

ACTA MATERIALIA TRANSYLVANICA

Anyagtudományi Közlemények

2. évfolyam, 2019. 1. szám



ERDÉLYI MÚZEUM-EGYESÜLET
Kolozsvár
2019

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



Főszerkesztő / Editor-in-Chief: Bitay Enikő

Nemzetközi Tanácsadó testület / International Editorial Advisory Board:

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

Lapszámszerkesztők / Editorial Board:

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

Kiadó / Publisher: Erdélyi Múzeum-Egyesület

Felélős kiadó / Responsible publisher: Biró Annamária

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

Szerkesztőségi titkár / Editorial secretary: Kisfaludi-Bak Zsombor

Borítótér / Cover: Kőnczey Elemér

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

Copyright © a szerzők / the authors, EME/ TMS 2018

ISSN 2601-1883, ISSN-L 2601-1883

DOI: 10.2478/amt-2019-01

Online elérhető / online available at: <https://eda.eme.ro/handle/10598/30356>

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

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

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

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

Tartalom / Content

KOLOZSVÁRY Zoltán.....	1
<i>Az anyagtudomány és a negyedik ipari forradalom összefüggései</i>	
<i>The Relationship between Materials Science and the Fourth Industrial Revolution</i>	
BALÁZSI Csaba, FURKÓ Mónika, SZIRA Fruzsina, BALÁZSI Katalin	7
<i>Műszaki kerámiák kutatása és ipari alkalmazásai: átlátszó ALON kerámiaanyagok előállítási módszerei és tulajdonságai</i>	
<i>Research on Technical Ceramics and their Industrial Application: Preparation Techniques and Properties of Transparent ALON Ceramics</i>	
DEZSŐ Gergely, DEZSŐ Gergely	13
<i>Szállkiszajtólassal készült munkadarab anyagréteg-vastagságának vizsgálata</i>	
<i>Examination of Layer Thicknesses of a Model Produced by Fused Filament Extrusion</i>	
GERGELY Attila, KÁNTOR József, BITAY Enikő, BIRÓ Domokos.....	19
<i>Polimerszálak előállítása PET-palackból elektrosztatikus szálképzéssel</i>	
<i>Electrospinning of Polymer Fibres Using Recycled PET</i>	
KEMÉNY Alexandra, KÁROLY Dóra	27
<i>Kerámia gömbhéjak mechanikai és mikroszerkezeti jellemzői</i>	
<i>Mechanical and Microstructural Features of Ceramic Hollow Spheres</i>	
KÓNYA János, KULCSÁR Klaudia	32
<i>Additív gyártással készülő egyéni implantátumok lézeres mikrohegesztésének vizsgálata</i>	
<i>Examination of Laser Microwelded Joints of Additively Manufactured Individual Implants</i>	
KOVÁCS Tünde Anna	43
<i>Rézlemezek ultrahangos hegesztésénél előforduló hibák elemzése</i>	
<i>Investigation of Imperfections Formed in the Ultrasonic Welding of Copper Sheets</i>	
KUN Krisztián, KODÁCSY János, VACZKÓ Dániel, KOVÁCS Zsolt Ferenc	49
<i>Ni-bázisú szuperötvözetek megmunkálhatósága váltólapkás marószerszámok alkalmazásával</i>	
<i>Machinability of Ni-based Superalloys by Indexable End Mills</i>	

MARÓTI János Endre, KEMÉNY Dávid Miklós, KÁROLY Dóra	55
<i>Az additív gyártás hatásai az ausztenites acél mechanikai és korróziós tulajdonságaira</i>	
<i>Effects of Additive Manufacturing on the Mechanical and Corrosion Properties of Austenitic Stainless Steel</i>	
MESZLÉNYI György, BITAY Enikő	61
<i>A fókuszhelyzet szerepe erősen reflektáló anyag egyimpulzusos, lézersugaras fúrásakor</i>	
<i>The Role of Focus Position in Single Pulse Laser Drilling of Highly Reflecting Materials</i>	

Az anyagtudomány és a negyedik ipari forradalom összefüggései

The Relationship between Materials Science and the Fourth Industrial Revolution

Kolozsváry Zoltán

SC Plasmaterm SA; Sapientia Erdélyi Magyar Tudományegyetem, Marosvásárhelyi Kar, Marosvásárhely, Románia, zoltan.kolozsvary@plasmaterm.ro

Abstract

There has been a spectacular and extremely fast development in all areas of materials science. This development is driven by science and technology, yet a time lag may be observed between the progress of technology that drives the fourth industrial revolution, and its acceptance in society. Our task is to learn how a balance may be achieved between rapid technological development and societal acceptance.

Keywords: *materials science, fourth industrial revolution, technology, society, time gap, additive manufacturing, surface treatment, conflict risk materials.*

Összefoglalás

Függetlenül attól, hogy milyen csoportját tekintjük az anyagoknak, a fejlődés rendkívül gyors és látványos. Ennek a fejlődésnek a hajtóereje a tudomány és technológia, de egy időres jött létre a negyedik ipari forradalmat hajtó fejlődés és a társadalmi felzárkózás között. A feladatunk az, hogy megtanuljuk, miként lehet egyensúlyt teremteni a gyors fejlődés és a társadalom rendszere között.

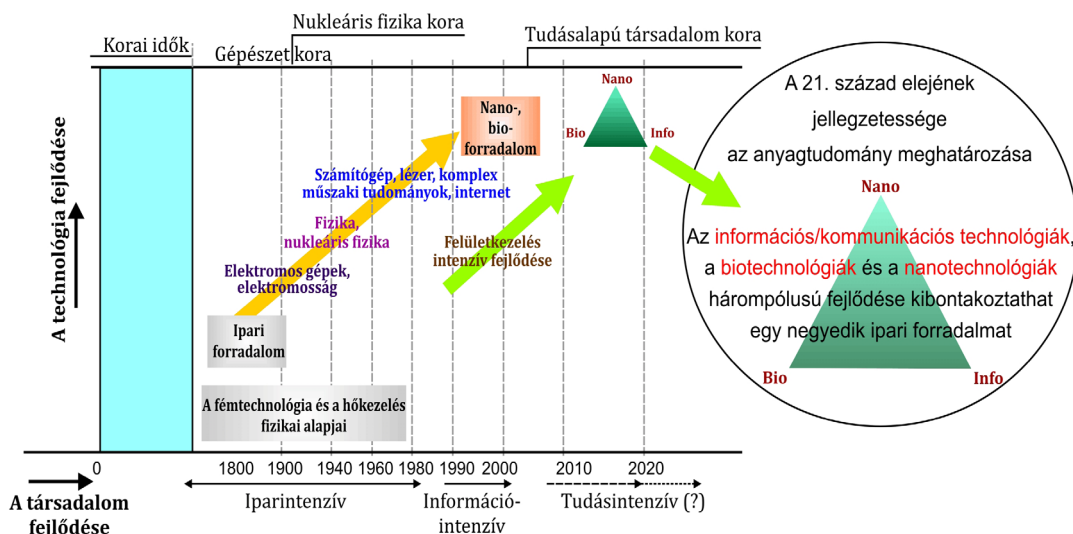
Kulcsszavak: *anyagtudomány, negyedik ipari forradalom, technológia, társadalom, időrés, additív gyártás, felületkezelés, kritikus anyagok.*

1. Bevezetés

Az emberiség történelmében mindig erőteljes kölcsönhatás, de egy sajátos, időbeli fáziseltolódás is mutatkozott a technológia fejlődése és a társadalom között. Az időelcsúszás a kettő között elsősorban a kommunikációtól és annak sebességétől függött. Minél könnyebb és gyorsabb a kommunikáció, annál gyorsabb és nagyobb léptékű a reakció. Egy évszázadokon átnyúló „felhalmozódás” után a 20. század felgyorsította e spirált, és a gyorsulás csak megerősödött a 21. század első évtizedeiben.

A múlt század utolsó két évtizede, valamint a 21. század első évtizedei átformálták a tudomány és technológia értelmezését. Egyértelműen egy időrés jelent meg az ipari változások, valamint a változásoknak a társadalmi értelmezése között.

A 21. század kezdete soha nem látott gyorsaságú változásokkal tört rá az emberiségre. Az adatfeldolgozás és adattárolás lehetőségei igen látványosan megnövekedtek, és ebből adódóan a mindennapi élet szinte minden területén kitolódtak a határok. Ma már közhelynek számít, ha azt mondjuk, hogy a 20. század a fizika százada volt, de tagadhatatlan, hogy ennek hatásait érzékeljük (időnként szenvedjük!) napjainkban. Természetesen itt egy igen bonyolult kérdésről van szó, hiszen a technológia és a társadalom kölcsönhatásai mindig meghatározók voltak az emberiség történelmében, és ez a kölcsönhatás egyre erősebbé vált az adatfeldolgozás és az adattovábbítás gyorsaságának növekedésével; ezt szemlélteti az **1. ábra**.



1. ábra. A technológia és a társadalom kölcsönhatása az emberiség történelmében

Tisztán látható a rész és az egész problematikája, azaz Werner Heisenberg megfogalmazása sohasem volt időszerűbb, mint ma! A tudomány és a technológia példátlan fejlődési üteme egyre mélyebbre hatol és az anyagok belső világába, s annak egyre apróbb részleteit hozza felszínre. Ezek azonban mind csak „részek”, amelyek csak akkor hozhatnak jelentős fejlődést az embernek, a társadalomnak, ha nem feledkezünk meg az „egész”-ről. Ennek az elemző cikknek a célja felvázolni egy rövid, szintetikus összefoglalót az „egész”-ről, mégpedig az anyagtudomány oldaláról közelítve.

2. Az anyagtudomány művelőinek társadalmi felelőssége az anyagok felhasználása terén

Az 1. ábra vázlatosan utal a tudomány és technológia, valamint a társadalom kölcsönhatásaira, kihangsúlyozva azt a háromszöget, amely jelenleg domináns és voltaképpen az anyagtudomány által fémjelzett. Ha a jelenlegi főirányokat próbáljuk meg röviden összefoglalva felvázolni, a vázlat az alábbiakban teljesebbé válik:

- A teljesítménnyel szembeni egyre növekvő elvárások formálódnak a gyártási költségek és az energiaszükséglet párhuzamos csökkentése mellett, nem feledkezve meg a csökkentett környezeti ártalomról.
- A kutatási módszereknek és műszerezettségnek a látványos fejlődése új utakat nyitott ahhoz, hogy megismerjünk, kikísérletezzünk és fejlesz-

szünk új anyagokat, szinte meglepő tulajdonságokkal; csak egyetlen példa: arany-platina ötvözet, soha nem látott kopásállósággal és a gyémántéval vetekedő keménységgel [1].

Új anyagok szinte naponta jelennek meg, de jelentős, meglepő fejlődés tapasztalható a „klasszikus”-nak mondható anyagok terén is.

Szinte minden alkalmazási területen látványosan csökken a fajlagos anyagfogyasztás, viszont a globális anyagszükséglet jelentősen növekszik. Világunk lassanként egyre inkább anyaghiányban szenved. A műszaki anyagok egyre változatosabbak, új, egyre újabb elvárások jelentkeznek az alkalmazott technológia függvényében; jó példája ennek a 3D-s nyomtatás [2]. A kritikus anyagok kérdését megközelítve, elég egy pillantást vetnünk az anyagok Mengyelejev-féle táblázatára, hogy e kérdés fontosságát megértsük.

A globális gazdasági fejlődésnek kritikus területe az energiatermelés és még inkább az energia tárolása. A rendszereknek és mechanizmusoknak a hatékonysága jelentős mértékben függ a felhasznált anyagok tulajdonságaitól. A napelemek, szélérőművek, akárcsak a hidrogénes üzemanyagcellák mindegyike igen szélsőséges elvárásokat támaszt az anyagokkal szemben. Bár úgy tekinthető, hogy a „szokványos” anyagok, amelyeket különleges felületnemesítési eljárásoknak vetnek alá, továbbra is túlsúlyt élveznek, kevésbé konvencionális anyagok, ötvözetek – vagy éppen nemfémek – növelik alkalmazási területüket.

Visszatérve az elemzés tárgyát képező területeinkre, vegyünk sorra néhány, a tudományos kutatás, fejlesztés és innováció művelői számára fontos rendezőelvet az anyagok gazdaságos felhasználását tekintve:

- Az anyagok gazdaságos felhasználása már a tervezésnél kell hogy kezdődjön.
- Növelni kell az anyagok teljes életciklusát, azaz lehetőség szerint az újrafelhasználást.
- Olyan technológiákat kell fejlesztenünk, amelyeknél a veszteség minimális.
- A hasznos élettartam növelésére fejlesztenünk kell megfelelő hőkezelési és felületkezelési technológiákat.
- A tervezésből vagy technológiából adódó fölösleges anyagvesztés csökkentésére alkalmazni kell a számítógépes modellezést és szimulációt.
- Fontos szem előtt tartanunk a kritikus anyagok kérdését is, amelyekre érvényes az angol „conflict mineral risk” minősítés. Csak néhányat említve: kobalt, titán, arany, platina, tantal, volfrám, vanádium, neodímium, lítium, ritkaföldfémek stb. [3]. A veszélyeztetett vagy kritikus anyagok esetében alternatív anyagokat kell alkalmaznunk, megfelelő kutatások és fejlesztések igénybevételével.

