interferencia jelensége alapján bontják fel hullámhossz szerint a keveréksugárzást. Az echelle-rácsoknak (fényvisszaverő rácsok) nagyon jó a felbontása, kedvezőbb vonal/háttér viszonyú színeképeket lehet létrehozni, mint prizmával.

A spektrométerek optikai rendszere kétféle elrendezésű lehet:

- ◆ síkrácsos elrendezésű – monokromátor,
- ◆ homorú rácsos elrendezésű – polikromátor.

A szikra spektrométerek Pashen–Runge-polikromátorral vagy echelle-rácsos polikromátorral készülnek. Az ICP–OES spektrométerek optikai rendszere lehet síkrácsos elrendezésű monokromátor, homorú rácsos Pashen–Runge polikromátor vagy echelle-rácsos polikromátor.

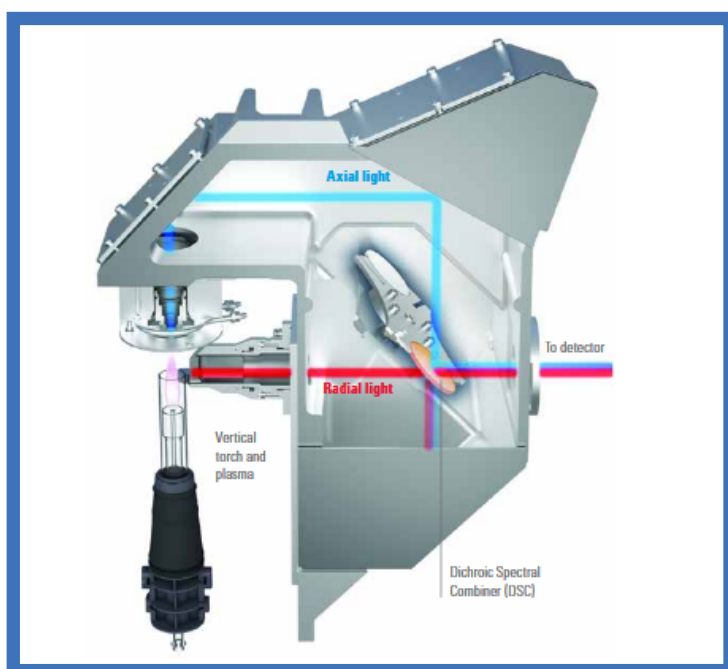
A manapság használatos polikromátorok Paschen-Runge elrendezés szerinti felépítésűek, ahol a sugárforrás fénye a belépő résen keresztül lép be, majd a konkáv rácson megtörténik a fénysugárzás hullámhossz szerinti felbontása. A különböző hullámhosszúságú fénykomponensek egyszerre, egy időpillanatban lépnek ki a kilépő réseken át a detektorhoz. Így lehetőség nyílik az összes mérhető elem egyidejű detektálására. Ezt a spektrométer-rendszert polikromátoros elrendezésnek, szimultán spektrométernek nevezzük.

ICP–OES

Napjainkban az ICP–OES készülékek gyártásánál a nagyméretű fotoelektron-sokszorozó elvesztette korábbi jelentőségét. A kisebb teljesítményű ICP–OES spektrométerek síkrácsos elrendezésű monokromátorral és soros elrendezésű CCD (charge-coupled device, azaz töltés-csatolt eszköz) detektorral készülnek. A nagyteljesítményű ICP–OES készülékek echelle-polikromátorral és mátrix elrendezésű CCD/CID (Charge Injection Device, azaz töltés injektálásos eszköz) detektorral, vagy Paschen–Runge polikromátorral és soros elrendezésű CCD-detektorokkal készülnek.

Az Agilent kombinált leképezési megoldása egyedülálló (14–18. ábra). A sugárválasztó rendszer három beállítást: (i) radiális, (ii) axiális és (iii) egyidejű radiális és axiális leképezést tesz lehetővé. Az egyidejű radiális és axiális leképezésnél a készülék a két sugarat egy sugáregyesítő optikai elemmel egymás fölé vetíti a polikromátorba és egyidejűleg jeleníti meg a CCD detektoron. Ezzel a megoldással a két leképezéssel kapott intenzitások egyidejűleg mérhetőek, nem igényelnek külön mérési időt.

14–18. ábra. Agilent 5110 VDV axiális/radiális leképezése [26]



ahol:

axial light = axiális fénysugárzás,

radial light = radiális fénysugárzás,

vertical torch and plazma = vertikális elrendezésű plazmaégő és plazma,

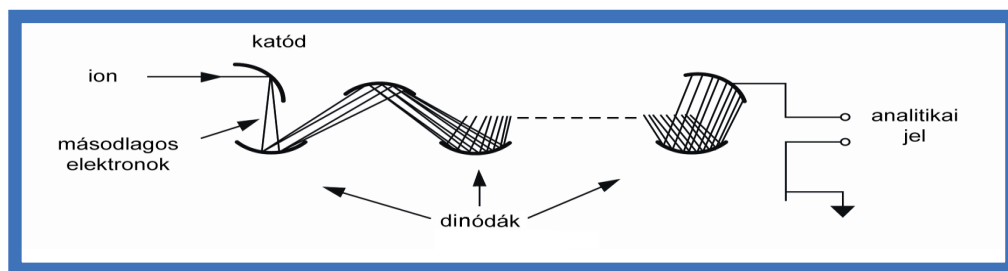
to detector = detektor felé,

dichroic spectral combiner = axiális/radiális sugáregyesítő.

Detektálási módok

A szikra–OES készülékek egy részében ma is fotoelektron-sokszorozó detektorokat alkalmaznak. A fotoelektron-sokszorozók az ultraibolya, látható és közeli infravörös tartományban használható, nagyon érzékeny detektorok. Ezek a detektorok megsokszorozzák a fotonok által keltett elektronokat és ezzel akár 5–6 nagyságrend erősítést érnek el.

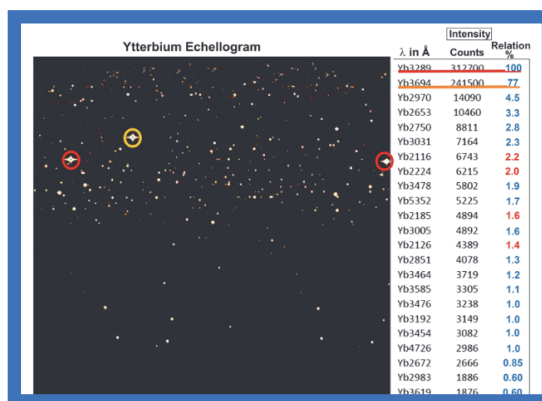
14–19. ábra. Az elektronsokszorozók sematikus felépítése



A jelenleg gyártott ICP–OES készülékekben kizárólag soros vagy mátrix elrendezésű CCD és CID félvezető, képalkotó detektorokat alkalmaznak. A kb. 15 μm -es pixel méretű detektorral kb. 5 μm -es felbontást tudnak elérni úgy, hogy a detektor egyidejűleg látja a spektrumvonalat és a környezetét.

A nagyon gyakran használt echelle polikromátoros készülékekben CCD/CID mátrix detektorokat alkalmaznak, ami lefedi a teljes echellogramot, ezzel az összes spektrumvonal elérhető egyidejűleg kb. 300 000–400 000 pixelen.

14–20. ábra. Ytterbium Echellogram [27]



*Minőségi és mennyiségi elemzés***Minőségi elemzés**

A modern, gyors válaszjelet szolgáltató szimultán spektrométerek segítségével a periódusos rendszer 60–70 eleme, akár néhány perc alatt, akár egy félkvantitatív elemzéssel megfelelő pontossággal mérhetővé válik. Hasonló a helyzet egy szekvens spektrométer esetében is, azonban itt az elemzési idő akár 15–20 perc is lehet elemszámtól függően. A spektrumok alkotóinak azonosítását emissziós könyvtárrendszerek és különböző matematikai eljárások, ill. e kettő kombinációja segíti.

Mennyiségi elemzés

Az emissziós módszerek relatív elemzési módszerek, azaz ismert összetételű összehasonlító mintákkal (standard oldatokkal, tanúsított anyagmintákkal, referencia anyagokkal) végzett kalibráció alapján szolgáltatnak mennyiségi eredményeket. Fontos, hogy az összehasonlító minták kémiai összetétele a vizsgálati mintakéhoz hasonló legyen.

Szíkra-OES

A mérendő elemek meghatározása belső vonatkoztató vagy belső standard használatán alapuló méréstechnikával történik. Gyakorlatban ez legtöbbször az elemezni kívánt fémötvözet főalkotó komponense, így pl. acélok esetén a vas.

Belső standard módszer

A (6) alapján látható, hogy a két elem (a belső standard, ill. a mérendő elem) intenzitás aránya (I_i/I_j) egyenesen arányos (k) az elemek koncentráció arányával (c_i/c_j). [25]

$$\frac{I_i}{I_j} = k * \frac{c_i}{c_j}, \quad (6)$$

ahol:

c_i = a meghatározandó elem koncentrációja,

c_j = a belső standard koncentrációja,

I_i = a meghatározandó elem intenzitása,

I_j = a belső standard intenzitása,

k = arányossági tényező.

A mérőgörbe felvételekor fontos szabály, hogy a felvételhez használt tanúsított anyagminták elemzését a mintákkal azonos körülmények között kell elvégezni, valamint azok összetétele, illetve fémfizikai állapotuk lehetőleg minél jobban hasonlítson a vizsgálandó mintadarab jellemzőihez.