3. Az anyagok optimális felhasználásának szempontjai

A társadalom működésében az anyagok felhasználásának a jövőre is tekintettel lévő szempontjai ugyan egyre inkább megjelennek, de az igazán felelős, hosszú távra való gondolkodásnak egyre sürgetőbb jelei mutatkoznak. Éppen ezért fontosnak tartok kiemelni néhány fő szempontot az anyagok optimális felhasználásához:

- Rövid távon az új anyagok fejlesztésére irányuló kényszer nem fogja alapvetően módosítani a széles körben felhasznált anyagok iránti érdeklődést.
- A vasötvözetek továbbra is a legfontosabb műszaki anyagoknak tekinthetők, de jellemzőik igen nagy mértékben módosulnak.
- Az alumínium- és titánötvözetek egyre inkább a figyelem középpontjába kerülnek, különösen a járműipar esetében.
- A kompozitok iránti érdeklődés egyre növekszik, és tulajdonságaikban látványos változások várhatók.
- Igen érdekes a grafit különböző változatainak egyre növekvő alkalmazása, olyan változatokkal, mint a grafén, az aerografit stb. Magától

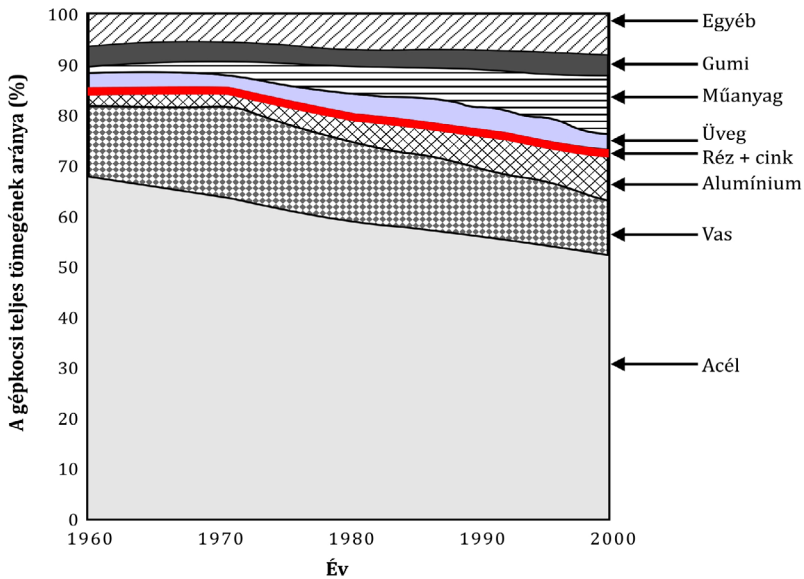
adódik a kérdés: a vaskorszak után következik a „szénkorszak”?

- Az energiaigény csökkentésére – mindenképp előtt a járműveknél – egyre növekvő érdeklődés mutatkozik csökkentett súlyú szerkezetek fejlesztésére, anélkül, hogy a teljesítmény csökkenne. Ez egyrészt a szerkezetek célirányos fejlesztéséből adódik, de a könnyű anyagok alkalmazása egyre inkább a figyelem középpontjába kerül. Az alumínium ilyen szempontból központi helyet foglal el, annak ellenére, hogy a gyártásához szükséges energia számottevő, valamint nehézségek adódnak az újrahasonosításnál is, azaz a teljes életciklus behatároltabb, mint az acél esetében [4].
- A könnyűfémek alkalmazása iránt növekvő érdeklődés a járműiparban a figyelmet egyre inkább az új alakítási és hőkezelési technológiákra irányítja. Ez természetesen a titánötvözetekre is vonatkozik.

Igen érdekes egy pillantást vetni a 2. ábrára, amely megmutatja, hogy milyen mértékű változásokat tapasztalhatunk a gépjármű-karosszériák anyagfelhasználását illetően. Egyértelmű a kompozitok és könnyűfémek térnyerése az acél ellenében. Egyre látványosabb a 3D-s nyomtatás – tágabb értelemben az additív gyártás – előretérése a legkülönbözőbb alkalmazási területeken, az orvostechnikától a repülőgépekig. Az additív gyártásnál előre megtervezett topológiai szerkezet alakul ki, amely sajátos tulajdonságok hordozója [5, 6].

4. Az ipar kulcsfontosságú területei

Az előző fejezetben elmondottak talán önmagukban is igen nagy fontossággal bírnak, minde mellett az iparnak két területére kell különösen figyelni: a járműiparra, valamint az energia-termelési és -tárolási iparra. Igen látványos az előretérés, egyre bővülő felhasználási körrel, különös figyelemmel a fémek anyagok additív gyártásának fejlesztésére. Ezen a téren, egyelőre, a fémek szerkezettel kapcsolatos kérdések, valamint a szerkezet módosítására szánt felületkezelések igen kevésbé ismertek. Jelentős eltérések tapasztalhatók az anyag metallurgiáját illetően az alkalmazott eljárás függvényében. A gyors megsterilardulás, az irányított lehűlés, a szerkezeti változások, melyek az ismétlődő hevítéssel járnak, mind igen jelentős mértékben befolyásolják az anyag mikroszerkezetét. Ezek a folyamatok egyelőre igen kevésbé ismertek, mert nem azonosak a szokásos eljárásoknál megismertekkel [7].



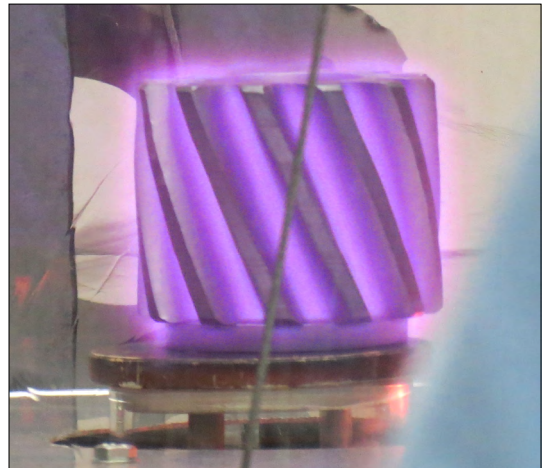
2. ábra. Az anyagfelhasználás változása az autóiiparban

Az anyag tömegének és felületének módosítását célzó eljárások (azaz felületkezelések, pl. a 3. ábra) egy alapvetően új területet képeznek, amely mindaddig kevésbé ismert és tanulmányozott [8].

Nem hagyható figyelmen kívül az a törekvés sem, amely a természet által létrehozott anyagok tanulmányozását hozza előtérbe, azaz tanulunk kell az anyatermészetől. T. S. Sudarshant idézve a természet „futurisztikus anyagok tárháza, ahol a lehetetlen lehetővé válik” [9]. A természet kézenfekvő módszereket alkalmaz, könnyen hozzáférhető forrásokból (víz, levegő, ércek, organikus proteinek, napfény) tökéletes újrahasznosítással és gyakran öngyógyítással. A természet csak a szükséges energiát használja fel, voltaképpen modellje a fenntartható fejlődésnek. Nincs környezetszennyezés!

Megjegyzendő a növekvő érdeklődés a bioinspirált, valamint a nanotechnológiára alapozott felületmódosítás irányában is [10]. Egyre újabb felületkezelési technológiák (4. ábra) látnak napvilágot, amelyekre további két példát említek:

- A súrlódás csökkentése a határfelületek szerkezetének változtatásával, pl. a cápbőr struktúráját utánozva.
- A nanoszerkezeteknek a folyadékokkal szembeni viselkedésre, azaz a nedvesíthetőségre, a folyadéktaszítás stb., utánozva a lótuszlevél felületi szerkezetét.



3. ábra. Nagy kopásállóságú bevonattal ellátott, alumíniumtötvözet fogaskerék versenykerékpárra (fent) és acél fogaskerék plazmanitridálás közben



4. ábra. Anodizálással színezett titán implantátumanyag lézergravírozással színezett titánlemezen

Nem szabad azonban megfeledkezni a „kolaterális ártalom” veszélyéről, amely voltaképpen minden fejlesztést kísérhet. Az anyagtudomány esetében kevés figyelmet szenteltünk – vagy éppen teljesen figyelmen kívül hagytuk – az anyagok teljes élettartamának, beleértve az újrafelhasználást és megsemmisülést. A 20. században a műanyagok egyre szélesebb körű alkalmazást nyertek, és ez az irány még hangsúlyozottabb a jelen század elején. Az egyre növekvő alkalmazási terület mellett igen kis figyelmet szenteltek az anyagok utóélete kérdéseinek.

5. A jelenkori ipari fejlődés és az anyagtudomány társadalmi kihívásai

Ismert, hogy a szintetikus anyagok bomlási folyamata természetes körülmények között évszázadokra tehető, de sajnos csak a legutóbbi időben vált tudatossá az a hatalmas veszély, amely a természetes környezet lerombolásával jár, valamint a veszélyes hatás az élelemlánc esetében.

A Föld egyre növekvő lakossága – amelyet táplálni kell –, az ivóvíz egyre nehezebb hozzáférhetősége jelzi, hogy kevés idő maradt arra, hogy folytassuk az anyag- és energiapocsékolást! Egyre nyilvánvalóbb, hogy az emberi társadalom egy olyan kritikus ponthoz érkezett, amikor a fenntartható fejlődésről nem elég csak politikai szövegek szintjén beszélni, hanem valóban tenni kell valamit. Értelemszerűen feltevődik a kérdés: mi is a valós hajtóereje az ipari és társadalmi fejlődésnek?

Mondhatnánk, hogy a fejlődés motorja az energiaforrások és a környezet iránti gondoskodás, de valójában igen keveset tettünk a környezet rombolása és a – minden irányba történő – pocsékolás megfékezésére. Ebből értelemszerűen adódik a másik kérdés: mi is a valós hajtóereje az ipari és gazdasági fejlődésnek? A válasz egészen nyilvánvaló: a gyors és korlátlan profitszerzés!

Az anyagtudomány az egyik alapvető tényező a negyedik ipari forradalom kiváltásában. Sokrétű, igen erős hatása van a társadalomra és annak jövőbeni fejlődésére, de a fejlődés és a környezet nem elválasztható kihívások. A fejlődésnél nem szabad elfelejteni a rendkívül bonyolult kölcsönhatások rendszerét, átfogva gazdasági, ökológiai, technológiai és társadalmi összefüggéseket. Az anyagtudománynak meg kell találnia azokat a tudományos, műszaki megoldásokat, amelyek segítségével megvédhető környezetünk és helyreállítható annak egészséges élete [11]. Többé nem mondhatjuk azt, hogy „ez nem az anyagtudomány feladata”, tehát hogy mi fog történni az anyagok „utóéletével”, az nem a mi gondunk!

Rendkívül fontos az a látásmód, ahogy az energia és környezet kérdését látjuk, és döntő jelentőségű lenne az a felismerés, hogy minden éremnek két oldala van. Az energia kérdését a figyelem középpontjába egyfelől a globális gazdaság, a kutatás-fejlesztés és az ipar állítja, az érem másik oldalát pedig – jó esetben – azok látják vagy/és mutatják meg, akik a környezet kérdéseire figyelnek:

a tömegek, a felelős politikusok és a tömegmédiá [12]. Ám végső soron az érem ugyanaz!

A cikkben ismertetni kívántam azokat a legfontosabb felismeréseket, amelyeket az ipar és a társadalom párhuzamos fejlődését tekintve az anyagtudomány és a technológia területén dolgozva érzelek. Véggöveztetésként, teljesen egyetértve azzal, idézem Jianguo Liu, a Michigan State University professzora gondolatait: „Itt az ideje, hogy alapvető felfedezésekhez integráljunk minden tudományágat és minden lehetséges megoldást, mert csak így tudunk megfelelni az egyre bonyolultabb és átszövődő kihívásoknak. Az egyedi megközelítése az olyan krízishelyzeteknek, mint a légszennyezés, a biodiverzitás elvesztése, a klímaváltozás, az élelem, a víz és az energia csökkenő tartalékai, nem csak hatástalan, de igen gyakran ártalmas, mivel még rosszabbá teszi ezeket a kríziseket az ellentmondásos egymáshatások és az előre nem látott következmények miatt.” [13]

Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Curry J. F., Babuska T. F., Furnish T. A., Ping Lu, Adams D. P., Kustas A. B., Nation B. L., Dugger M. T., Chandross M., Clark B. G., Boyce B. L., Schuh C. A., Argibay N.: *Achieving ultralow wear with stable nanocrystalline metals*. *Advanced Materials*, 30/32. (2018) 1802026, 1–7.
<https://doi.org/10.1002/adma.201802026>
- [2] Mike Ashby, University of Cambridge and Granta Design, Cambridge, 2014.
- [3] *Dodd-Frank Wall Street Reform and Consumer Protection Act*. Public Law 111-203, July 21, 2010, 1375–2223.
<https://www.congress.gov/111/plaws/publ203/PLAW-111publ203.pdf>
- [4] Tisza M., Czinege I.: *Comparative study of the application of steels and aluminium in lightweight production of automotive parts*. *International Journal of Lightweight Materials and Manufacture*, 1/4. (2018) 229–238.
<https://doi.org/10.1016/j.ijlmm.2018.09.001>
- [5] Frazier W. E.: *Metal additive manufacturing: A review*. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 23/6. (2014) 1917–1928.
<https://doi.org/10.1007/s11665-014-0958-z>
- [6] *Sandvik invests in metal powder plant*. *Heat processing*, 2. (2018) 14.
- [7] Kolozsvary Z.: *Surface engineering: its limits for engineering applications*. IFHTSE 19th International Congress, Glasgow, 2011.
- [8] Kolozsvary Z.: *Surface engineering: a bridge between 'avant-garde' and conventional materials and technologies*. 20. Congress of IFHTSE, Beijing, 2012.
- [9] Sudarshan T. S.: *Emulate to innovate*. SMT 31 – The 31st Edition of the International Conference on Surface Modification Technologies, July 5–7, 2017, Mons, Belgium.
- [10] Fan Xia, Lei Jiang: *Bio-inspired, smart, multiscale interfacial materials*. *Advanced Materials*, 20/15. (2008) 2842–2858.
<https://doi.org/10.1002/adma.200800836>
- [11] ScienceDaily: *Techniques could create better material, design in high consequence uses*. September 24, 2015.
www.sciencedaily.com/releases/2015/09/150924084023.htm
- [12] Cantonwine P. E.: *Educating materials engineers*. *Advanced Materials and Processes*, March 2006, 51–53.
- [13] Michigan State University, ScienceDaily: *World's challenges demand science changes*. 26 February 2015.

Műszaki kerámiák kutatása és ipari alkalmazásai: átlátszó ALON kerámiaanyagok előállítási módszerei és tulajdonságai

Research on Technical Ceramics and their Industrial Application: Preparation Techniques and Properties of Transparent ALON Ceramics

Balácsi Csaba, Furkó Mónika, Szira Fruzsina, Balácsi Katalin

Magyar Tudományos Akadémia, Energiatudományi Kutatóközpont, Műszaki Fizikai és Anyagtudományi Intézet, Budapest, Magyarország, balacsi.csaba@energia.mta.hu

Abstract

Aluminium oxynitride (ALON) has a unique thermal and chemical stability that makes it the perfect candidate for a wide range of applications. This article provides a brief description and comparison of the most common ALON preparation methods along with their advantages and disadvantages. Although there has been extensive research on the material, especially more recently because of increased commercial interest, extensive systematic powder synthesis and processing studies have not been carried out to determine alternate, more cost efficient routes to fully dense transparent bodies. Further optimization of reaction sintering and transient liquid phase sintering could be important processing routes.

Keywords: *ALON, transparent ceramics, hot isostatic pressing (HIP), spark plasma sintering (SPS).*

Összefoglalás

Az alumínium-oxinitrid (ALON) kerámiaanyagok hő- és kémiai stabilitása rendkívüli, éppen ezért széles körűen alkalmazzák különféle iparágakban. Ebben a cikkben röviden összefoglaljuk és összehasonlítjuk a napjainkban használatos főbb ALON-előállítási eljárásokat, kitérve a módszerek előnyeire és hátrányaira. Habár napjainkban a megnövekedett ipari kereslet következtében intenzív fejlesztések és kutatások folynak ALON-kerámiák előállítására, még mindig igény van olyan átfogó kutatásra, újfajta porszintézis és megmunkálás kidolgozására, melynek segítségével költséghatékonyabban és nagyobb mennyiségben lehetne előállítani tömör, ellenálló, átlátszó kerámiákat. Emellett a szinterelési körülmények és az átmeneti fázisú szinterelés optimalizálása is szükséges lépés.

Kulcsszavak: *ALON, átlátszó kerámiák, meleg izosztikus préselés (HIP), szikrakisüléses szinterelés (SPS).*

1. Bevezetés

Az ALON-kerámiát az 1970-es években fedezték fel, amikor Japán, amerikai és francia kutatók kimutatták, hogy alumínium-oxidhoz nitrogént adagolva egy új, spinelszerű fázis alakul ki. Ezt az átlátszó alumínium-oxinitrid kerámiaanyagot nevezték el később ALON-nak. A kerámiaanyag rendkívül egyedi tulajdonságokkal rendelkezik, ami kiválóan alkalmassá tette a legkülönbébb

ipari alkalmazásokra. Jelenleg a piacon elérhető ALON-por szemcsemérete átlagosan 150–200 µm között mozog, azonban újfajta eljárások kidolgozásával ez a szemcseméret csökkenthető, így a kerámia tulajdonságai is javulnak. Problémát okoz azonban, hogy a kerámiaanyag nagy keménysége miatt az utólagos megmunkálása és polírozása igen költséges folyamat [1].

Az ALON-kerámia egyedi tulajdonságai a speciális kristályszerkezetében rejlenek. Általános

ságban elmondható, hogy az oxigénatom nitrogénnel történő helyettesítése az Al_2O_3 -ban, vagy fordítva, oxigén bevitelle az AlN-fázisba egy teljesen új, stabil fázis kialakulását eredményezi, amelynek különböző a kristályszerkezete és a tércsoport-szimmetriája: romboéderes $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, köbös AlON vagy hexagonális AlN. Az AlON köbös, spinelszerű szerkezete alapján nitrogénnel stabilizált, köbös alumínium-oxidnak tekinthető. Sok tulajdonsága összevethető az $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ -éval, azonban a köbös szerkezetének köszönhetően megfelelő megmunkálással polikristályos, teljesen tömör és átlátszó anyag állítható elő [2]. Más tulajdonságai, úgymint a kis dielektromos veszteség azért alakulhat ki, mert a szemcsehatárok a hőtágulási folyamat hatására nem keletkezik maradék feszültség. Az AlN egy érdekes anyag, mivel az elméleti hővezető képessége szobahőmérsékleten – $150 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ – rendkívül nagy a dielektromos anyagokhoz képest, és ez összehasonlítható – vagy még nagyobb is lehet – sok fém esetével [3].

2. Az AlON-előállítási módszerek áttekintése

Az utóbbi években számos módszert dolgoztak ki kutatócsoportok tömör, polikristályos, transzparens AlON-kerámiák gyártására; ezek fő jellemzőit az 1. táblázatban foglaltuk össze [2–14]. McCauley [2] és mtsai munkájukban Al_2O_3 -AlN porkeverék reakciószinterelését végezték. Ezt az eljárást más kutatócsoportok is gyakran alkalmazzák [15, 16]. Az egyszerű szinterelés, a nagy nyomású szinterelés, valamint a nagy nyomású, meleg izosztatikus préselés (HIP) során AlON-porot használnak pórmentes, tömör, átlátszó AlON-kerámiák kialakítására. Az AlON-porokat általában Al_2O_3 és AlN porok reagáltatásával vagy Al_2O_3 karbotermális redukációjával hozzák létre. Azonban a különböző módszerekkel előállított AlON keménysége, rugalmassági modulusa, valamint szakítószilárdsága jelentősen különbözött, amit több tanulmányban publikáltak [17, 18].

1. táblázat. Az AlON-előállítási módszerek összefoglalása és jellemzői

Módszer	Fő jellemzők	Előnyök	Hátrányok	Hiv.
Szinterelés	Szinterelés nagy hőmérsékleten, atmoszférikus nyomáson	– Egyszerű – Költséghatékony	– Nagyobb hőmérséklet szükséges, mint a nagy nyomású eljárásoknál	[4]
Nagy hőmérsékletű melegpréselés (HP)	Egytengelyű nyomás és nagy hőmérséklet együttes alkalmazása	– Egyszerű – Nagy sűrűségű, jó minőségű termék állítható elő	– Drága (nagy nyomás és nagy hőmérséklet) – Csak egyszerű formájú termékek gyárthatók	[5]
Nagy hőmérsékletű meleg izosztatikus préselés (HIP)	Nagy hőmérséklet és hidrosztatikus nyomás alkalmazása a porok tömörítésére	– Nagy sűrűségű, jó minőségű termék állítható elő – A porok tömörítése rövidebb idő alatt és kisebb hőmérsékleten kivitelezhető a hagyományos szinterelési módszerekhez képest	– Drága (nagy nyomás és nagy hőmérséklet) – Bonyolult a gyártási folyamat – Kis mennyiségű termék állítható elő	[6, 7]
Szikrakisüléses szinterelés (SPS)	Az eljárás során nagy nyomáson, impulzusos áram hatására kialakuló, nagy hőmérsékleten történik a minták szinterelése, vákuumban	– Gyors felfűtés – Sokféle anyag szinterelése lehetséges – A porok tömörítése rövidebb idő alatt és kisebb hőmérsékleten kivitelezhető a hagyományos szinterelési módszerekhez képest	– Bonyolult a készülék, ezért a minták formájának kialakítása korlátozott – Nehéz működtetés – Drága, impulzusos áramgenerátor szükséges	[8–10]
Karbotermális szintézis (CT)	Az eljárásban grafitkémencében szinterelik a mintákat, különböző hőmérsékleten ($1700\text{--}1860\text{ }^\circ\text{C}$) és nyomáson ($0,1\text{--}10\text{ MPa}$), N_2 -gázban	– Egyszerű – Költséghatékony – Nagyon finom szemcsés porok állíthatók elő – Kicsi a fém szennyezőanyagok koncentrációja	– Nagyobb hőmérséklet és hosszabb reakcióidő szükséges – Bonyolult termikus bomlási folyamatok – Szénnel való szennyeződés	[13]
Közvetlen nitrálás	Termokémiai kezelés, mely során Al- Al_2O_3 porkeveréket használnak	– Egyszerű – Költséghatékony	– Kisebb átlátszóság – Rosszabb termékminőség	[14]

Az előzőekben említett módszerek fő hátránya a nagy szinterelési hőmérséklet és a hosszú szinterelési idő, így gazdaságosság szempontjából előnyös lehet ezek csökkentése, illetve lerövidítése anélkül, hogy a kerámia mechanikai tulajdonságaira káros hatással lenne.

3. Az ALON-előállítási módszerek fejlesztésének jelenlegi helyzete

A legelterjedtebben használt és legigéretesebb eljárások az iparban a melegpréselés (HP), a már említett meleg izosztatikus préselés (HIP) és a szikrakisüléses szinterelés (SPS). Shan és mtsai. [9] SPS-módszerrel állítottak elő ALON-kerámiát. Kísérleteikben Al_2O_3 - és AlN -porkeveréket használtak kiindulási anyagként. A szinterelést 1400 és 1650 °C között végezték 15–45 percig 40 MPa nyomáson N_2 -atmoszféra alatt. Azt találták, hogy az ALON-fázis az 1430 °C hőmérséklet felett szinterelt mintákban kezdett kialakulni. A kezdeti fázisok (Al_2O_3 és AlN) teljes átalakulása az 1650 °C-on 30 percig 40 MPa nyomáson szinterelt mintáknál történt meg. Ezen kívül a nagy SPS-hőmérséklet és a kis felfűtési sebesség együttesen nagyobb mennyiségű ALON-fázis kialakulását eredményezte ugyanannyi megmunkálási idő alatt.

A szikrakisüléses szinterelés hőmérsékletének 1430 °C-ról 1650 °C-ra történő növelésével szintén növelhető az ALON-fázis keletkezésének sebessége.

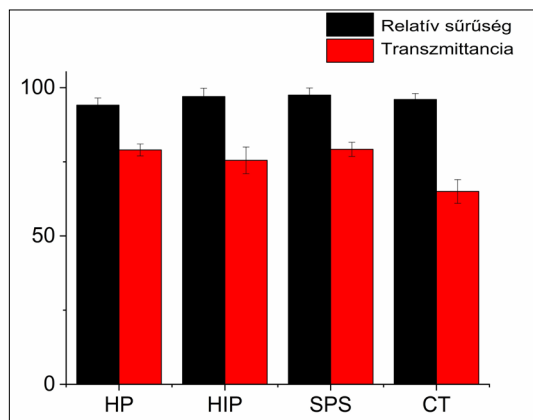
Habár a legtöbb tanulmány azt állítja, hogy az Al_2O_3 - és AlN -porok reagáltatásakor csak 1650 °C felett és 2 óra szinterelési idővel érhető el a tiszta és tömör ALON-fázis keletkezése, azonban az SPS-sel 1650 °C-on, 20 perc alatt, 50 °C/perc felfűtési sebességgel már nagyobb mint 98,5% relatív sűrűségű, tömör ALON-kerámia nyerhető [9]. Így elmondható, hogy megfelelő minőségű ALON-kerámiák SPS-módszerrel már kisebb hőmérsékleteken (<1650 °C), illetve rövidebb idő (5–15 perc) alatt is előállíthatók. A minták keménysége és relatív sűrűsége kissé megnövekedett, és szemcseméret-növekedést is megfigyeltek a növekvő reakcióidővel. Annak ellenére, hogy a relatív sűrűség megnövekedett és a pórusok fokozatosan eltűntek, az ALON szemcsemérete növekedett a szinterelési idő növelésével. A nagyobb szemcsék hatására a minták hajlítási modulusa és rugalmassági modulusa kisebb lett.

Azonban tömör ALON-kerámiák nem állíthatók elő szinterelési adalékanyagok alkalmazása nélkül, akár vákuumban, akár N_2 -atmoszféra alatt végezzük a szinterelést. Kutatások azt is kimutat-

ták, hogy a vákuumban szinterelt ALON-kerámiák mechanikai tulajdonságai jobbak a N_2 -atmoszférában készítettékhez képest [10, 11]. Adalékanyagok alkalmazásával az ALON-kerámiák szinterelés után visszamaradó porozitása minimálisra csökkenthető, kisebb szinterelési hőmérséklet alkalmazása elegendő a megfelelő és tömör kerámiaanyag kialakításához. Azonban fontos a másodlagos fázisok kialakulásának az elkerülése, amelyek rontanak a kerámia átlátszóságát [12].

Chen és mtsai. [7] HIP-módszer segítségével állítottak elő nagy átlátszóságú, tiszta ALON-kerámiákat mintegy 20 μm átlagos szemcseméretű, finom porból. Azt találták, hogy az adalékanyagoknak nagy szerepük van a kerámiák porozitásának csökkentésében. A HIP-es szinterelés alatt a pórusok sikeresen eltűntek. Azt is észrevették, hogy csak Y_2O_3 - vagy La_2O_3 -adalék alkalmazása helyett a $\text{Y}_2\text{O}_3/\text{La}_2\text{O}_3$ együttes alkalmazása sokkal hatásosabbnak bizonyult a megfelelő minőségű, pórusmentes kerámiák kialakításához. Az így kifejlesztett ALON-kerámiák átlátszósága elérte a 85%-ot 1100 nm hullámhosszon, még kis adalékanyag-koncentráció esetén is.

Az átlátszósági értékek függtek az előszinterelt ALON-minták mikroszerkezetétől is. A megfelelően nagy átlátszóságú, tömör ALON-mintadarabok (4,2 mm vastag) kialakításához 0,08% tömegarányú Y_2O_3 -ra és 0,02% La_2O_3 -ra volt szükség, ami sokkal kisebb az irodalomban eddig publikált 0,12% Y_2O_3 és 0,09% La_2O_3 -értékekhez képest nyomásmentes szinterelés alkalmazásakor. Az ALON-kerámiák relatív sűrűségeit és transzparenciaértékeit hasonlítjuk össze az 1. ábrán.