ICP–OES

Az analitikai mérőgörbe meghatározása során ismert összetételű standard mintasorozattal végezzük el a mérést, majd a kapott jel (intenzitás) értékét a koncentráció függvényében ábrázoljuk. A jel-koncentráció adatpárok felhasználásával, görbeillesztéssel – általában a legkisebb négyzetek módszerével – a mérőkészülék szoftvere kiszámolja az analitikai mérőgörbe függvényének együtthatóit. A mérőgörbe típusa többnyire elsőfokú polinom.

A mérőgörbe segítségével az ismeretlen minta koncentrációja meghatározható a kibocsátott fény-intenzitása alapján. Az analitikai mérőgörbéről kapott koncentrációértékeket a megbízhatósági intervallumnak megfelelő, különböző nagyságú szórás terheli. Az ICP–OES módszer ismétlődésségi szórása az optimális koncentráció tartományban az RSD 1–2%, a meghatározási határnál az RSD 10% körüli érték.

Külső standard módszer

Abban az egyszerű esetben, ha a koncentráció (X) és a jel (Y) közötti összefüggés lineáris, az analitikai mérőgörbe a következő formában írható fel (7):

$$Y = a \cdot X + b, \quad (7)$$

ahol:

a = a kalibrációs egyenes meredeksége (a módszer érzékenysége),

b = az Y-tengely metszete (vakérték).

Amennyiben a kalibrálás n minta alkalmazásával történik, az egyes minták koncentrációja és jelintenzitása X_i , Y_i adatpárokkal jellemezhető (ahol $i=1, \dots, n$).

A mérési eredmények feldolgozását és kiértékelését matematikai-statisztika módszerekkel kell elvégezni.

A külsőstandard-módszer mellett, nehéz-mátrixszal rendelkező mintáknál, pl. szilikátok vizsgálatánál belsőstandard-módszert alkalmazunk (pl., ittrium, indium, ródiom), de elterjedt módszer a standard addíciós módszer is. Ezzel a technikával szintén kiküszöbölhető a minta mátrixhatása. Az egyik legpontosabb eredményt szolgáltatja, de nagyszámú minta elemzésére nem igazán alkalmas, mert költséges és időigényes technika.

A belső standard módszer alkalmazása esetén azt kell biztosítanunk, hogy az analitikai vakoldatban, a kalibráló oldatsorozatban és a mintákban állandó legyen a tényleges mennyisége a kiválasztott belső standardnak.

Mintaelőkészítés a szikra-oes elemzéshez

A vizsgálatra szánt minta felületről 0,4–0,8 mm-es anyagréteget le kell munkálni, egészen olyan mélységig, ameddig úgy ítéljük meg, hogy a minta összetétele a felületkezelés miatt megváltozott. Ha egy



termékszabvány a megengedett dekarbonizáció mélységét megadja, akkor ez az eltávolítandó réteg vastagsága.

A vizsgálatra szolgáló felületet 40–80-as szemcsenagyságú csiszolóvászson használatával simára, síkra kell csiszolni. A vizsgálati minta felületét a mérőgörbe és standardizálásra alkalmazott tanúsított anyagmintáival azonos minőségű csiszolóvászsonnal és azonos körülmények között kell előkészíteni az azonos felületi finomság biztosítására, ill. a minél nagyobb pontosság elérése céljából.

A szikra-OES vizsgálatra csak száraz, szobahőmérsékletű vizsgálati minta kerülhet, amelyet a vizsgálat előtt 30 percen belül készítünk elő. A vizsgálatra előkészített felületet szemrevételezéssel kell ellenőrizni, azon nem lehetnek repedések, zárványok, gázhólyagok. Szemrevételezéssel a szikrafolt felületét is ellenőrizni kell. [29] Az előkészített felülethez szabad kézzel nem szabad hozzáérni, a szennyeződések elkerülése végett. A szikrafolt átmérője megközelítőleg 8 mm. Az ábrán tanúsított acél anyagminták jellegzetes, kör alakú szikrafoltjai láthatók.

14–21. ábra. Szikragerjesztéssel létrehozott jellegzetes szikrafoltok tanúsított acélminták felületén



A 14–22. ábrán egy ARL 3460 B-típusú szikragerjesztésű-OES készülék látható.

14–22. ábra. ARL 3460 B típusú szikra–OES készülék



Egy elemzés három szakaszból áll:

1. *Előöblítés*: ennél egy 3 l/perc-es argonáram öblíti ki az elemzési területet, hogy a minta tárgyasztalra történő elhelyezése miatt visszamaradt levegőt eltávolítsuk.
2. *Előintegrálás*: a nagy energiájú, rövid idejű szikrakisülés megolvasztja a minta felületének egy 5–6 mm átmérőjű részét. Az olvadékban el kell tudjuk érni a minta alkotórészeire vonatkozó legegyenletesebb eloszlást. Ideje: 5–10 másodperc.
3. *Integráció*: itt egy hosszabb ideig tartó, kevésbé energiadús kisüléssel a lehető leghomogénebb plazma előállítására törekszünk. Ideje: 20 másodperc.

Mintaelőkészítési módszerek az ICP–OES elemzéshez

Az ICP–OES készülékeket az esetek legnagyobb részében oldatos mintabevitelrel használjuk. Ez azt jelenti, hogy a mintákat a vizsgálatokhoz oldatba kell vinni. Az acélminták esetén ez általában savakban vagy savelegekben történő oldást jelent. A savas oldást végezhetjük: (i) atmoszférikus nyomáson vagy (ii) túlnyomásos rendszerekben, bombákban, vagy autoklávban. Az oldás, roncsolás sebessége hőmérséklet növelésével növelhető.

Az atmoszférikus roncsolási technika eszközei egyszerűek. Az atmoszférikus roncsolásnál a maximális elérhető hőmérséklet a savelegy forráspontja. A nyitott rendszer miatt az illékony komponensek elveszhetnek.

Az oldás, roncsolás hatékonyabbá tehető zártterű, túlnyomásos roncsolók alkalmazásával. Ezekben a berendezésekben, roncsolóbombákban a megemelt nyomás miatt megnő a roncsoló elegy forráspontja és így a roncsolás hőmérséklete.

A nagyobb hőmérsékleten jelentősen megnő a reakciósebesség, lerövidül az oldási, roncsolási idő. A zárt rendszer miatt csökken a sav-vesztés. A korszerű, zárt rendszerű mintaelőkészítő berendezéseket mikrohullámú hőközléssel készítik. Ezek az ún. mikrohullámú roncsolók, amelyek bonyolult felépítésűek, drágák, de nélkülözhetetlen elemei az oldatos mintaelőkészítésnek.

Acélminták oldása atmoszférikus nyomáson

Az acélminták mintaelőkészítési módszereit tekintve a legtöbb minta előkészítésére javasolt eljárás az acélminta sósavas oldása. A sósav szinte mindenféle típusú acélt képes feloldani, a legtöbb fémalkotó fel is oldódik és oldatban marad, de pl. a foszfor és szilícium esetében van némi hátránya a módszernek.



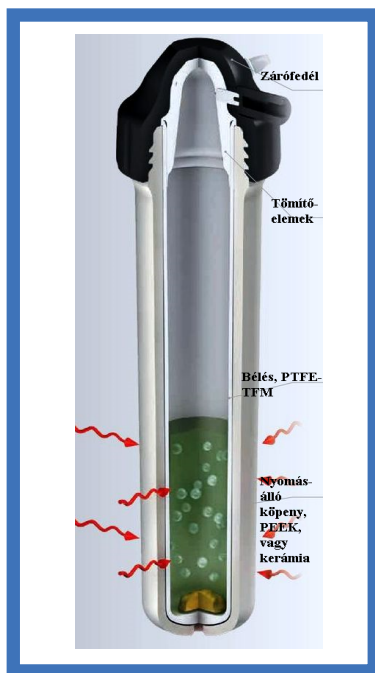
Acélminták oldása mikrohullámú feltárással

A laboratóriumi mikrohullámú roncsolókban multimódú konstrukciót alkalmazunk. A 14–23. ábrán a Dunafer Labor Nonprofit Kft. laboratóriumában is alkalmazott Anton Paar gyártmányú mikrohullámú feltárásedény keresztmetszeti képe látható.

A mikrohullámú módszer nagy előnye, hogy megakadályozza az illékony komponensek veszteségét, valamint kisebb mintatömeg és kevesebb vegyszermennyiség is elegendő a feltáráshoz.

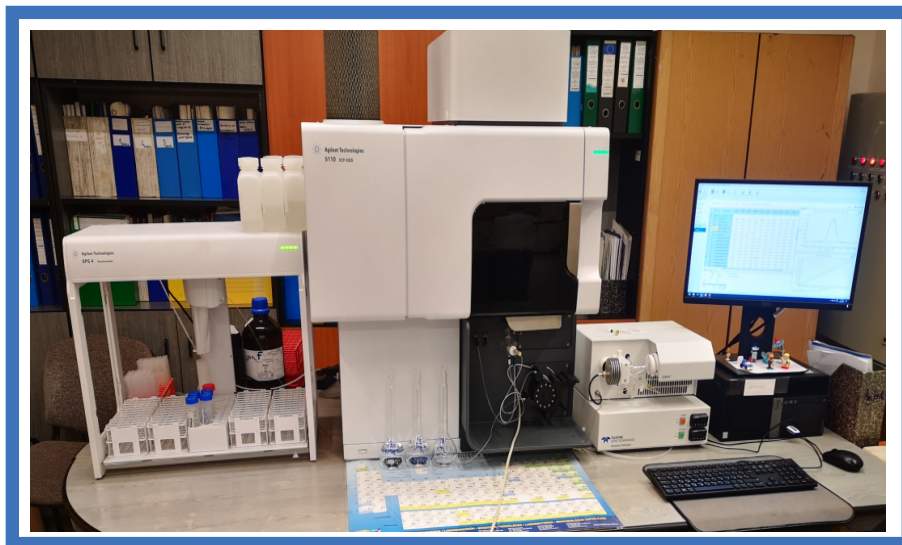
A feltárási program szabályozása történhet hőmérséklet vagy teljesítmény alapján. A legelterjedtebb módszer az, hogy a belső hőmérséklet és nyomás mérése csak egyetlen műanyag edényben történik szenzorok segítségével, ezt kontroll edénynek hívják. A rotorban található többi edény esetén a külső, rotortér hőmérsékletének mérése IR-szenzorral történik. A különböző mátrixú minták feltárása nemzeti és nemzetközi szabványokban leírt módszerekkel történik.

14–23. ábra A mikrohullámú feltárásedény keresztmetszeti képe [30]



A 14–24. ábrán. a Dunafer Labor Nonprofit Kft. Agilent 5110 VDV (vertical dual view) típusú ICP–OES készüléke látható ultrahangos porlasztó egységgel, amely lehetővé teszi számunkra nagyszámú minták vizsgálatát gyors, reprodukálható, és pontos eredményekkel.

14–24. ábra. Agilent 5110 VDV típusú ICP-OES készülék



A készülék a Vista Chip II típusú CCD-detektort használ, ami nagy érzékenységet és a széles dinamikus méréstartományt biztosít.

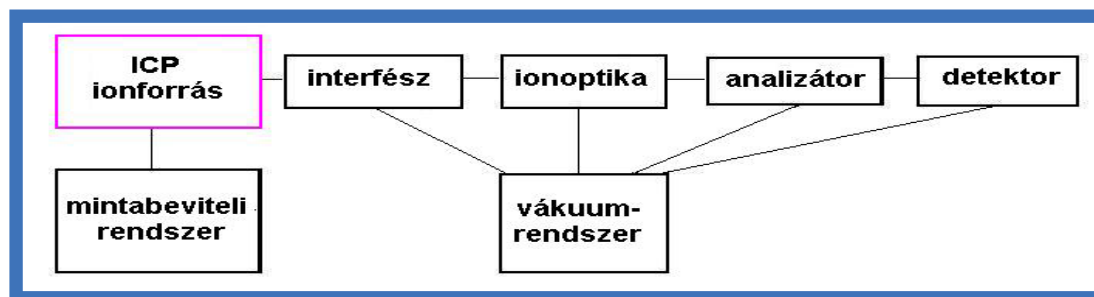
A mintákat egy SPS 4 típusú automata mintaváltó segítségével, perisztaltikus pumpákon keresztül juttatjuk a plazmába.

A mérőműszer dual view – kettős leképezésű – konfigurációja lehetővé teszi, hogy a méréseket egyidőben axiális és radiális módban is elvégezzük, lehetőséget adva arra, hogy kiválasszuk az interferenciamentes vonalakat, ill. azokat az analitikai vonalakat, amelyeknél az ellenőrző acél tanúsított anyagminták mérési eredményei az elméleti referencia értékük elfogadási tartományába esnek, azt minél jobban megközelítik. Ezenkívül a készülék alkalmas csak axiális, ill. csak radiális leképezésre is.

14.4.3. Induktív csatolású plazma tömegspektrometria (ICP-MS) [28]

A tömegspektrometria a molekulák (atomok) ionizációján, majd a képződő ionok relatív tömegének meghatározásán alapuló, nagy hatékonyságú szerkezetvizsgáló és analitikai módszer. Feladata a bejuttatott minták ionizációja, a képződő ionok elválasztása tömeg/töltés (m/z) szerint, valamint a szétválasztott ionok detektálása. A tömegspektrométer fő részei az ionforrás (amely jelen esetben az ICP) a generátorral és a mintabeviteli egységgel, az interfész, az analizátor, a detektor a rotációs és turbomolekuláris pumpák, illetve a kiértékelő egység.

14–25. ábra. Az ICP-MS berendezés sematikus felépítése



Atömegspektrométer részei nagy vákuum (10^{-3} – 10^{-4} Pa) alatt működnek, melyet turbomolekuláris pumpákkal biztosítanak. A nagy vákuumra az ionmolekula-ütközések elkerülésére van szükség. Az analizátorban bekövetkező ütközések módosítanak az ionok repülési pályáit, másrészt az ionok elvesztenék a töltésüket, számos nem kívánt mellékreakció lépne fel. Az ionforrás, azaz az induktív csatolású plazma előállítja a mintából származó ionokat, melyek az interfészen keresztül belépnek a tömegspektrométerbe. Az ionfókuszáló optika az ionokat fókuszálja az analizátor belépőréseire. A tömeganalizátor az ion-nyaláb ionjait szétválasztja tömeg/töltés szerint. A detektor a belépő ionok számával arányos nagyságú jelet ad.

Ionforrás

Az induktív csatolású plazma-ionforrás felépítése megegyezik az ICP–OES-technikánál alkalmazott sugárforrással, csak általában vízszintesen helyezik el. Az ICP azért szolgálhat ionforrásként, mert a kémiai elemek jelentős része (több mint 50 elem) esetén az ionizációs hatások 90% körüli, vagy annál nagyobb a plazma hőmérsékletén. Az ICP–MS-hez gyakorlatilag ugyanazok a mintabeviteli egységek használhatók, mint az ICP–OES-hez.

A vizsgálandó mintából ködkamrás porlasztók vagy a szilárd minták bevitelére alkalmas egységek valamelyikével vagy hidridgenerátorral aeroszolt állítanak elő, mely a plazmába belépve áthalad a plazmaégő különböző hőmérsékletű zónáin. Az aeroszol beszárad, deszolvatálódik, elpárolog, atomizálódik és ionizálódik néhány milliszekundum áthaladási idő alatt. A keletkező ionok túlnyomó többsége pozitív töltésű.

Interfész

Az ionok extrakciója az indukciós tekercs felső részétől néhány tíz mm távolságban történik a plazmából, az interfészen keresztül, az ionok szétválasztására és meghatározására szolgáló tömeganalizátorba. Az interfész két koaxiális kónuszból áll, melyek anyaga általában nikkel, esetleg platina. Az interfész háza jó hővezető fémből készül, a kónuszok intenzív vízűtést igényelnek. A két kónusz közti térrészt rotációs szivattyúval légmentesítik, úgy hogy az itt kialakuló nyomás kb. 250 Pa.



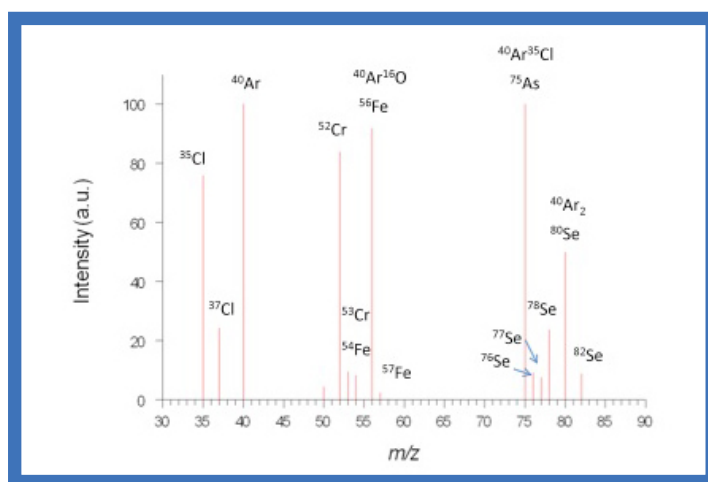
Az ionsugárból az ionoptika az ionokat továbbítja a tömeganalizátor belépő részére. A tömeganalizátorban lévő nyomást egy másik turbomolekuláris szivattyú $5 \cdot 10^{-3}$ Pa-on tartja.

Tömeganalizátorok

A tömeganalizátorok az ionnyaláb ionjait szétválasztják tömeg/töltés szerint. Az ICP–MS-technikánál elterjedten használt tömeganalizátorok a szektor típusú analizátorok, kvadrupol-analizátorok, és a repülésiidő analizátor (time-of-flight = TOF). A tömeganalizátorok jellemzésére a felső (maximális) tömeg határértéke, a transzmisszió (a detektort elérő és a forrásban képződő ionszámok hányadosa) és a felbontás szolgál. A tömeganalizátor felbontása (R) azt fejezi ki, hogy milyen tömegkülönbséggel tud szétválasztani két iont.

Az ábrán egy ICP–MS készülék tömegspektruma látható.

14–26. ábra. ICP–MS tömegspektrum részlet [31]



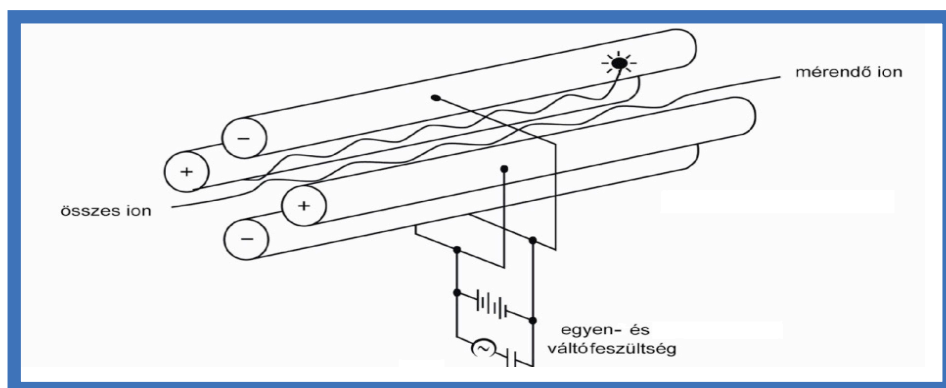
Szektor típusú analizátorok

A szektortípusú analizátorokat fejlesztették ki a legrégebben, analitikai és szerkezetkutatási célokra egyaránt használhatóak, nagy érzékenységgel, nagy felbontással, széles tömegtartománnyal rendelkeznek. Az egyszeres fókuszálású analizátor az ionokat mágneses tér segítségével, a kettős fókuszálású berendezés mágneses és elektromos terekkel választja szét.