1. ábra. Különböző eljárásokkal készített ALON-minták relatív sűrűsége és átlátszósági értékei (a látható fény hullámhossz-tartományában). A relatív sűrűséget az ALON elméleti sűrűségéhez viszonyítva számoltuk, amely $3,71 \text{ g/cm}^3$

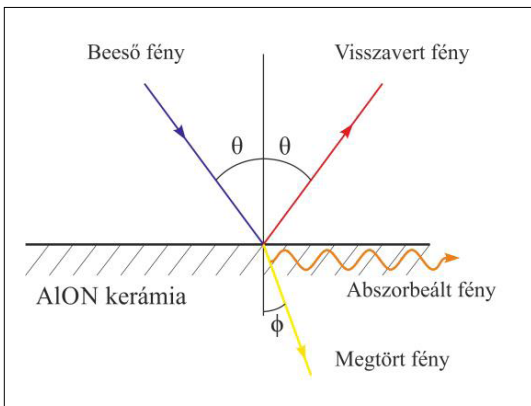
Látható, hogy a különböző módszerekkel készített ALON-minták relatív sűrűsége mindegyik esetben megközelíti a 100%-ot, ami azt bizonyítja, hogy mindegyik esetben tömör és tiszta kerámiaanyagot lehet nyerni.

Az irodalmi adatok részletes áttanulmányozásával azt tapasztaltuk, hogy a különféle eljárásokkal készített ALON-kerámia átlátszósága jelentősen különbözött. A legkisebb átlátszósági százalékokat a CT-módszer esetében mérték (~65%), míg a többi módszernél a látható fény hullámhossz-tartományában az átlátszóság jobb volt, 75% feletti. A legnagyobb értékeket az SPS-módszernél kapták (79,2±2,4%).

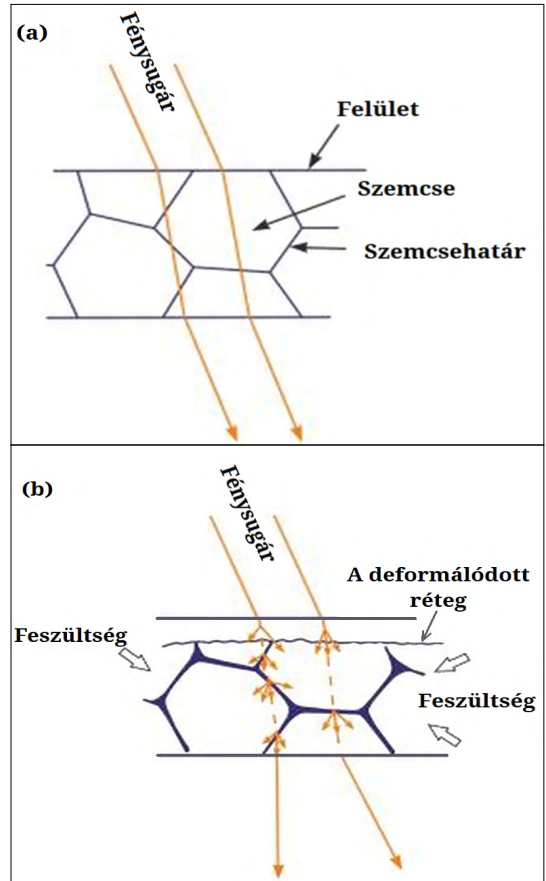
Napjainkban számos cég gyárt ALON-kerámiát különböző felhasználási területekre. Az átlátszó kerámiaanyagban a beeső, az átmenő és a visszaverődő fénysugár útját a 2. ábrán mutatjuk be.

A beeső fénysugár és az izotrop, polikristályos kerámiaanyagok közötti kölcsönhatás tovább vizsgálható a fény útjának a szemcsehatárokon történő megtörésének, illetve áthaladásának mechanizmusával. A fénytörés általában a kerámia felületén, illetve az egyes szemcsék határain következik be, ami az anyag törésmutatójának változását okozza, ezáltal hatással van annak optikai transzmittanciájára (3. ábra).

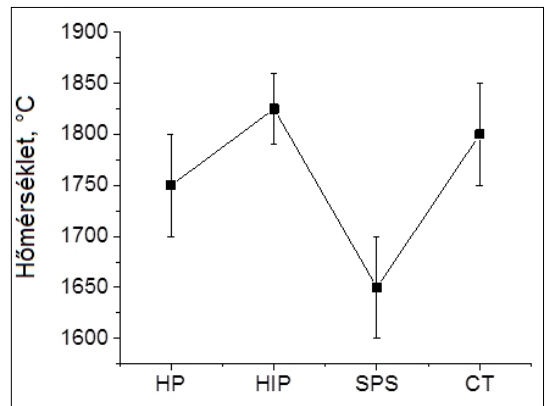
A 4. és 5. ábrán láthatóak a különböző előállítási módszerek során alkalmazott jellemző hőmérsékletek, illetve az előállított átlátszó kerámia keménységértékei. Az ábrákból látható, hogy az SPS-módszer esetében a legkisebb a szinterelési hőmérséklet és a legnagyobb az előállított kerámia keménysége. Az ALON-ok polikristályos kerámiaanyagok, amelyek az átláthatóságuk és jó mechanikai tulajdonságaik miatt sok területen kiválóan alkalmazhatók. Ezek lehetnek valós



2. ábra. Az átlátszó anyagban visszaverődött és megtört fénysugár útjának szematikusan ábrázolása

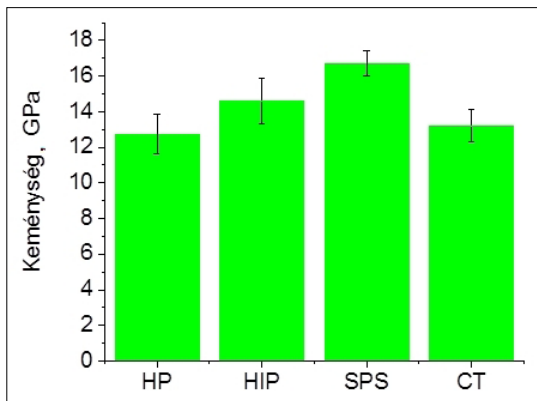


3. ábra. A beeső fénysugár és az izotrop, polikristályos kerámiaanyag közötti kölcsönhatás szematikusan ábrázolása. (a) Ideális, homogén polikristályos anyag, elméleti sűrűséggel: a fény nem szóródik a szemcsehatárokon. (b) Belső feszültséggel rendelkező polikristályos kerámiaanyag: a fény szóródik a nem homogén kristályszemcsék határain

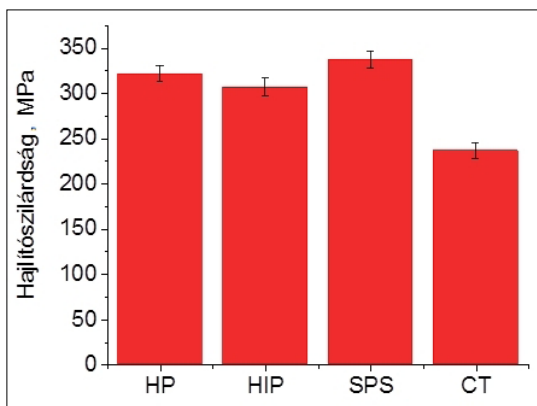


4. ábra. Különböző eljárások során alkalmazott általános szinterelési hőmérséklet tartományok

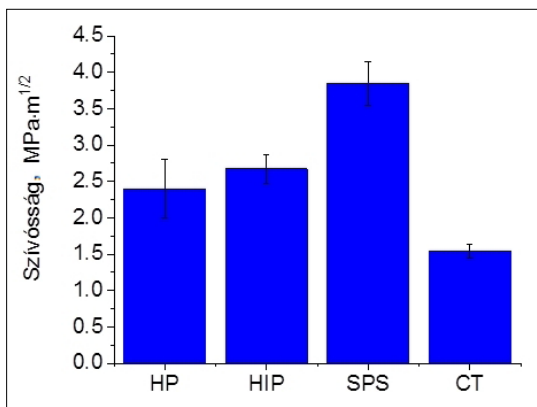
idejű diagnosztikai megfigyelések, átlátszó pán-célzatok, elektromágneses (EM) védőkupolák és ablakok, katonai repülőgépek és infravörös (IR) áteresztő ablakok, félgömb alakú kupolák, lézer-



5. ábra. Különböző eljárásokkal készített AlON-minták keménységértékei



6. ábra. Különböző eljárásokkal készített AlON-minták szilárdságértékei



7. ábra. Különböző eljárásokkal készített AlON-minták szakítószilárdságértékei

ablakok, katonai repülőgépek lencségei, félvezetőipari alkalmazások és szkenerablakok.

A 6. ábrán a különböző módokon készített AlON-minták szilárdságértékeit mutatjuk be. Látható, hogy a legnagyobb szilárdsággal az SPS-eljárással készített minta rendelkezik, valamint a HP- és HIP-módszerek esetében az eltérés nem számottevő. A legkisebb szilárdságú mintákat a karbotermális eljárás szolgáltatta.

Másik fontos mechanikai jellemző, ami a megfelelő ipari alkalmazáshoz elengedhetetlen, a töréssel szembeni szívósság vagy a szakítószilárdság. Ezen paraméter változása a különböző eljárásokkal készített mintáknál a 7. ábrán látható. Ebben az esetben is hasonló tendencia figyelhető meg, mint a hajlítószilárdság esetében.

Zhao és mtsai. [5] tanulmányozták a különféle adalékanyagok, úgymint SiC és ZrN nanorészecskék hatását az AlON-kerámiák mechanikai tulajdonságaira. Publikációjukban leírták, hogy a nanorészecskék beépülnek az AlON mikrorészecskék határfelületei közé, ezáltal csökkentik a minták porozitását és megváltoztatják a törési mechanizmust. Az adalékanyagok jelenléte kis mennyiségben (5-8% tömegarányban) is megnövelte a minták relatív sűrűségét, keménységét, javította a hajlítószilárdságát, valamint a szívósságát is. Li és mtsai. [11] SPS-eljárással készítették átlátszó AlON-kerámiát. Az eredményeik azt mutatták, hogy nem állítható elő tökéletesen tömör AlON-kerámia bizonyos mennyiségű adalékanyag jelenléte nélkül. Az adalékanyagok segítségével lecsökkenthető a szinterelési hőmérséklet és a szinterelési idő, azonban képződhetnek másodlagos fázisok az eljárás alatt, amik negatívan hathatnak a kerámia átlátszóságára, illetve a mechanikai tulajdonságaira.

4. Következtetések

A tudományos irodalom átfogó tanulmányozása alapján és az AlON átlátszó kerámiák gyártásának jelenlegi állása szerint kijelenthetjük, hogy a napjainkban elérhető és alkalmazott módszerek még mindig drágák, valamint energia- és időigényesek. Nagy hőmérséklet (1600–1900 °C) fenntartása szükséges hosszú időn keresztül, hogy a megfelelő fázisátalakulás és a porok kellő sűrűsége kialakuljon. Munkánk során olyan környezetbarát és gazdaságos AlON-előállítási eljárást tervezzünk kidolgozni, melyben kisebb hőmérsékleten vagy rövidebb szinterelési idő alatt alakítható ki a megfelelő tömörségű, átlátszó, AlON-fázisú kerámia. Ezáltal kevesebb energia felhasználására

lenne szükség. Emellett tervezzük az alumínium hulladékok (kannák, flakonok) újrahasznosítását a gyártási folyamatban mint alumíniumforrást, és így környezettudatossá tenni az eljárást.

Köszönetnyilvánítás

A kézirat az ALON-kerámiák környezetkímélő előállítására és vizsgálatára (NNE129976-NKFIH) projekt támogatásával készült.