Kvadrupol analízátor

A kvadrupol analízátorban az ionok négy, párhuzamos, szimmetrikusan elrendezett kör vagy hiperbolikus keresztmetszetű elektródból álló analízátorba jutnak. A két-két szemben levő henger azonos potenciálú, az egymás mellettiek ellentétes polaritásúak, a két pár között egyrészt egyen-, másrészt nagyfeszültségű váltakozó feszültséget hoznak létre. Egyenfeszültség esetén a pozitív ionok a negatívabb feszültségű rúd felé mozognak, és a kisebb mozgási energiájú ionok hamarabb beleütköznek a rúdba, mint a nagyobb energiájúak. Azonban a DC+AC kombinálásával a rúd potenciálja előjelet vált, mielőtt az ion beleütközne, így eljutnak a detektorig. Az elektromos térben a tengely mentén végighaladni törekvő ionok a tengelyre merőleges rezgéseket is végeznek. Ezek amplitúdója csak akkor nem nő állandóan, ha adott egyenfeszültség, váltakozó feszültségcsúcs és frekvencia esetén az ionok tömege meghatározott tartományba esik. Az instabil ionok az elektródok felé kilépnek az ionsugárból. A feszültség abszolút értékének változtatásával változtatható a stabilis pályákhoz tartozó tömeg, azaz felvehető a tömegspektrum.

14–27. ábra. A kvadrupol tömeganalízátor vázlatos rajza



Repülési idő-analízátor

Az ionforrásban keletkezett különböző m/z -hányadosú ionokat elektromos erőterrel gyorsítják, majd a vákuum alatt lévő, úgynevezett repülési csőbe vezetik, és onnan jutnak a detektorba. Valamennyi ion a t_0 időpillanatban azonos kinetikus energiával lép be a repülési térbe, és a repülési idejük a detektorig a tömegüktől függ. A gyorsító feszültség alkalmazásával azonos kinetikai energiájú ionokat állítanak elő. Az azonos töltésű, kisebb tömegű ionok sebessége nagyobb lesz, rövidebb idő alatt éri el a detektort.

Az ionok detektálása

A detektálás hasonlóan az ICP–OES technikához, fotoelektronsokszorozók alkalmazásával történik.

Az elemenként mérendő izotópok megválasztása

Mint ismeretes, a kémiai elemeknek egy vagy több izotópja van, melyek előfordulási gyakorisága különböző. Az azonos atomszámú, de különböző tömegszámú nuklidokat izotóp nuklidoknak vagy izotópoknak nevezzük. Az izotópok száma megegyezik a protonok és elektronok számával, de különböznek a magban jelenlévő neutronok számától. Pl. a klóratom esetében, az izotópjai természetes előfordulási százaléka ^{35}Cl : 75,77%; ^{37}Cl : 24,23%.

Figyelman kívül hagyva a spektrális zavaró hatásokat, a minél nagyobb érzékenység elérése érdekében a legnagyobb gyakoriságú izotópot célszerű választani. Ez a lehetőség is korlátozott, mivel a periódusos rendszer 21 eleme csak egy stabil izotóppal rendelkezik.

A módszer analitikai teljesítőképessége

Az ICP–MS gyors, multielemes technika. A kimutatási határok az analizátor típusától és a meghatározandó kémiai elemtől függően a 0,001–0,1 mg/l tartományban vannak. Mintegy 8 koncentráció nagyságrendű dinamikus tartomány jellemzi. Néhány ml minta szükséges az elemzéshez. Az 1 g/L-nél nagyobb mátrixkoncentrációjú mintákat hígítani kell. A lehetséges interferenciákat az analitikai módszer kidolgozásánál figyelembe kell venni. Drága a készülék fenntartása a felhasznált nagytisztaságú argon, a kónuszok rendszeres cseréje és a drága alkatrészek miatt.

ALKALMAZÁSI TERÜLET

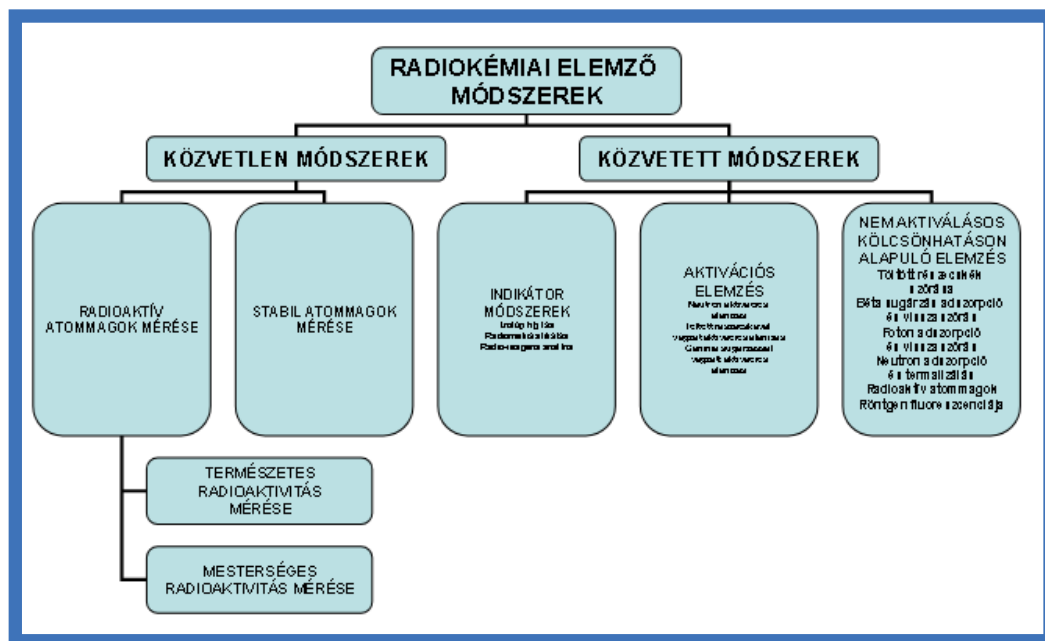
Az ICP–MS műszerek alkalmazása a nyomelemanalitikai és izotópanalitikai laboratóriumokban terjedt el. Elsősorban önálló, oldatmintás mérőműszerként használják, azonban lézerablációs mintabeviteli rendszerrel kiegészítve (LA–ICP–MS) szilárd minták közvetlen elemzésére, elemeloszlásának vizsgálatára is alkalmas, sőt gyakori az alkalmazása elem/izotóp szelektív detektorként HPLC- vagy GC- műszerekhez detektorként kapcsolva is (HPLC–ICP–MS, GC–ICP–MS). A félvezetőipar is előszeretettel alkalmazza az alapanyagok, reagensek tisztaságának ellenőrzésére. [32]

Felmerülhet a kérdés ezek után, hogy melyik mérési technikát, ICP–OES-t vagy ICP–MS-t alkalmazzunk? Válasz: mindenképp a meghatározni kívánt elem koncentrációjától, a kísérő mátrixtól és az igényelt mérési pontosságtól függ. Az ICP–MS-módszernél kapott spektrum egyszerűbb, a módszer érzékenyebb és nem utolsó sorban izotópmérésre alkalmas.



14.5. RADIOKÉMIAI ELEMZŐ MÓDSZEREK [33]

14–28. ábra. Radiokémiai elemző módszerek csoportosítása



A radioaktív bomlások fajtái az α , β és γ -bomlás. Az α -bomlás során a bomló magból egy 4He mag lép ki, melynek során a bomló mag rendszáma 2-vel, tömegszáma 4-gyel csökken. (A tömegszám a magban levő neutronok és protonok számának összege). A β -bomlás során csak a mag rendszáma változik – nő, vagy csökken 1-gyel, tömegszáma változatlan marad, míg γ -bomlás esetén sem a rendszám, sem a tömegszám nem változik, ekkor az atommag egy alacsonyabb energiaszintű állapotba kerülve csak egy elektromosan semleges részecskét, fotont bocsát ki. Definíció szerint az időegységenkénti bomlások száma az illető izotóp aktivitása. Az aktivitás egysége a másodpercenkénti bomlásszám, a Becquerel (Bq) (1 Becquerel = 1 bomlás/sec).

A gyakorlatban a bomlásállandó helyett gyakran a felezési időt használják, ez az az idő, amely alatt a bomlásra kész magok száma a felére csökken. [34]

14.5.1. Aktivációs analízis

Olyan eljárás, melynek során a magok bombázása és átalakulása révén érhető el, hogy radioaktív izotópok keletkezzenek. Mennyiségi és minőségi információkat szolgáltató módszer. Az aktiválás során keletkezhet stabil és radioaktív atommag.



Aktiválás stabil atommag keletkezése közben

Csak a célmagok töredéke alakul át stabil termék keletkezése közben.

Aktiválás instabil (radioaktív) atommag keletkezése közben

Az aktiválás során a prompt–gamma sugárzás nem viszi el a teljes energiafelesleget, így a visszamaradt atommag radioaktív sugárzással szabadul meg az energiafeleslegtől. A keletkezett radioaktív atommagok azonnal bomlanak, de növekvő aktiválási idővel nő az aktivált radioaktív atommagok száma.

Neutron aktivációs analízis (NAA)

Az aktivációs analízis leggyakoribb formája a termikus neutronokkal végzett aktiválás (NAA). A neutronok előállítását történhet magreakcióval, izotópforrással, részecskegyorsítóval.

Aktiválás töltött részecskékkel

Az aktiválás történhet protonokkal, deutronokkal, fotonokkal.

Nyomjelzők radioanalitikai alkalmazása

Radioaktív nyomjelzőanyag alkalmazható folyamatok tanulmányozásához, anyagok nyomon követéséhez, mennyiségi és minőségi elemzéshez. A nyomjelző radioizotóp kiválasztását több paraméter befolyásolja:

- ◆ Fontos, hogy azonos módon kell viselkednie, mint a jelezni kívánt anyag.
- ◆ Megfelelően hosszú felezési idővel kell rendelkeznie a vizsgálati időhöz viszonyítva.
- ◆ A nyomjelző által kibocsátott radioaktív sugárzásnak jól mérhetőnek kell lennie és nem lehet túl költséges.

Néhány eljárás tartalmazza a nyomjelző mintához való hozzáadását és visszanyerését, valamint a nyomjelző mintával történő kölcsönhatását. Ilyen pl. az:

- ◆ izotóphígításos elemzés,
- ◆ telítési elemzés,
- ◆ szubsztöchiometriás elemzés,
- ◆ fordított izotóphígítás.



Minőségi elemzés: leggyakrabban γ -spektroszkópiát alkalmazunk, mert számos radionuklid csak egy jellemző gamma-vonallal (csúccsal) rendelkezik és mindegyik radionuklid azonosítható a reá jellemző energiájú gamma-vonal(ak) alapján. A vizsgálatok végrehajtása során a minta gamma-sugárzásának energiaspektrumát vesszük fel ismert ideig.

Mennyiségi elemzés: a legtöbb minta különböző elemek elegye és/vagy ugyanazon elemek különböző izotópjainak elegye. Mindegyik egyszerre aktiválódik és mindegyik elem mindegyik izotópjára ismerni kell a célizotóp előfordulási valószínűségét, aktiválási hatáskeresztmetszetét és a radioaktív termék magok felezési idejét és bomlási módjait.

14.6. IONKROMATOGRÁFIA

14.6.1. Kromatográfia alapjai

A kromatográfiás elválasztása során egy helyhez kötött állófázison haladnak végig a mozgó fázisban jelenlevő mintakomponensek. A minta egyes komponensei eltérő erősségű kölcsönhatást képesek kialakítani az állófázissal, a komponensek átlagos haladási sebessége a mozgófázissal eltérő lesz. Az állófázist eltérő időben elhagyó komponensek detektálhatóak fizikai vagy kémiai jellemzőik alapján.

A kromatográfiás eljárást tekinthetjük szorpciós és deszorpciós folyamatok együttesének. Kivételt képez a gélkromatográfia, ahol az elválasztandó molekula mérete befolyásolja az elválasztást. Ebben a méretkizárásos elv esetében a legnagyobb méretű molekula hagyja el leggyorsabban a rendszert. Szemben a szorpciós elvű elválasztással ahol a legkisebb méretű molekula lép ki leggyorsabban a rendszerből.

A szorpciós folyamatok lehetnek:

- ◆ fizikai kölcsönhatások (van der Waals- vagy H-hidas kölcsönhatás)
- ◆ kémiai kölcsönhatások (ionos, sav-bázis, komplexképzés)
- ◆ biokémiai kölcsönhatások. [18]

Kromatográfiás módszerek csoportosítása

A kromatográfiás elválasztás során az állófázis mindig helyhez kötött.

Az állófázis lehet:

- ◆ szilárd anyag – granulált szemcsés formában van az oszlopba (kolonnába) töltve
- ◆ szilárd anyag felületén fizikailag vagy kémiaiilag kötött folyadék – a kolonna felületét filmként vonja be.

Az állófázis alakja szerint beszélhetünk oszlop vagy sík, az állófázis minősége alapján papír- és rétegekromatográfiáról.



A mozgófázis mozgását indukáló hajtóerő alapján megkülönböztethetünk:

- ◆ nyomáskülönbség hatására bekövetkező áramoltatású (a legtöbb módszer ide sorolható),
- ◆ elektromos erőter hatására bekövetkező áramlású (elektrokromatográfia),
- ◆ kapilláris erők okozta mozgófázis áramlású kromatográfiát (planáris kromatográfia).

A mozgófázissal (eluenssel) szemben elvárt követelmények:

- ◆ szorpciója elhanyagolható legyen a minta komponenseivel szemben,
- ◆ tisztasága megfelelő legyen,
- ◆ olcsó és nagy mennyiségben elérhető legyen. [18]

14–29. ábra. Kromatográfiás módszerek csoportosítása [18]

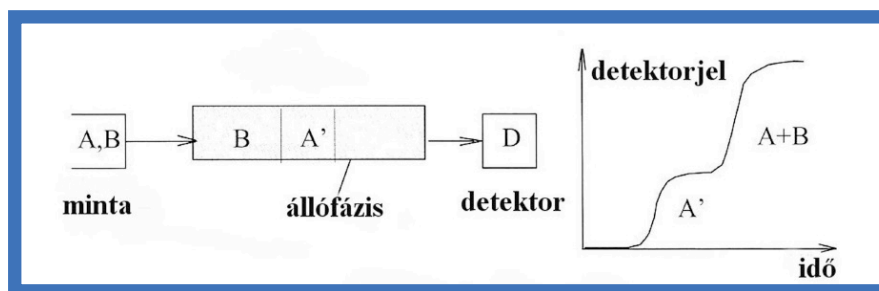
		mozgófázis		
		gáz	szuperkritikus fluidum	folyadék
állófázis	szilárd	Gázkromatográfia Gáz-szilárd kromatográfia	Szuperkritikus folyadék kromatográfia	Folyadék-folyadék kromatográfia; Vékonyréteg kromatográfia; Gélkromatográfia
	folyadék	Gázkromatográfia Gáz-folyadék kromatográfia		Folyadék-folyadék kromatográfia; Papír kromatográfia

A gyakorlati megvalósítás alapján megkülönböztetjük:

a) frontális elválasztás

A minta áramoltatását állandó áramban történik az állófázisra. A nagyobb fajlagos szorpciójú minta-komponensek elfoglalják az állófázis aktív helyeit, így a kisebb fajlagos szorpciójú komponensek az oszlop távolabbi részein képesek megkötődni. Az állandó áramban érkező minta erősebben kötődő komponensei kiszorítják az oszlopról a gyengébben kapcsolódó komponenseket, majd végül a teljes oszlopot elfoglalják. A minta tovább adagolással az oszlopot változatlan összetételben hagyja el. Hátránya, hogy csak a kisebb fajlagos szorpciójú alkotok választhatóak el a mintából.

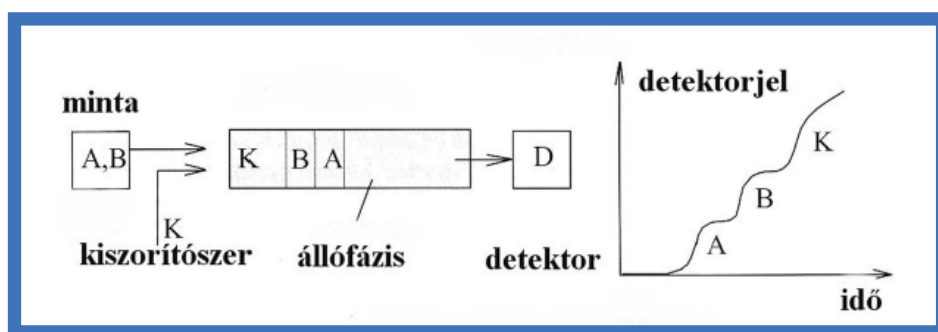
14–30. ábra. Frontális elválasztás [18]



b) kiszorításos módszer

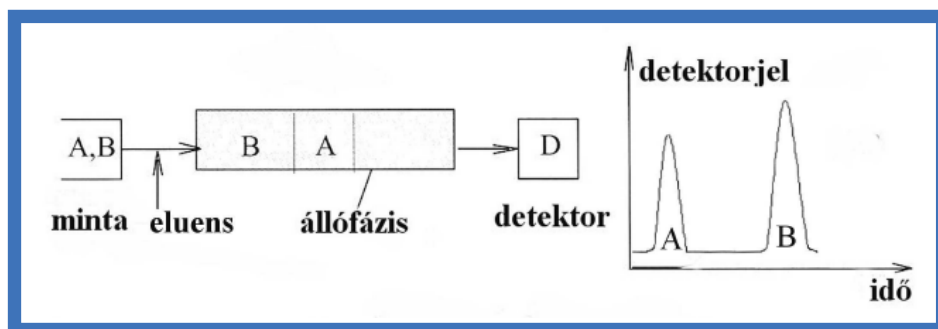
A kiszorításos módszer esetén a minta egyszeri adagolással kis mennyiségben érkezik a kolonnára. Az egyensúly beállta után a minta komponensei szorpciós erősségük alapján kötődnek meg a kolonnán. Ezt követően a kolonnáról a minta komponenseinél nagyobb szorpciós képességű kiszorító anyaggal távolítják el. Az elválasztást követően az oszlop regenerálása szükséges. Elterjedten az ionkromatográfiában használják.