Szakirodalmi hivatkozások

- [1] McCauley J. W., Patel P., Chen M., Gilde G., Strassburger E., Paliwal B., Ramesh K. T., Dandekar D. P.: *AlON: A brief history of its emergence and evolution*. Journal of the European Ceramic Society, 29/2. (2009) 223–236.
<https://doi.org/10.1016/j.jeurceram-soc.2008.03.046>
- [2] McCauley J. W., Corbin N. D.: *Phase Relations and Reaction Sintering of Transparent Cubic Aluminium Oxynitride Spinel (AlON)*. Journal of the American Ceramic Society, 62/9–10. (1979) 476–479.
<https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1979.tb19109.x>
- [3] McCauley J. W.: *Structure and Properties of Aluminium Nitride and AlON Ceramics*. Army Research Laboratory Aberdeen Proving Ground, (2002) MD 210053069.
<https://doi.org/10.1016/B0-08-043152-6/00028-0>
- [4] Shan Y., Zhang Z., Sun X., Xu J., Qin Q., Li J.: *Fast densification mechanism of bimodal powder during pressureless sintering of transparent AlON ceramics*. Journal of the European Ceramic Society, 36/3. (2016) 671–678.
<https://doi.org/10.1016/j.jeurceram-soc.2015.10.026>
- [5] Zhang N., Liang B., Wang X. Y., Kan H. M., Zhua K. W., Zhao X. J.: *The pressureless sintering and mechanical properties of AlON ceramic*. Materials Science and Engineering A, 528/19–20. (2011) 6259–6262.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.04.072>
- [6] Jiang N., Liu Q., Xie T., Ma P., Kou H., Pan Y., Li J.: *Fabrication of highly transparent AlON ceramics by hot isostatic pressing post-treatment*. Journal of the European Ceramic Society, 37/13. (2017) 4213–4216.
<https://doi.org/10.1016/j.jeurceram-soc.2017.04.028>
- [7] Chen F., Zhang F., Wang J., Zhang H., Tian R., Zhang Z., Wang S.: *Hot isostatic pressing of transparent AlON ceramics with Y_2O_3/La_2O_3 additives*. Journal of Alloys and Compounds, 650. (2015) 753–757.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2015.08.028>
- [8] Xue J. M., Liu Q., Xiu T., Ma L., Fang M., Gui L.: *Hot-Pressed Translucent Aluminum Oxynitride (AlON) Ceramics*. Key Engineering Materials, 368–372. (2008) 450–452.
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.368-372.450>
- [9] Shan Y., Zhang Z., Sun X., Xu J., Qin Q., Li J.: *Further experimental investigation on fast densification mechanism of bimodal powder during pressureless sintering of transparent AlON ceramics*. Ceramics International, 43/11. (2017) 8195–8201.
<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2017.03.146>
- [10] Sahin F. C., Kanbur H. E., Apak B.: *Preparation of AlON ceramics via reactive spark plasma sintering*. Journal of the European Ceramic Society, 32/4. (2012) 925–929.
<https://doi.org/10.1016/j.jeurceram-soc.2011.10.043>
- [11] Li X., Huang J., Luo J.: *Progress and Challenges in the Synthesis of AlON Ceramics by Spark Plasma Sintering*. Transactions of the Indian Ceramic Society, 76/1. (2017) 14–20.
<https://doi.org/10.1080/0371750X.2016.1257956>
- [12] Zientara D., Bucko M. M., Lis J.: *Dielectric properties of aluminium nitride- γ -AlO materials*. Journal of the European Ceramic Society, 27/13–15. (2007) 4051–4054.
<https://doi.org/10.1016/j.jeurceram-soc.2007.02.093>
- [13] Zheng J., Forslund B.: *Carbothermal Synthesis of Aluminium Oxynitride (AlON) Powder: Influence of Starting Materials and Synthesis Parameters*. Journal of the European Ceramic Society, 15/11. (1995) 1087–1100.
[https://doi.org/10.1016/0955-2219\(95\)00078-9](https://doi.org/10.1016/0955-2219(95)00078-9)
- [14] Su M., Zhou Y., Wang K., Yang Z., Cao Y., Hong M.: *Highly transparent AlON sintered from powder synthesized by direct nitridation*. Journal of the European Ceramic Society, 35. (2015) 1173–1178.
- [15] Kim Y. W., Park B. H., Park H. C., Lee Y. B., Oh K. D., Riley F.: *Sintering, microstructure and mechanical properties of AlON–AlN particulate composites*. British Ceramics Transactions, 97/3. (1998) 97–104.
- [16] Kim Y. W., Park H. C., Lee Y. B., Oh K. D., Stevens R.: *Reaction sintering and microstructural development in the system Al_2O_3 –AlN*. Journal of the European Ceramic Society, 21/13. (2001) 2383–2391.
[https://doi.org/10.1016/S0955-2219\(01\)00200-X](https://doi.org/10.1016/S0955-2219(01)00200-X)
- [17] Trabelsi R., Treheux D., Goeuriot-Launay D., Goeuriot P., Thevenot F., Orange G. et al.: *Friction, wear resistance and mechanical properties of an alumina- γ -aluminum oxynitride composite (ALUMINALON)*. In: High Tech Ceramics. (ed. P. Vincenzini) Elsevier Sci. Pub., (1987) 2683–2695.
- [18] Berriche Y., Vallayer J., Trabelsi R., Treheux D.: *Severe wear mechanisms in Al_2O_3 –AlON ceramic composites*. Journal of the European Ceramic Society, 20/9. (2000) 1311–1318.
[https://doi.org/10.1016/S0955-2219\(99\)00294-0](https://doi.org/10.1016/S0955-2219(99)00294-0)

Szálkisajtolással készült munkadarab anyagréteg- vastagságának vizsgálata

Examination of Layer Thicknesses of a Model Produced by Fused Filament Extrusion

Dezső Gergely,¹ Dezső Gergely²

¹ ifj., Debreceni Egyetem, Műszaki Kar, Épületgépészeti és Létesítménymérnöki Tanszék, Debrecen, Magyarország, gergelydsd@gmail.com

² Nyíregyházi Egyetem, Műszaki és Agrártudományi Intézet, Műszaki Alapozó, Fizika és Gépgyártás-technológia Tanszék, Nyíregyháza, Magyarország, dezso.gergely@nye.hu

Abstract

Nowadays additive manufacturing continues to gain more and more space in industrial technology. In particular, FDM (fused deposition modelling) machines have become easily available to the public. Quality of parts is impacted by several factors. In this study we investigate layer thicknesses of a prototype manufactured from PLA, and we pay special attention to the thickness of sequentially deposited layers.

Keywords: *additive manufacturing, material extrusion, 3D printing, fused deposition modeling.*

Összefoglalás

Napjainkban a 3D nyomtatás egyre nagyobb teret hódít. A kereskedelmi forgalomban egyre könnyebben elérhető az FDM (fused deposition modelling) technológiát alkalmazó nyomtatók. Az elkészült munkadarab minőségét több tényező is meghatározza. Jelen tanulmányban PLA anyagból készült testeket felépítő rétegek vastagságát vizsgáljuk.

Kulcsszavak: *additív gyártás, anyagkisajtolás, 3D nyomtatás, szálkisajtolás.*

1. Bevezetés

Napjainkban az additív gyártási (AM, additive manufacturing) eljárások fejlesztése és az ipari termelésbe való bevonása töretlenül zajlik. Az AM-eljárások sokfélesége miatt szinte minden területen van lehetőség az alkalmazásra. Kihívást jelent az, hogy az ilyen módon előállított termékek versenyképesek legyenek a piacon [1].

Az anyagkisajtolásos AM-eljárások közül elterjedt a szálkisajtolás (fused deposition method, fused filament fabrication). Nem csupán műanyagok alakíthatók ilyen eljárással [2, 3], de sikeres kísérleteket valósítottak meg tömbös fémüvegekkel [4] és kerámiatartalmú szálakkal [5] is.

A versenyképes termék előállításának egyik fontos feltétele a méretpontosság és alakhelyesség biztosítása [6]. Jó eredményeket lehet elérni

állandó hőmérséklet mellett, a pálya görbületétől függően változó, szabályozott tömegárammal végzett kisajtolással [7].

A gyártott modellek tulajdonságai és a gyártási eljárás közötti összefüggések vizsgálatokor gyakran figyelembe vett paraméterek a rétegvastagság, a nyomtatási hőmérséklet, a raszter irányszöge, a nyomtatási sebesség és a modell munkatéren belüli orientációja. Kimutatható, hogy ABS (akrilonitril-butadién-sztirol) esetén a rétegvastagság jelentősen befolyásolja a szakítószilárdságot, a hajlítószilárdságot és az ütőmunkát is [8, 9].

Az additív gyártási eljárásokra kidolgozott szimulációs módszerekben szintén fontos szerephez jutnak a feldolgozási paraméterek, köztük a rétegvastagság is [10].

Több tanulmány megerősíti, hogy a PLA (politejsav, polylactic acid) anyagból additív gyártással

készült testek mechanikai tulajdonságait lényegesen befolyásolja az alkalmazott rétegvastagság [11, 12].

Fontos és érdekes tendencia, hogy számos AM-eljárás egyre szélesebb körben elérhető szinte minden ember számára. Ezek közül kiemeljük az FDM (fused deposition modelling) eljárást, melyet magyar nyelven szálkiszajtolásos eljárásnak is neveznek.

A piacon igen nagy számban kaphatók gyártóberendezések. Arról egyelőre keveset lehet tudni, hogy pontosan milyen szerkezetűek azok a testek, amelyek ezekkel a 3D-s nyomtatókkal készülnek.

Ebben a tanulmányban szálkiszajtolásos 3D-s nyomtatással készült testek rétegvastagságára összpontosítunk.

2. A próbatetek gyártása

Az additív gyártással készített műanyag testek mikroszerkezetének tanulmányozására egy egyszerű és hatékony módszer a Charpy-féle ütővizsgálathoz készített próbatetek töretfelületének elektronmikroszkópos vizsgálata [16].

A szabványos méretű próbatesteket a kereskedelmi forgalomban kapható, Creality Cr-10 típusú, FDM-eljárást alkalmazó 3D-s nyomtatóval gyártottuk (1. ábra). A próbatetek mérete $80 \times 10 \times 4$ mm. A próbatetek egyik oldalán, középen 45 fokos bemetszés található, melynek lekerekítési sugara 0,25 mm. Ez a bemetszés nem utólagos megmunkálással (anyageltávolítással), hanem a próbatest gyártásával egyidejűleg készült el.

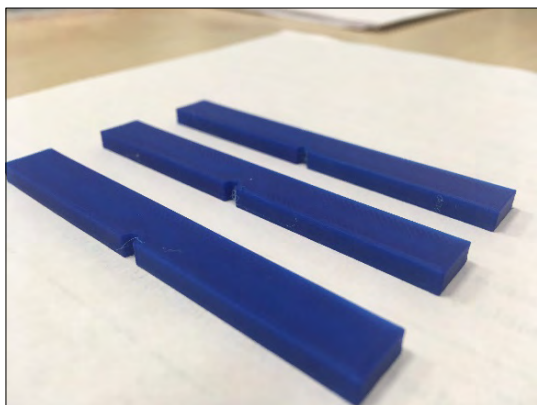


1. ábra. A próbatetek gyártásához használt 3D nyomtató, a Creality Cr 10

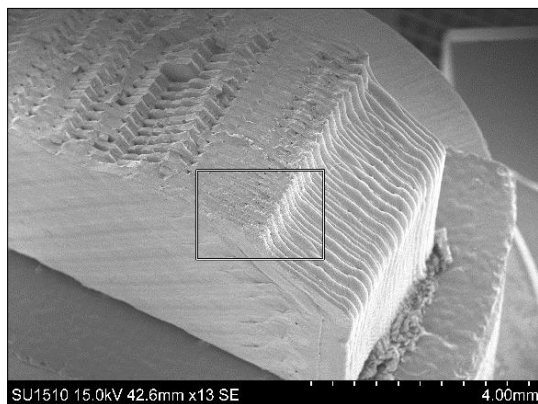
A próbatetek elkészítésére használt gyártóeszköznek a befoglaló méretei 615×600×490 mm, amelyből a nyomtatási tér 300×300×400 mm. A fúvóka átmérője 0,4 mm. Használható benne 0,3 és 0,2 mm átmérőjű fúvóka is. A réteg magassága 0,05 mm-től 0,4 mm-ig változtatható 0,05 mm nagyságú lépésekkel. A gyártás méretpontossága ±0,1 mm. A legnagyobb nyomtatási hőmérséklet 250 °C. Fűthető asztala van, melynek vízszintbe való állítását manuálisan kell elvégezni.

A berendezés többféle műanyagból képes gyártani. Ilyenek például a PLA, ABS, TPU (termoplasztikus PUR-elasztomer).

Az előzetesen elkészített 3D-s testmodellt STL-formátumba mentettük el. Ezt a Cura, ingyenes és napjainkban igen elterjedten alkalmazott, előkészítő szoftverrel dolgoztuk fel. Ez a szoftver rétegekre bontja a testmodellt, és felületet biztosít a geometriai, a gyártási és a gyártó berendezést jellemző változók megadásához. A Cura kimenete egy olyan fájl, amelyet a 3D-s nyomtató irányítására lehet használni (G-kód).



2. ábra. A kinyomtatott próbatetek



3. ábra. A töret felületének áttekintő képe

A próbatetek anyaga PLA (sötétkék színű), a főbb gyártási adatok a következők voltak: fejhőmérséklet 205 °C, asztalhőmérséklet 70 °C, rétegvastagság 0,1 mm, nyomtatási sebesség 60 mm/s, a kitöltöttség 100%.

A próbatetek szálalrendezése 45 fokos volt. Ez a 3. és a 6. ábrán is megfigyelhető.

3. Elektronmikroszkópos vizsgálat

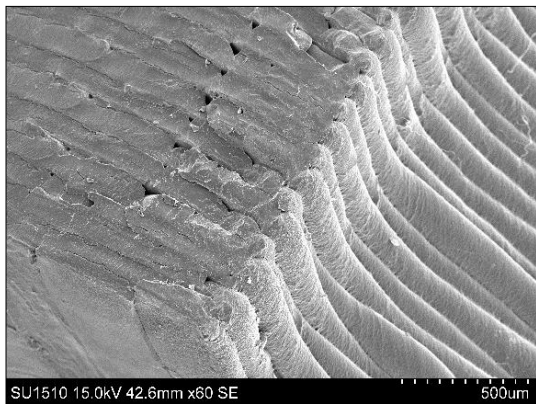
3.1. Az elektronmikroszkóp

A Nyíregyházi Egyetem elektronmikroszkópai laboratóriumában HITACHI SU-1510 pásztázó elektronmikroszkóp található. Ennek gyorsítófeszültsége legfeljebb 15 kV, a nagyítása 10 és 10 000 között változtatható. A mintatartójába legfeljebb 150 mm nagyságú tárgy helyezhető el. Minél kisebb a minta, annál több lehetőség van arra, hogy több oldalról is meg lehessen vizsgálni.

3.2. Minta-előkészítés

A Charpy-féle ütőművel eltört próbatest egyik darabjáról levágtuk azt a részt, amelyen a töret volt. Erre azért volt szükség, hogy az elektronmikroszkóp tárgyasztalára ráférjen a minta. A minta felületét vékony aranyréteggel kellett bevonni a statikus feltöltődés elkerülése érdekében, ami a jó minőségű képalkotás miatt szükséges.