14–31. ábra. Kiszorításos módszer [18]

**c) elúciós technika:**

Elsősorban nagyhatékonyságú kromatográfias elválasztási módszerek során használt technika. A mintabevitel dugószerűen történik az állandó áramlású eluens áramba. A kolonnán a minta komponensei szorpciós folyamatok során eltérő fajlagos szorpciós tulajdonságok révén válnak szét. Ezt követően az elválasztott mintaalkotók a detektorba kerülnek ahol mennyiségarányos jelet kapunk, az így kapott kromatogramban a komponensek elúciós csúcsként jelennek meg az idő függvényében.

14–32. ábra. Elúciós technika [18]



14.6.2. Ionkromatográfia gyakorlati alkalmazása

Az ionkromatográfia magába foglal minden ionos vagy ionizálható komponens meghatározására alkalmas kromatográfias módszert.

Az ionkromatográfia által meghatározható komponensek:

- ◆ szervesetlen anionok: halogenidek (F^- , Cl^-), oxoanionok (SO_4^{2-} , NO_3^- , ClO_4^- , BrO_3^- , PO_4^{3-}),
- ◆ szervesetlen kationok: alkálifémek, alkáliföldfémek (Li^+ , Na^+ , Mg^{2+}),
- ◆ szerves anionok: kis molekulatömegű, vízoldható karbonsavak (acetát, oxalát, citrát, EDTA), szulfonsavak, ionos detergenssek,
- ◆ szerves kationok: kis molekulatömegű, vízoldható aminok (metil-, etilamin, poliaminok),
- ◆ aminosavak (glicin, alanin),
- ◆ szénhidrátok (glükóz, fruktóz, szachróz),
- ◆ ionos fémorganikus komplexek (fém-kelátok, tributil-ón). [35]

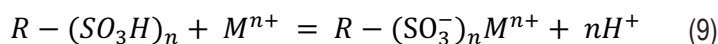
14.6.3. Ionkromatográfia típusai

Ioncsere-kromatográfia (HPIC)

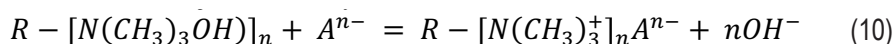
Az elválasztás alapját a mozgófázis és az állófázison lévő ioncserélő csoportok között lejátszódó ioncsere folyamatok adják.

Kationcserélő oszlop esetén az állófázis felületén jelenlevő funkciós csoportok elektrosztatikus kölcsönhatásba lépve megkötik a minta ellentétes töltésű kationjait. Az elúció során az állófázisról a megkötött kationokat a mozgó fázis protonjai szorítják le. Az elválasztást befolyásolja az ioncserélő anyag minősége mellett az eluens pH változása is. Polarizálható ionok esetén lejátszódhatnak egyéb nem ionos adszorpciós folyamatok is.

Kationcserélő esetében lejátszódó folyamat:



Anioncserélő esetében lejátszódó folyamat:



Használható szerves és szervesetlen anionok és kationok elválasztásához. Az állófázis sztirol-divinil-benzol kopolimer ioncserélő csoportokkal módosítva. A kationcserélő állófázisok legtöbb esetben divinil-benzollal térhálósított polisztirol gyanták, ahol a benzolgyűrűkhöz savas csoportok (karbonil, szulfonil csoport) kapcsolódnak. Kvaterner ammóniumcsoportot vagy primer amin-csoportot tartalmazó gyanta alkotja az anioncserélő állófázisokat. [5; 18]



Ionkizárásos-kromatográfia (HPICE)

Az elválasztás mechanizmusát az adszorpció, a Donnan- valamint a sztérikus-kizárás befolyásolja. Szulfonált sztirol-divinilbenzol alapú, nagykapacitású kationcserélők használhatóak állófázisként. Az anionok elválasztására kationcserélő, a kationok elválasztására anioncserélő töltetet alkalmazunk. Az állófázis az azonos töltésű komponensekkel elektrosztatikus taszítás miatt nem képes kölcsönhatásba lépni, így azok visszatartás nélkül áthaladnak az oszlopon. Alkalmas gyenge szervetlen és szerves savak meghatározására. [35; 36]

Ionpár-kromatográfia (MPIC)

Az ionpár-kromatográfiában az elválasztás mechanizmusát az adszorpció befolyásolja. Állófázisként semleges, kis polaritással rendelkező, porózus sztirol-divinil-benzol vagy C8/18-szilikagél használható. A mozgó fázis összetétele jelentősen befolyásolja az oszlop szelektivitását. Az elválasztandó ionokkal ionpárokat alkotó szerves, módosított, ionpárképző reagenst tartalmaz a mozgó fázis. Az ionpárképző reagens lehet lipofil kationos (kvaterner aminok) vagy anionos (alkánszulfonsav) molekula. Alkalmas felületaktív anionok, kationok valamint átmeneti-fémkomplexek elválasztására és meghatározására.

14.6.4. Az ionkromatográfia előnyei

Klasszikus analitikai problémának mondható a vizes oldatok ionos komponenseinek meghatározása. Kationok vizsgálatára számtalan érzékeny és gyors technika áll rendelkezésre (ICP–OES, atomemissziós spektroszkópia), azonban anionok meghatározására viszont kevés nagy érzékenységgel rendelkező módszer létezik, ill. a klasszikus analitikai eljárások, mint pl. a titrálás, gravimetria, spektrofotometria eszköz-, és időigényes módszerek.

Az ionkromatográfia ezekkel a technikákkal szembeni előnyei:

Gyors analízis

A nagyhatékonyságú elválasztó oszlopoknak köszönhetően akár percek alatt képesek lehetünk meghatározni a legfontosabb hét aniont.

Kiváló szelektivitás

Klasszikus analitikai módszerek esetén a leggyakrabban felmerülő probléma, hogy az egymás mellett jelenlévő, hasonló kémiai viselkedésű komponensek zavarják vagy megoldhatatlanná teszik a meghatározást. Ionkromatográfias meghatározás esetén a szelektitásból származó problémák jól ki-küszöbölhetőek.



Nagy érzékenység

A modern technikának köszönhetően akár ppb-tartományú detektálásra is képes a módszer.

Kis mintaszükséglet

A vizsgált mintamennyiség a nagy precizitású mintabeviteli eszközöknek köszönhetően 10–100 µl.

Oszlopstabilitás

Az alkalmazott töltetek, erős savak és lúgok eluensként való felhasználását is lehetővé teszik köszönhetően a nagy pH stabilitásnak. Az alkalmazott szerves polimeralapú oszlopok előnye, hogy nem érzékenyek komplex mátrixú mintákra (szennyvíz, élelmiszer minta). A mintaelőkészítés gyakran csak szűrés és/vagy hígítást jelent.

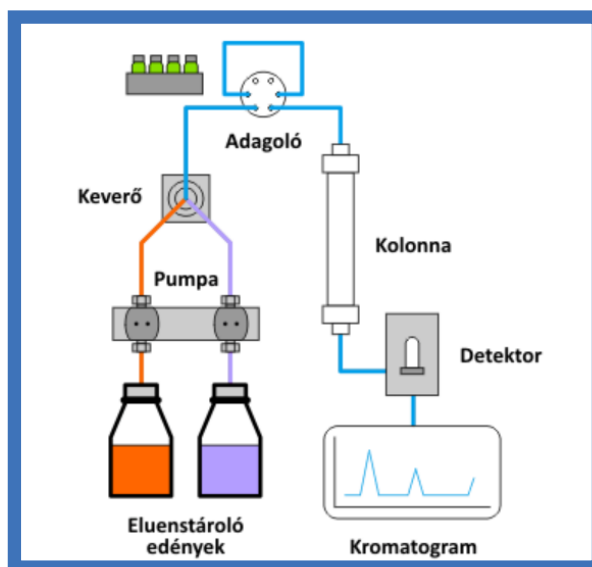
Szimultán elválasztás

Különböző komponensek egyidejű meghatározására nyújt lehetőséget számunkra. [35]

14.6.5. Az ionkromatográf felépítése és működése

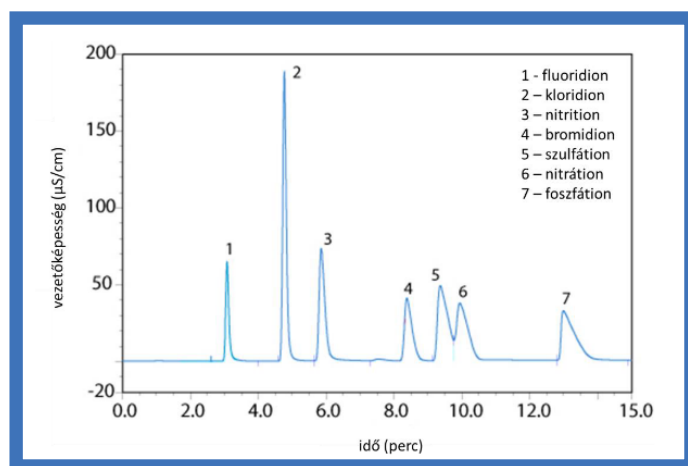
Az ionkromatográf felépítése nagyban megegyezik a hagyományos folyadékkromatográfiás rendszerekével. Lényegi különbség az elválasztás mechanizmusában, vagyis az állófázis tulajdonságaiban és a detektálás módjában van. Fontos főbb egységei az eluens tároló edények, a pumpa, az adagoló, a kolonna és a detektor. [36]

14–33. ábra. Ionkromatográf felépítése [5]



A működés során az eluens tároló edényekből a mozgófázist alternáló mozgást végző pumpa továbbítja a rendszerbe. Az eluens átáramlik a mintaadagolón, ahol a mintatartó hurokból magával viszi a beinjektált mintát az oszlop irányába. Az oszlopon az ionok elválasztását követően a valamilyen fizikai vagy kémiai tulajdonság mérése alapján a detektor az ionok koncentrációjával azonos jelet képez. Ezt követően az analitikai jel átalakításra kerül kromatogram formájában az adatfeldolgozó szoftver segítségével. [5]

14–34. ábra. Egy tipikus anion kromatográfiás kromatogram [36]

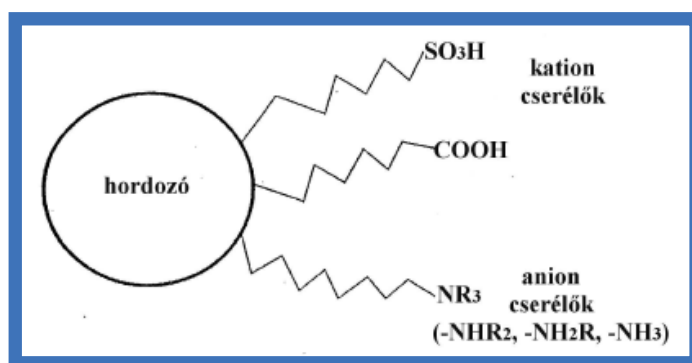


14.6.6. Állófázisok az ionkromatográfiában

Az ionkromatográfiában alkalmazott állófázisokat csoportosíthatjuk töltés szerint:

- a) **Anioncserélő:** pozitív töltésű funkciós csoportot, jellemzően amino- vagy imino-csoportot tartalmaznak. Alkalmasak a negatív töltésű mintaösszetevők megkötésére.
- b) **Kationcserélő:** Pozitív töltésű mintakomponensek megkötésére és cseréje alkalmasak a negatív töltésű, jellemzően szulfonil- vagy karbonil-csoportot tartalmazó kationcserélő állófázisok.
- c) A negatív és pozitív töltésű csoportokat egyaránt tartalmazó állófázisokat **amfoter** állófázisnak nevezzük.

14–35. ábra. Ioncserélő kromatográfia állófázisa [17]



A láncvégi csoportok disszociációjának és ionizáltságának függvényében megkülönböztethetünk erős és gyenge kation- valamint anioncserélő állófázisokat. Az erős ioncserélők ioncsere kapacitása nem függ a pH-tól (szulfonsav, kvtaerner-amin), míg gyenge ioncserélők ioncserekapacitása erősen pH függő tulajdonság (karboxilcsoport).

Anyagi minőségük alapján az alábbi ioncserélőket különböztethetjük meg:

◆ **Szerves polimer alapú anioncserélők**

Az ionkromatográfiás gyakorlatban a szerves polimer alapú állófázisok terjedtek el. A legszélesebb körben a sztírol-divinil-benzol alapú állófázisokat alkalmazzák, a 0–14-ig terjedő pH stabilitási tartománynak köszönhetően. Emellett polimetakrilát- és polivinil alapú ioncserélők is forgalomban vannak. A sztírol kopolimerázációja sztil-benzollal biztosítja a gyanta megfelelő mechanikai stabilitását. A divinil-benzol két funkciós csoportjának köszönhetően köt össze két poliszitirén láncot, így alakítva ki az állófázis térhálós szerkezetét. A térhálós szerkezet befolyásolja a gyanta porozitását, szelektivitását, mechanikai stabilitását, valamint ioncsere-kapacitását. Ioncsere-kapacitás alatt az egységnyi tömegű vagy térfogatú gyantán található aktív csoportok számát értjük.

◆ **Latex agglomerált anioncserélők**

A latexalapú anioncserélők 5–25 µm átmérőjű szulfonált felületű sztírol-divinil-benzol kopolimerekből és elektrosztatikusan kötött aminált pórusos anioncserélő gyöngyökből állnak. A latex részecskék átmérője megközelítőleg 0,1 nm.

A latexalapú anioncserélők előnye, hogy jó mechanikai stabilitással, nagy hatékonysággal és nagy kémiai stabilitással rendelkeznek.

A latexalapú állófázisok három részből épülnek fel:

- ◆ inert, mechanikailag ellenálló hordozó,
- ◆ vékony szulfonsav borítás a hordozó felületen,
- ◆ anioncserélő csoportokat hordozó, külső aminált latex réteg.

Az oszlop hatékonyságát a hordozófelület szulfonáltságának mértéke és a latex-részecskék mérete befolyásolja nagymértékben.

◆ **Szilikagél-alapú anioncserélők**

A szilikagél-alapú anioncserélők mechanikai stabilitása és hatékonysága jobb, mint a szervespolimer alapú ioncserélőknek. Emellett az állófázis méretváltozásával (zsugorodás, duzzadás) nem kell számolnunk eluens-váltás és szerves módosító használatakor sem. Legnagyobb hátrányuk, hogy szűk 2–8 pH tartományban alkalmazhatóak.

◆ **Alumínium-oxid alapú anioncserélők**

A legtöbb fénoxidhoz hasonlóan az alumínium-oxid (Al_2O_3) is rendelkezik ioncserélő tulajdonságokkal. Hasonlóan a szilikagélhez mechanikailag és termikusan is stabil, nem lép fel méretváltozás. Hátránya, hogy szűk pH-tartományban használható és kicsi az ioncsere-kapacitása.



◆ Makrociklusos állófázisok

A makrociklusos vegyület (koronaéterek, kriptandok) képesek a fémionok szelektíven történő megkötésére. Állófázisként a kationok ligandcserés elválasztásakor használhatóak, ahol az eltérő átmérőjű fémeket eltérő mértékben tartja vissza az oszlop. Anionok elválasztáshoz alkáli-hidroxid eluens alkalmazhatunk, úgy, hogy az elválasztás során a mozgófázis fémionjai komplexet alkotnak a makrociklusos vegyülettel pozitív töltésű anioncserélő funkciós csoportokat alakítva ki. [35]

14.6.7. Mozgófázisok az ionkromatográfiában

A mozgófázis megfelelő megválasztása rendkívül fontos, a helyes eluens összetétel alkalmazásával az elválasztásunk szelektivitása változtatható meg.

Az eluens típusa a használt detektálási módszertől függ.

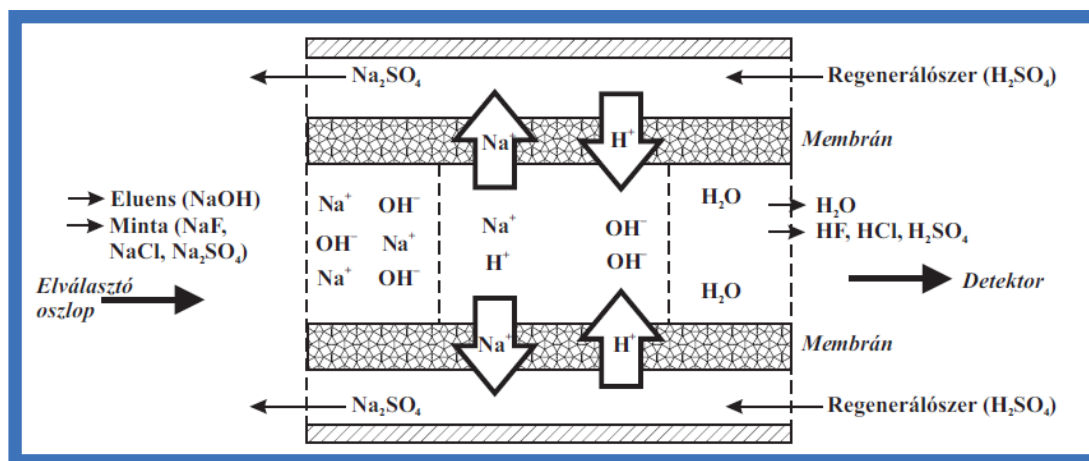
A legelterjedtebb detektálási forma, a vezetőképességi detektálás során az alkalmazható mozgófázisokat két csoportra oszthatjuk:

◆ Kémiai szupresszállás mellett használható mozgófázisok

A szupresszált vezetőképességi detektálás során a detektor elé helyezett szupresszor az ionok elúciójához használt elektrolit vezetőképességét csökkenti le kémiai, a detektor érzékenységét ezzel együtt megnövelve. A szupresszorban találhatunk egy ioncserélő membránt. Kationkromatográfia esetén a membrán anioncserélő, ami a mozgófázis anionjait hidroxidionokra cseréli. Anionkromatográfia esetén kationcserélő membránt találunk a szupresszorban, amely a mozgófázis kationjait protonokra cseréli lecsökkentve az eluens vezetését.

Gondoskodni kell minden esetben az ioncserélő membrán regenerálásáról, mivel ioncserekapacitása ugyan nagy, de nem végtelen. Anionkromatográfia esetén kénsavval, kationkromatográfia esetén tetrametil-ammonium-hidroxiddal végezhetjük el a regenerálást folyamatos üzemben. [35]

14–36. ábra. Szupresszor működésének vázlata NaOH-eluens használata esetén [35]



A szupresszoron áthaladva kis vezetőképességű oldattá alakuló gyenge szervesen savak sói és erős alkáli-hidroxidok sorolhatóak ebbe a csoportba. A változó összetételben használt nátrium-karbonát és nátrium-bikarbonát oldatok a legelterjedtebbek az ionkromatográfia területén. Ezen eluensek selektivitását a mozgófázis pH-ja és koncentrációja befolyásolja. A szupresszáls melléktermékeként kis mértékben disszociált szénsav oldat képződik, melynek alacsony vezetőképessége teszi lehetővé az érzékeny detektálást.