A 3. ábra mutatja az elektronmikroszkóp tárgyasztalára rögzített minta áttekintő képét. Az ábra jobb oldalán látható, mélyebben fekvő rész a próbatest bemetszésének felülete, tehát ez nem része a töretfelületnek. A bal oldali rész a töret. Az ábrán négyzettel jelölt részlet felnagyított képét a 4. és 5. ábrák mutatják. Ezeken jól meg lehet figyelni és össze lehet hasonlítani az eredeti és az eltört felületek szerkezetét. Az eredeti felü-



4. ábra. A 3. ábrán téglalappal jelölt részlet nagyobb nagyításban

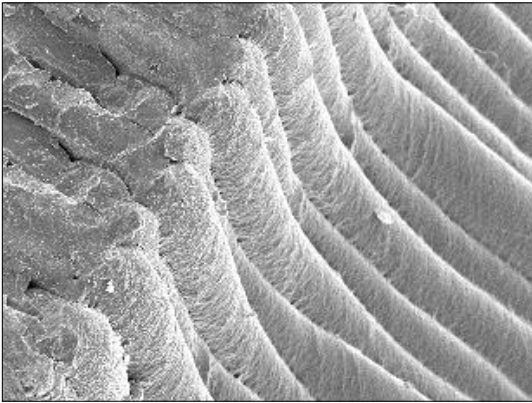
leten a rétegek kitüremkednek és egymásra torlódnak. Ez az oka annak, hogy az eredeti felület rétegvastagság mérése nem alkalmas.

A töretfelületen a rétegek jól elkülönülnek egymástól és nem deformáltak. Ezért használtuk a töretfelületet a rétegvastagság vizsgálatára.

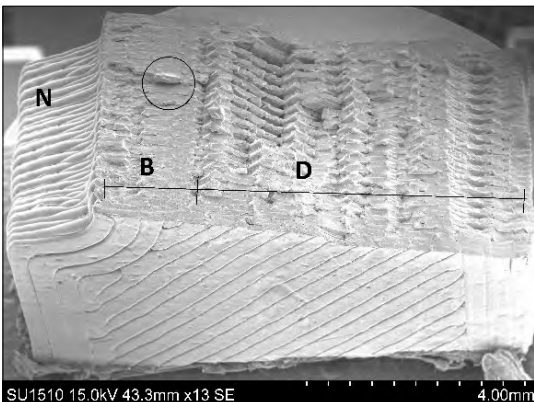
A töretfelületet érdemes megsejmelni más nézetből is, ezt mutatja a **6. ábra**.

A **6. ábrán** látható töretfelületen elkülöníthető egy olyan tartomány, amelyen a felszín simább, és egy olyan, amelyen a felszín tagoltabb. A két eltérő felszín arra utal, hogy a törés folyamata kissé eltérő a két tartományban. Módszerünkkel ez részletesen nem vizsgálható. Általában a simább felület ridegebb, a tagoltabb felület szívósabb törésre enged következtetni.

A nyomtatott rétegek közötti delamináció nem figyelhető meg.



5. ábra. A próbatest felszínén megfigyelhető réteges szerkezet, amely a rétegek egymásba nyomódása és felgyűrődése miatt nem használható mérésre



6. ábra. A töretfelület jellegzetes részei. N: a bemetszés eredeti felszíne, B: ridegebb törést mutató tartomány, D: szívósabb törést mutató tartomány

A **6. ábrán** bekarikázott rész egy olyan repedést mutat, amely merőleges a szálirányra.

Meg kell jegyezni, hogy a tagolt, lépcsős felszíni felület szerkezete emlékeztet az additív gyártás során alkalmazott szálrendezési mintázatra.

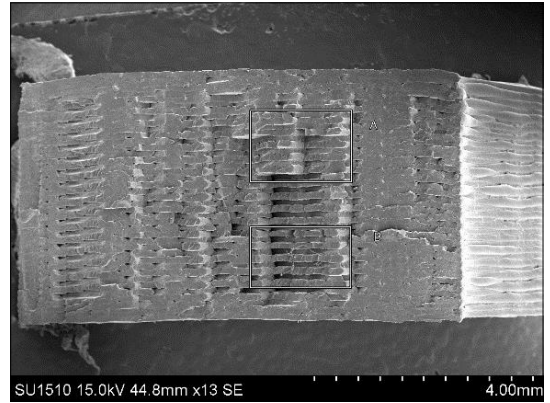
A rétegvastagság mérésére a felületnek az a része alkalmasabb, amely tagoltabb, mert ott könnyebb felismerni a rétegek határait.

Vizsgáltuk a mintában a rétegvastagságot.

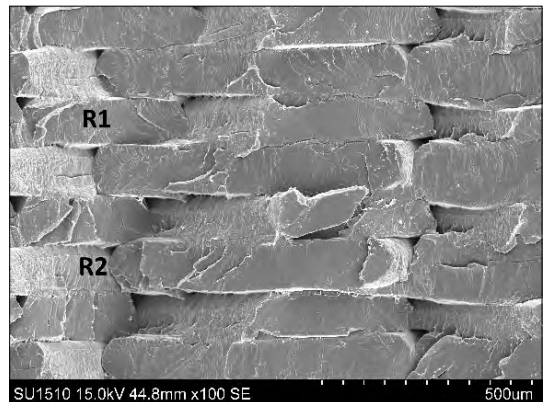
3.3. A rétegvastagság vizsgálata

A nyomtatás névleges rétegvastagsága 0,1 mm, a próbatest vastagsága 4 mm, tehát 40 réteg építi fel azt.

A **8. ábra** a töretfelület egy részletét mutatja, amelyben 8 réteg látható. A törési kép alapján meg lehet különböztetni az egymás alatt elhelyezkedő, eltérő száliránnyal felépített rétegeket.



7. ábra. A töretfelület két részlete, melyeket a rétegvastagság mérésére használtunk (A és B)



8. ábra. A töretfelület egy részlete, amelyet a rétegvastagság mérésére is felhasználtunk (A)

Ez alkalmat ad a rétegvastagság mérésére.

Olyan részleteket választottunk a töretfelületen, amelyeken jól megfigyelhető a rétegek határa. Ez elengedhetetlen feltétele az optikai információk alapján történő adatfelvételnek. A **7. ábra** mutatja a töretfelületnek azt a két részletét, melyeket kiválasztottunk erre a célra.

Már a mérés előtti szemrevételezéssel is megállapítható, hogy a rétegek nem azonos vastagságúak, és az is, hogy egy rétegen belül is változhat a vastagság. Ezért több rétegen végeztünk méréseket.

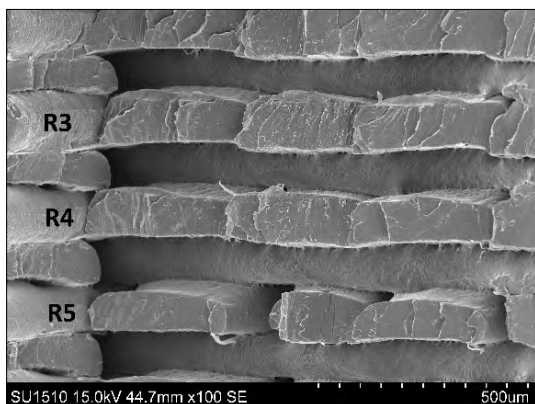
Három olyan réteget választottunk ki, amelyekben látható az eltört szálak keresztmetszete.

1. táblázat. Az 5. ábrán látható struktúra rétegeinek vastagságára vonatkozó mérési eredmények mikrométer egységekben

	a (μm)	b (μm)	c (μm)	d (μm)	e (μm)	Átlag (μm)	Szórás (μm)
R1	117	113	121	124	106	116	7,05
R2	119	129	130	119	126	125	5,32
R3	128	116	128	118	122	122	5,55
R4	108	106	100	116	105	107	5,83
R5	97,2	91,3	116	120	94,2	104	13,26

2. táblázat. Az 1. táblázatban látható adatok próbat statisztikai

Réteg jele	u
R1	5,07
R2	10,51
R3	8,86
R4	2,68
R5	0,67



9. ábra. A töretfelület másik részlete, amelyet a rétegvastagság mérésére is felhasználtunk (B)

Minden rétegen öt, egymástól egyenlő távolságban elhelyezkedő mérési pontot választottunk ki. A vastagság leolvasására az elektronmikroszkóp feldolgozó szoftverét használtuk, amely a kiválasztott pontok távolságát közvetlenül megadta, mikrométer egységekben.

A próbatést tört felületén kiválasztottunk egy másik részletet, ahol további két rétegre vonatkozóan olvastunk le vastagságadatokat. Ezt a felületrészletet mutatja a **9. ábra**.

A leolvasott adatokat az **1. táblázat**ban foglaltuk össze.

Az **1. és 2. táblázat** adataiból azt lehet megállapítani, hogy a rétegvastagság átlagértékben minden esetben nagyobb, mint a beállított 0,1 mm.

Azt, hogy a névleges értékétől a rétegvastagság értékek sokaságának átlaga szignifikánsan különbözik-e, statisztikai próbával lehet vizsgálni. Feltételezzük, hogy a rétegvastagság-értékek normális eloszlásúak, és az **1. táblázat** utolsó oszlopában szereplő korrigált empirikus szórásokkal közelítjük a sokaság varianciáját. Egymintás u-próbát végzünk annak vizsgálatára, hogy az átlagértékek szignifikánsan térnek-e el a névleges rétegvastagságtól. Az u próbat statisztika értékeit a **2. táblázat** mutatja be. Kétoldali ellenhipotézist alkalmazunk.

Az első négy esetben 0,005-ös szignifikanciaszinten is kijelenthető, hogy a rétegvastagság szignifikánsan nagyobb a névleges értéknél. Az ötödik rétegből felvett adatok esetén nem mutatható ki szignifikáns eltérés.

A mérési adatok rétegen belüli szórása nagy. A rétegvastagságok átlagának átlaga 114,4 μm , az átlagok szórása 7,71 μm .

4. Következtetések

Megállapítható, hogy a próbatetek törete jellegzetes lépcsős szerkezettel rendelkezik, ami a kisajtott szálak elrendezésének mintázatát tükrözi.

A rétegvastagság helyről helyre nagy szórással változik, ugyanakkor az öt minta közül négy esetben szignifikánsan nagyobb, mint a beállított 0,1 mm.

Köszönetnyilvánítás

Köszönjük Fecskovics Miklósnak a próbatetek gyártását.

Köszönjük a Nyíregyházi Egyetem Anyagvizsgáló Laboratóriumának és Elektronmikroszkóp Laboratóriumának az anyagvizsgálatokban nyújtott közreműködést.

Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Tofail S. A. M. et al.: *Additive manufacturing: scientific and technological challenges, market uptake and opportunities*. Materials Today, 21/1. (2018) 22–37. <https://doi.org/10.1016/j.mattod.2017.07.001>
- [2] Wu H. et al.: *Multi-functional ULTEM™1010 composite filaments for additive manufacturing using fused filament fabrication (FFF)*. Additive Manufacturing, 24. (2018) 298–306. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.10.014>
- [3] Brenken B. et al.: *Fused filament fabrication of fiber reinforced polymers: A review*. Additive Manufacturing, 21. (2018) 1–16. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.01.002>
- [4] Nötzel D., Eickhoff R., Hanemann T.: *Fused filament fabrication of small ceramic components*. Materials, 11/8. (2018) 1463–1468. <https://doi.org/10.3390/ma11081463>
- [5] Gibson M. A. et al.: *3D printing metals like thermoplastics: fused filament fabrication of metallic glasses*. Materials Today, 21/7. (2018) 697–702. <https://doi.org/10.1016/j.mattod.2018.07.001>
- [6] Dezső G., Százvai A., Kósa P.: *Additív gyártással készített testek alakhelyességének vizsgálata*. In: Fiala Műszakiak Tudományos Ülésszaka XVII., Kolozsvár/Cluj, Románia, Műszaki Tudományos Füzetek 2012. 99–102. <https://eda.eme.ro/handle/10598/15520>
- [7] Ertay D. S. et al.: *Synchronized material deposition rate control with path velocity on fused filament fabrication machines*. Additive Manufacturing, 19. (2018) 205–213. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2017.05.011>
- [8] Huang B. et al.: *Study of processing parameters in fused deposition modeling based on mechanical properties of acrylonitrile-butadiene-styrene filament*. Polymer Engineering and Science, 59. (2019) 120–128. <https://doi.org/10.1002/pen.24875>
- [9] Marat-Mendes R. et al.: *Effect of fused filament fabrication processing parameter on the mechanical properties of PLA components*. In: XVI. Portuguese Conference of Fracture, Covilha, Portugal (2018) <https://www.researchgate.net/publication/325847551>
- [10] Bikas H., Stavropoulos P., Chryssolouris G.: *Additive manufacturing methods and modelling approaches: a critical review*. International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 83. (2016) 389–405. <https://doi.org/10.1007/s00170-015-7576-2>
- [11] Chacón J. M. et al.: *Additive manufacturing of PLA structures using fused deposition modeling: Effect of process parameters on mechanical properties and their optimal selection*. Materials and Design, 124. (2017) 143–157. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.03.065>
- [12] Camargo J. C. et al.: *Mechanical properties of PLA-graphene filament for FDM 3D printing*. International Journal of Advanced Manufacturing Technology, (2019) (online) <https://doi.org/10.1007/s00170-019-03532-5>

Polimerszálak előállításá PET-palackból elektrosztatikus szálképzéssel

Electrospinning of Polymer Fibres Using Recycled PET

Gergely Attila,¹ Kántor József,² Bitay Enikő,^{3,4} Biró Domokos⁵

¹ Sapientia Erdélyi Magyar Tudományegyetem, Marosvásárhelyi Kar, Gépészmérnöki Tanszék, Marosvásárhely, Románia, agergely@ms.sapientia.ro

² Elitex Prodexim Kft., Mezőcsávás, Románia, jkantor106@gmail.com

³ Sapientia Erdélyi Magyar Tudományegyetem, Marosvásárhelyi Kar, Gépészmérnöki Tanszék, Marosvásárhely, Románia

⁴ Erdélyi Múzeum-Egyesület Kutatóintézet, Kolozsvár, Románia, bitay@eme.ro

⁵ Sapientia Erdélyi Magyar Tudományegyetem, Marosvásárhelyi Kar, Gépészmérnöki Tanszék, Marosvásárhely, Románia, dbiro@ms.sapientia.ro

Abstract

The recycling of polymer materials is still unresolved to this day, and this has devastating effect on the environment. This study examines an alternative method to PET recycling that is the generation of polymer fibres and fibre mats for filtration applications. The electrospinning instrumentation used in this study, had to be designed and built, in order to carry out the research. We have managed to produce PET fibres with 200–600 nm diameter, and free-standing fibre mats that could potentially be used in filtration applications.