Alkáli-hidroxid (NaOH, KOH) eluensként való alkalmazásával érhetjük el a legnagyobb szelektivitást, mivel ebben az esetben a szupresszáls eredménye tiszta víz. Hátránya, hogy viszonylag nagy (10–100 mM) koncentrációjú oldatot kell alkalmazunk. [36]

◆ Elektromos háttérvezetés kompenzálás esetén használható eluensek

Leggyakrabban benzoát, ftalát vagy o-szulfobenzoát alkalmazható erre a célra eluensként. Erős affinitással rendelkeznek az állófázis funkciók csoportjai felé, valamint kicsi vezetőképességgel. Optimálisan 4–7 pH-értéknél használhatóak, ugyanis ezen a pH-n disszociált formában vannak jelen a savak. A semleges pH alkalmazásával a mozgófázis hidrogénion koncentrációja okozta háttérvezetés megnövekedése küszöbölhető ki. [35]

14.6.8. Detektálás lehetőségei

Az ionkromatográfiában a legelterjedtebb detektortípusok a vezetőképességi detektorok.

A detektálás során fontos szerepe van, hogy az oldatok vezetőképessége additív tulajdonság, valamint függ az ionok minőségétől és az ionok számától (koncentrációtól).

A vezetőképességi detektorok érzékenységet nagyban befolyásolja a hőmérséklet. A detektálás során a hőmérsékletet állandó értéken kell tartani. A detektálás folyamán általában alkalmazott hőmérséklet tartomány 25–55°C között választhatjuk meg.

Alkalmazhatunk UV–VIS spektrometriai elven működő detektort is, amennyiben a komponensünk az UV–VIS tartományban nyel el. A detektorunk ekkor egy fotodióda, a cella pedig kvarcküvetta. Fényforrásként használhatunk deutérium, valamint wolfram lámpákat.

A jodid-, nitrit-, nitrát- vagy kromát-ionok meghatározásakor alkalmazhatjuk ezeket a típusú detektorokat.

Lehetőségünk van fluoreszkáló biológiai minták vizsgálatára fluoreszcencia mérésen alapuló detektorok alkalmazásával. A minta komponenseit ekkor adott hullámhosszúságú fénnel gerjesztjük, aminek következtében a mintakomponensei fényt emittálnak és ezt a fényt tudjuk detektálni.

Elektrokémiaailag oxidálható ionok (arzenid, bromát, klorát, cianid) esetén elektrokémiai detektorokat használhatunk. Ezeknek két típusát különböztethetjük meg: az amperometriás és a voltametriás detektorokat. Az amperometriás detektorok a cellán áthaladó áramerősséget állandó feszültség alkalmazása mellett mérik, míg a voltametriás detektorok a cellán áthaladó áramerősséget változó feszültség mellett mérik. [36]



IRODALOMJEGYZÉK

- [1] Dr. Záray Gyula (2006): Az elemanalitika korszerű módszerei, Akadémiai kiadó, 2006.
- [2] Dr. András Melinda–Dr. Kállay Csilla (2019): *Műszeres analitika I.* (TKBE0531), *Bioanalitika.* (TKBE2541), Debreceni Egyetem Természettudományi és Technológiai Kar Szervetlen és Analitikai Kémiai Tanszék.
- [3] Dr. Farkas János–Dr. Hahn István–Dr. Márialigeti Károly–Dr. Óvári Mihály–Dr. Romsics Csaba–Dr. Szabó Csaba–Dr. Szalai Zoltán–Dr. Szövényi Gergely–Dr. Tatár Enikő–Dr. Tóth Mária–Dr. Török Júlia Katalin (2012): Eötvös Loránd Tudományegyetem, Természettudományi Kar, Dr. Galbács Gábor, Szegedi Tudományegyetem: *Környezeti mintavételezés*. Budapest: Typotex Kiadó.
- [4] Dr. Galbács Gábor: Műszaki analitikai kémia: Mintavétel, mintaelőkészítés, Szegedi Tudományegyetem [http://www2.sci.u-szeged.hu/inorg/Muszaki%20analitikai%20kemia%202010%20-%20Mintavetel%20es%20mintaelokeszites%20\(ea%202-3\).pdf](http://www2.sci.u-szeged.hu/inorg/Muszaki%20analitikai%20kemia%202010%20-%20Mintavetel%20es%20mintaelokeszites%20(ea%202-3).pdf)
- [5] Galbács Gábor–Ilsz István–Felingier Attila–Csóka Balázs (2012): *Illusztrált segédanyag a modern műszeres analitikai kémia oktatásához*. Jegyzet MSc képzésben résztvevő hallgatók számára, Szegedi Tudományegyetem, Pécsi Tudományegyetem.
- [6] http://www.vilaglex.hu/Lexikon/Html/Extrakci_.htm
- [7] Dobor József (2011): *Doktori értekezés, Gyógyszermaradványok analitikai meghatározása szilárd mintákból (Duna-üledék és szennyvíziszap) gázkromatográfiás-tömegspektrometriás csatolt technikával*. Eötvös Loránd Tudományegyetem, Kémiai Intézet, Analitikai Kémiai Tanszék.
- [8] Kremmer Tibor–Törkös Kornél (2017): *Elválasztástechnikai módszerek elmélete és gyakorlata*, Akadémiai Kiadó. https://mersz.hu/dokumentum/m119emegy__35
- [9] Dékány Kovács Judit (2012): *Anyavizsgálatok – Roncsolásmentes vizsgálati módszerek 1*. Nemzeti Szakképzési és Felnőttképzési Intézet.
- [10] Mészáros György–Varnyú Ferenc (2011): *Műszaki anyagismeret*. SZTE JGYPK. https://regi.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tamop412A/2011-0013_meszaros_muszaki_anyagismeret/15_fmtani_metallogrfiai_vizsgalatok.html
- [11] Pokol György–Simon András–Bezúr László–Horvai György–Horváth Viola, –Dudás Katalin Mária–Gyurcsányi E. Róbert (2011): *Analitikai kémia*. Budapest: Typotex Kft..
- [12] Nagyné Frank Ágnes: Roncsolásos anyagvizsgálatok <https://doksi.net/hu/get.php?order=DisplayP&review&id=22889>
- [13] Fogarasi József : *Analitika gyakorlat 12. évfolyam tanulói jegyzet*. <https://docplayer.hu/3784045-Analitika-gyakorlat-12-evfolyam-tanuloi-jegyzet-szerzo-fogarasi-jozsef-lektor-baranyine-c-veres-anna.html>
- [14] [<https://ph-meres.blog.hu>]
- [15] Galbács Gábor–Galbács Zoltán–Sipos Pál (2008): *Műszeres analitikai kémiai gyakorlatok*. Szeged: JATEPress.
- [16] Elektroanalitikai laborgyakorlat. <http://oktatas.ch.bme.hu/oktatas/konyvek/anal/AnalLabor/Muszeres-labor-laborleiratok/>
- [17] Tóth Kálmán (2019): *UV-VIS spektrofotometria (gyakorlati segédlet a műszeres analitika gyakorlathoz)*. Debrecen: Debreceni Egyetem.
- [18] Dr. Lakatos János–Dr. Bánhidi Olivér–Dr. Lengyel Attila–Dr. Lovrity Zita–Muránszky Gábor (2009): *Analitikai kémia anyagmérnököknek*.
- [19] http://www.vilaglex.hu/Lexikon/Html/Spektros_.htm
- [20] Fábián István (2009): *Spektrofotometria*. Debrecen: Debreceni Egyetem.
- [21] <http://tamop412a.ttk.pte.hu/files/kemia7/www/ch04s02.html>
- [22] <https://www.leco.com/product/844-series>
- [23] <http://tamop412a.ttk.pte.hu/files/kemia7/www/ch05s02.html>
- [24] Dr. Borszéki János (1988): *Optikai Spektroszkópia II*. Veszprém: Veszprémi Egyetemi Kiadó.



- [25] Dr. Bezur László (2018): *Atomspektroszkópia, Elemanalízis*. Órai jegyzet.
- [26] <https://www.agilent.com/cs/library/technicaloverviews/public/5991-4853EN.pdf>
- [27] <https://spie.org/samples/PM253.pdf>
- [28] KÖRNYEZETMINŐSÍTÉS – Dr. Tatár Enikő–Dr. Záray Gyula, Eötvös Loránd Tudományegyetem, Kémiai Intézet, Dr. Heltai György, Szent István Egyetem
- [29] MSZ-05-33.0907-2:1983 Acél, nyersvas és öntöttvas vákuumspektrométeres elemzése. Mintavétel és mintaelőkészítés.
- [30] <https://docplayer.hu/5978938-Multiwave-pro-mikrohullamu-reaktor-rendszer-mintaelokesziteshez-clear-solutions-in-sample-preparation.html>
- [31] <http://www.chromedia.org/chromedia?waxtrapp=aennduEsHiemBpdmBIIcCHF&subNav=rggpgpDsHiemBpdmBIIcCHFtB>
- [32] Galbács Gábor: Kvantitatív spektroszkópai módszerek
- [33] <http://www2.sci.u-szeged.hu/inorg/MOMA/ch06s02.html>
- [34] Dr. Pátzay György: BME, Egyetemi jegyzet, 2017 http://metal.elte.hu/oktatas/alkfizlab/meresleirasok/gam_mfl.pdf
- [35] Horváth Krisztián (2012): *Ionkromatográfia*. Oktatási segédanyag a „Korszerű környezetanalitikai módszerek” c. tárgyhoz, TÁMOP 4.2.4.A/2-11-1-2012-0001 azonosító számú Nemzeti Kiválóság Program.
- [36] Szabó Mária: *Ionkromatográfia*. egyetemi jegyzet, Debrecen: Debreceni Egyetem.