Keywords: *polymer fiber, electrospinning, recycling, PET.*

Összefoglalás

A polimer anyagok újrahasznosítása napjainkig megoldatlan probléma, mely nagymértékben hat a környezetre. A tanulmány a PET-palackok újrahasznosításának egy potenciális formáját mutatja be, mely szűrőberendezésekhez alkalmas membránok előállítása PET-palackokból elektrosztatikus szálképzési eljárással. A tanulmány a szálképzés technológiai paramétereinek hatását vizsgálta a keletkezett polimerszálak átmérőjére. A kutatáshoz szükséges berendezés elkészítése után 200–600 nm átmérőjű polimerszálakat, illetve összefüggő membránokat sikerült létrehozni.

Kulcsszavak: *polimerszál, szálképzés, újrahasznosítás, PET.*

1. Bevezető

A poli(etilén-tereftalát) (PET) palackok újrahasznosítása égető probléma, mivel szinte kizárólag ezt az anyagot használják víz és különböző üdítők palackozására. 2012-ben az Amerikai Egyesült Államokban a szemét 12,7%-át a polimer anyagok tették ki [1, 2]. Az összes polimerhulladék 9%-a volt újrahasznosítva, aminek 30%-át PET-palackok tették ki [3]. Az újrahasznosított PET anyagot felhasználják autóalkatrészek gyártásában, csomagolóanyagként, tárolóegységekben, különféle textilekben és fóliákban [4]. Emellett a tiszta

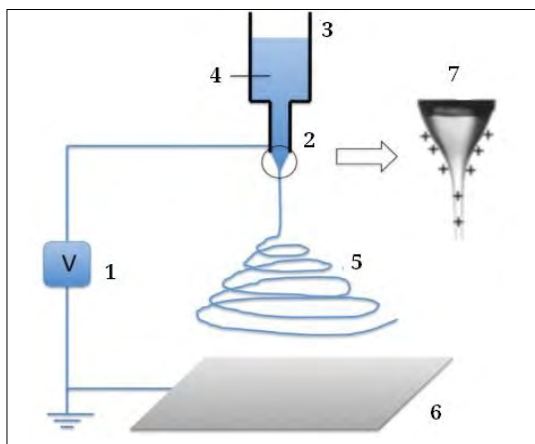
PET anyagot alkalmazzák védőruházat, membránok, orvosi felszerelések és szűrőbetétek alapanyagaként [5, 6].

A palackokhoz használt PET részben kristályos szerkezetű, nagyon jók a szilárdság jellegű mechanikai tulajdonságai, ellenáll a környezeti hatásoknak, illetve 70 °C hőmérsékletig megőrzi alakját [7, 8]. Az újrahasznosított PET, mivel több anyaggal érintkezett a gyártás és a felhasználás folyamán, nem alkalmas orvosi alkalmazások kifejlesztésére. Figyelembe véve a levegőszennyezés növekedését [9] és a PET mechanikai tulajdonságait [10],

az újrahasznosított PET használata szűrőberendezés kifejlesztésében igen hasznosnak bizonyulhat.

Polimer szűrőberendezések létrehozásához polimerszálakat kell képezni. Nano- és mikrométer nagyságrendű átmérőjű polimerszálakat – többek között – elektrosztatikus szálképzési eljárással lehet előállítani. Ennek is két típusa van: az egyik típus polimerolvadékot használ fel a szálképzéshez, a másik típus polimeroldatot [11]. Az első variáns, az ömledékes szálképzés, angolul „melt spinning” néven ismert a szakirodalomban. Ezen eljárás hátrányai közé tartozik a nagy energiaszükséglet, mely a polimerolvadék előállításához szükséges, a nem megfelelő kontroll a polimerszálak méretét tekintve, illetve az, hogy relatíve nagy átmérőjű szálakat eredményez (mikrométer nagyságrendű) [12]. Újrahasznosított PET-ből ezzel az eljárással 30 μm átmérőjű szálak előállítását valósították meg [8]. Az oldatos szálképzési eljárások révén nyert polimerszálak mérete viszont nagyon jól kontrollálható [10].

Az 1. ábra a szálképző berendezés vázát mutatja. A berendezésnek 3 fő komponense van: egy egyenáramú, nagyfeszültségű tápegység, egy tartály, mely a polimeroldatot tartalmazza és egy kis átmérőjű nyílása van, valamint egy kollektor, mely a polimerszálak felfogására szolgál. Az elektrosztatikus szálképzésnél a nagyfeszültségű tápegység által létrehozott villamos tér segíti elő az elektrosztatikusan töltött polimer folyadék-



1. ábra. Polimerszálak előállítása elektrosztatikus szálképzéssel polimeroldatból [14]. 1: nagyfeszültségű tápegység, 2: szálképző elektróda (kapilláris), 3: oldatadagoló, 4: szálképzési folyadék, 5: szálképzési térrész, 6: szálgyűjtő (földelt), 7: Taylor-kúp, vagyis a kapillárisból kilépő folyadék deformált alakja

sugár létrehozását. Mielőtt a folyadéksugár a kollektorra érne, az oldószer elpárolog, és a kollektoron a megszilárdult, nano-/mikrométer átmérőjű polimerszálak porózus filcet képeznek, melyet a 2. ábra szemléltet [11, 13].

A polimeroldatot tartalmazó tartályból, amely az esetek nagy többségében egy fecskendő, egy csővezetén keresztül jut el az oldat a fecskendő végén található tűbe. A tű pozitív, míg a kollektor negatív vagy földpotenciálra van kapcsolva. A polimeroldatban a pozitív potenciál hatására pozitív töltések jelennek meg. A pozitív töltések a polimeroldatban taszítják egymást. A feszültség növelésével a pozitív töltések közti taszítóerő tovább növekszik. A folyadéksugár létrejön, amikor a töltések közti taszítóerő meghaladja az oldat felületi feszültségét a tű hegyén található folyadékcsepp felszínén. Az 1. ábra mutatja az ún. Taylor-kúpot is, mely a tű végén alakul ki [15]. Amíg a polimeroldat a tű hegyétől a kollektorig elér, az oldószer nagy része elpárolog és a szál megnyúlik, így képezve az akár nanométer nagyságrendű átmérőt [11, 13].

Strain és mtsai [10] újrahasznosított PET-oldatból, az elektrosztatikus szálképzéssel polimerszálakat és filcet készített. Coca-Cola palackokat, valamint trifluor-ecetsavat és diklór-metánt használtak fel a polimeroldat elkészítéséhez. A szálképzés technológiai változói a következők voltak: a tű és a kollektor közti távolság 250 mm, a tű belső átmérője 0,6 mm, a polimeroldat térfogatárama 5, 10 és 20 $\mu\text{l}/\text{min}$ között változott, ami magával vonta a potenciálkülönbség változtatását 7 és 12 kV között, továbbá a polimeroldat koncentrációját változtatták 10, 15 és 20 tömegszázalék közt.

A szálképzés eredményeként átlagosan 0,4–4,3 μm átmérőjű szálakat kaptak. Az eredmények alapján kimondható, hogy minél kisebb a polimeroldat koncentrációja, annál vékonyabb szálakat eredményez az eljárás. A szerzők a szálak alkotta filcből szűrőt készítettek, melyet cigarettafüst szűrésére használtak fel. Az eredmények szerint a szűrés után a 0,4 μm átmérőjű szálakból kialakított polimerszűrők tömege 43-szorosra volt a szűrés előtti tömegüknek. Ez az eredmény nagyszerűen bizonyítja az újrahasznosított PET létjogosultságát a levegőszűrési eljárásban. A tanulmány konklúziójaként Strain és mtsai megemlíti, hogy minél kisebb a polimerszálak átmérője, annál kedvezőbbek a mechanikai és szűrési tulajdonságai a polimerszűrőnek [10]. 2015 óta már többen követik munkájukat: 21 hivatkozás van a publikációra a Google Scholar alapján, köztük olyan is, amely a szálképzéssel újrahasz-

nosított PET vízszűrési célra való felhasználását ismerteti [16].

Strainék munkája nagyszerűen bizonyítja az újrahasonosított PET anyagok létjogosultságát a szűrési technológiában, viszont hiányzik egy szisztematikus tanulmány, amely az elektrosztatikus szálképzés technológiai változóit az előállított szál, illetve filc minőségéhez köti.

A fentiek alapján a jelen tanulmány célja egy szisztematikus mérésorozat ismertetése, mely a polimeroldat koncentrációja, térfogatárama, az alkalmazott potenciálkülönbség, a tű és a kollektor közti távolság, a tű belső átmérője mint technológiai tényezők és a létrejött polimerszál minősége közötti kapcsolatot elemzi.

2. Módszertan

2.1. A polimeroldat

A kísérletekhez a Carpatica ásványvíz átlászó PET-palackját használtuk fel. A palackot etanollal megtisztítottuk a szennyeződésektől, majd kb. 10×10 mm²-es négyzeteket vágtunk belőle. A kívánt koncentrációhoz szükséges PET kimérése után, megfelelő mennyiségű trifluor-ecetsavval keverve rázópadra helyeztük 400 ford./percen. A koncentráció függvényében a PET 15-90 perc alatt teljesen feloldódott az oldószerben.

2.2. A szálképzési eljárás

A szálképzést a megépített szálképző berendezés segítségével valósítottuk meg. A szálképzési folyamat megkezdéséhez az oldatot 5 ml-es fecskendőbe helyeztük. A fecskendőt és a kívánt belső átmérőjű tűt 1/16" belső átmérőjű teflonsővel csatlakoztattuk. A fecskendőt a fecskendőpumpába helyeztük, a tűt pedig a szálképző berendezés oszlopos részén az erre kialakított tartóra rögzítettük. A tűt a nagyfeszültségű tápegység pozitív pólusára, a kollektort pedig a földpotenciálra csatlakoztattuk. A szálképzési folyamat 8 percig tartott.

2.3. Pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálat

A pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálat egy JEOL JSM-5200 berendezésen volt kivitelezve. A minták 10 kV feszültségen 1000, 5000 és 10000-szeres nagyításon voltak vizsgálva. A 10000-szeres nagyítású képek a minta három különböző pontjáról készültek.

A polimerszálak átmérőjének meghatározására az ImageJ programot használtuk. Minden 10000-szeres nagyítású képen legalább 10 mérest végeztünk a PET-szálak átmérőjének meghatáro-

zása érdekében. Azokban az esetekben, amikor gömbök is keletkeztek a szálképzési folyamat során, minimum 30 gömböt mértünk meg.

3. Eredmények

3.1. A szálképző berendezés tervezése és kivitelezése

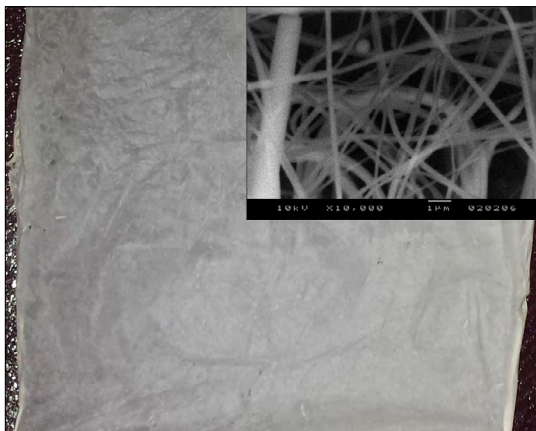
A szálképző berendezés tervezésekor a szempont egy egyszerűen kivitelezhető, flexibilis rendszer megalkotása volt. A megépített berendezés a 2. ábrán látható.

A fecskendőpumpát a külső állványra szereltük oly módon, hogy a tű fölött helyezkedjen el. A fecskendő a fecskendőpumpába befogva található, míg a tű az erre a célra kialakított tartón helyezkedik el. A fecskendőt és az injekciós tűt egy csővezeték köti össze. A kollektor a tű alatt helyezkedik el, a kívánt távolságra. A képen nem látható nagyfeszültségű tápegység, amelynek a pólusaihoz csatlakoztatva kapcsoljuk a tűt pozitív és a kollektort földpotenciálra, létrehozva a folyamathoz szükséges elektromos teret.

A 3. ábrán látható egy ún. porózus polimermembrán, valamint annak pásztázó elektronmikroszkóppal készített képe. Megfigyelhető, hogy a



2. ábra. A kutatás eredményeként megépített elektrosztatikus szálképző berendezés



3. ábra. Porózus polimermembrán, valamint annak pásztázó elektronmikroszkóppal készített képe

PET-membrán fehér színű, nem átlátszó, és első megközelítésre vékony fóliához hasonlít. Viszont a pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálat után egyértelműen látszik a porózus szerkezet, amit a PET-szálak nem szabályszerű egymásra helyezése eredményez.

3.2. Kísérletek tervezése

A PET-palackok elektrosztatikus szálképzéssel végzett újrahasznosítási folyamatának vizsgálatára szolgáló kísérletsorozat kísérleti változói az **1. táblázat**ban található. A szálképzési folyamatot befolyásoló tényezők közül a PET-oldat tömegszázalékos koncentrációját (C), térfogatáramát (F), a tű és a kollektor közti potenciálkülönbséget (V), a tű hegye és a kollektor közti távolságot (D) és a tű belső átmérőjének (ID) hatását vizsgáltuk a keletkezett szál átmérőjére.

Az egyes változók hatását egy adott beállításra vizsgáltuk, mint például:

- A V hatását az 1., 2. és 3. kísérlettel vizsgáljuk: C = 10%, F = 15 $\mu\text{L}/\text{min}$, D = 250 mm és ID = 0,8 mm, valamint V = 15, 20 és 25 kV.
- Az F hatását a 2., 4. és 5. kísérlettel vizsgáljuk: C = 10%, V = 20 kV, D = 250 mm, ill. ID = 0,8 mm, valamint F = 15, 30 és 45 $\mu\text{L}/\text{min}$.
- A D hatását a 2., 8. és 9. kísérlettel vizsgáljuk: C = 10%, V = 20 kV, F = 30 $\mu\text{L}/\text{min}$, ID = 0,8 mm, valamint D = 200, 250 és 300 mm.

1. táblázat. Az elektrosztatikus szálképzés folyamatának vizsgálatára irányuló kísérletek

Sor-szám	C (tömeg %)	F ($\mu\text{L}/\text{min}$)	V (kV)	D (mm)	ID (mm)	PET-szál átmérő (nm)	PET-gömb átmérő (μm)
1	10	15	15	250	0,8	289,6 \pm 98,8	0 \pm 0
2	10	15	20	250	0,8	502,8 \pm 263,9	0 \pm 0
3	10	15	25	250	0,8	452,4 \pm 165,6	0 \pm 0
4	10	30	20	250	0,8	322,4 \pm 151,3	9,73 \pm 4,40
5	10	45	20	250	0,8	359 \pm 112,5	0 \pm 0
6	10	30	20	200	0,8	549,3 \pm 236,1	0 \pm 0
7	10	30	20	300	0,8	407,1 \pm 169,9	11,60 \pm 3,85
8	10	15	20	250	0,55	297 \pm 106,7	7,69 \pm 2,42
9	10	15	20	250	0,3	377,4 \pm 138,8	0 \pm 0
10	5	15	15	250	0,8	126 \pm 49	4,5 \pm 1,3
11	5	15	20	250	0,8	0 \pm 0	5,5 \pm 0,8
12	5	15	25	250	0,8	118 \pm 165,6	3,5 \pm 1,1
13	5	30	20	250	0,8	283,5 \pm 192,2	5,5 \pm 1,7
14	5	45	20	250	0,8	171 \pm 80,5	4,2 \pm 2
15	5	30	20	200	0,8	295,9 \pm 225,8	4,9 \pm 2,4
16	5	30	20	300	0,8	346 \pm 132,2	5,9 \pm 2,1
17	5	15	20	250	0,55	159,7 \pm 92,2	5,9 \pm 1,9
18	5	15	20	250	0,3	245,9 \pm 75,8	0 \pm 0

- Az ID hatását a 4., 6. és 7. kísérlettel vizsgáljuk: $C = 10\%$, $V = 20$ kV, $F = 15$ $\mu\text{L}/\text{min}$, $D = 250$ mm, míg $ID = 0,8, 0,55$ és $0,3$ mm.
- A kísérletsorozatot 5., 10. és 15. tömeg-%-os koncentrációra teszteltük, viszont a 15 tömeg-%-os oldatot a túlzottan nagy viszkozitása miatt nem lehetett felhasználni.

3.3. A pásztázó elektronmikroszkópos mérés adatainak feldolgozása

3.3.1. A szálképzés változóinak hatása a szál átmérőjére

A következőkben tárgyaljuk a szálképzési változók hatását a keletkezett PET-szál átmérőjére. Mind a négy vizsgált változó esetén a kísérleteket 5 és 10% koncentrációjú oldattal végeztük, így minden grafikonon a PET-oldat koncentrációjának hatását, ill. a tanulmányozott változó hatását lehet látni.

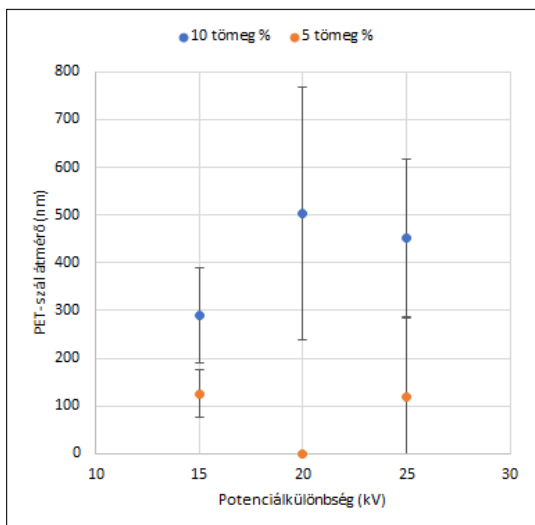
A 4. ábrán a potenciálkülönbség hatása látható a képzett PET-szál átmérőjére.

A 4. ábrán látható, hogy $C = 10\%$ esetén az alkalmazott potenciálkülönbség növelésével növekszik a keletkezett PET-szál átmérője. 15 kV esetén $289,6 \pm 98,8$ nm átmérőjű PET-szálak keletkeztek, míg 25 kV esetén $452,4 \pm 165,6$ nm átmérőjűek. A 20 kV potenciálkülönbség alkalmazása esetén kissé vastagabb PET-szálak keletkeztek, $502,8 \pm 263,9$ nm átmérőjűek, viszont itt megjegyzendő, hogy a szórás ebben az esetben viszonylag nagy. Ezek az eredmények egyezésként vannak a szakirodalomban jelentett eredménnyel [10]. A szak-

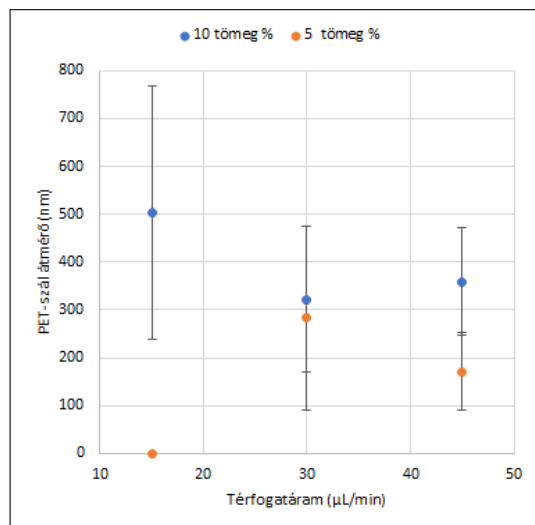
irodalom magyarázata szerint minél nagyobb a potenciálkülönbség, annál erősebb a keletkezett elektromos tér, amely több oldatot „húz ki” a túból, így növekszik az egységnyi idő alatt kikerülő oldat mennyisége, és ez a keletkezett szál átmérőjének növekedéséhez vezet. $C = 5\%$ esetén ez a jelenség nem annyira nyilvánvaló, viszont míg $V = 15$ kV esetén a PET-szál-átmérője 126 ± 49 nm volt, megjelentek gömbök a mintán, melyek átmérője $4,5 \pm 1,3$ μm . 20 kV esetén minimális mennyiségű szál keletkezett, míg a gömb átmérője $5,5 \pm 0,8$ μm volt. 25 kV esetén szintén nagy mennyiségű gömb jelent meg, mind a szálon, mind a szálon kívül. A keletkezett szálak átlagos átmérőértéke $118 \pm 165,6$ nm. A potenciálkülönbség hatása tehát csekély a keletkezett szálak átmérőjére $C = 5\%$ esetén.

Az F hatása a keletkezett szál átmérőjére az 5. ábrán látható.

Az általános tendencia a szakirodalom szerint az, hogy a térfogatáram növelésével növekszik a keletkezett szál átmérője. Az 5. ábrán láthatók a kapott eredmények, melyekből kitűnik, hogy $C = 10\%$ esetén a szakirodalomban jelentett szálátmérő-növekedés $F = 30$ és 45 $\mu\text{L}/\text{min}$ esetén teljesül. Ennek a jelenségnek a magyarázata szintén visszavezethető a polimeroldatból a folyadéksugárba kerülő anyag mennyiségére, vagyis nagyobb F esetén több PET van a folyadéksugárban. $C = 5\%$ esetén a várt, növekvő szálátmérő a növekvő tömegárammal nem teljesül, viszont ezekben az esetekben csak minimális mennyiségű szál kelet-



4. ábra. A V hatása a PET-szál átmérőjére $F = 15$ $\mu\text{L}/\text{min}$, $D = 250$ mm, valamint $ID = 0,8$ mm esetén



5. ábra. Az F hatása a képzett PET-szálak átmérőjére 20 V = kV, $D = 250$ mm, valamint $ID = 0,8$ mm tű esetén

kezett, és inkább a gömbök képződése jellemző. A gömbök átmérője $5,5 \pm 0,8 \mu\text{m}$, $5,5 \pm 1,7 \mu\text{m}$ és $4,2 \pm 2 \mu\text{m}$ 15, 30, ill. 45 $\mu\text{L}/\text{min}$ esetén.

A D hatása a keletkezett szál átmérőjére a **6. ábrán** látható.

A **6. ábrán** látható, hogy $C = 10\%$ mellett a szálátmérőnek van egy minimumértéke a D növelésének függvényében. $D = 200 \text{ mm}$ elektródatávolság esetén $549,3 \pm 236,1 \text{ nm}$ átmérőjű, míg 250 mm esetén $322,4 \pm 151,3 \text{ nm}$ és 300 mm esetén $407,1 \pm 169,9 \text{ nm}$ átlagos átmérőjű szálak keletkeztek. A szakirodalom alapján a kis elektródatávolság esetén az oldószernek nincs ideje az elpárolgásra, így „nedves” szálak keletkeznek, relatíve nagy átmérővel. Amint a távolságot növeljük, az oldószernek több ideje lesz elpárologni, és így kisebb átmérőjű szálak keletkeznek. A szakirodalom és az itt bemutatott eredmények közti különbség magyarázatát még kutatjuk.

$C = 5\%$ esetén hasonló tendencia látható, viszont ezekben az esetekben a gömbök megjelenése jellemző nagy számban. A gömbök átmérője mindhárom esetben hasonló, vagyis $5,9 \pm 2,1 \mu\text{m}$ $D = 200 \text{ mm}$, $5,5 \pm 1,7 \mu\text{m}$ $D = 250 \text{ mm}$, ill. $5,9 \pm 1,9 \mu\text{m}$ $D = 300 \text{ mm}$ esetén.

Az ID hatása a keletkezett PET-szál átmérőre a **7. ábrán** látható.

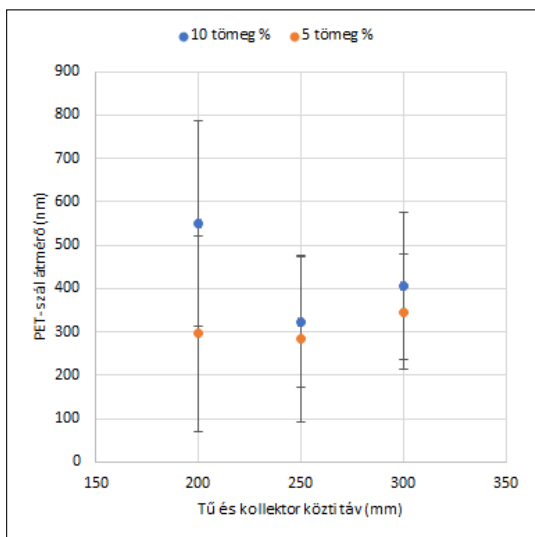
A **7. ábrán** megfigyelhető, hogy a kis ID nem eredményez kisebb szálátmérőt. Mindkét esetben – $C = 5$ és 10% , a $0,3 \text{ mm}$ átmérőjű tűnél keletkezett szálak átmérője, $245,9 \pm 75,8 \text{ nm}$, illetve $377,4 \pm 138,8 \text{ nm}$, nagyobbak, mint a $0,55 \text{ mm}$ átmérőjű

tű esetén: $159,7 \pm 92,2 \text{ nm}$, illetve $297 \pm 106,7 \text{ nm}$. Érdemes megjegyezni, hogy $C = 5\%$ és $ID = 0,3 \text{ mm}$ esetén nem jelentkeztek gömbök, míg minden más feltétel mellett igen, ennél a koncentrációnál. Érdekes módon a $C = 5\%$, $ID = 0,8 \text{ mm}$ esetén nem keletkeztek szálak, csak gömbök $5,5 \pm 0,8 \mu\text{m}$ átmérővel. Viszont $C = 10\%$ és $ID = 0,8 \text{ mm}$ esetén nem jelentkeztek gömbök, ill. a keletkezett PET-szál átmérője $502,8 \pm 263,9 \text{ nm}$.

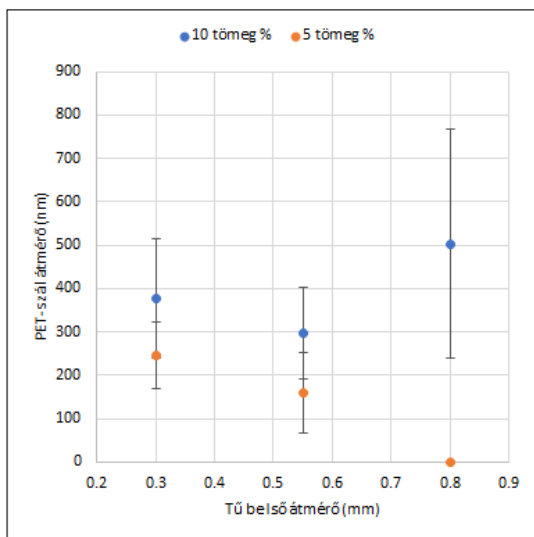
Általános jelleggel kijelenthető a **4–7. ábrák** alapján, hogy a keletkezett PET-szál átmérőjét a polimeroldat koncentrációja nagyban befolyásolja. Kiemelnénk, hogy a szakirodalomhoz hasonlóan a tapasztalatok gömbök megjelenését mutatják a kisebb oldatkonzentráció esetén.

3.3.2. A szálképzési változók hatása a szálakból kialakuló termék pásztázó elektronmikroszkópos felvételeire

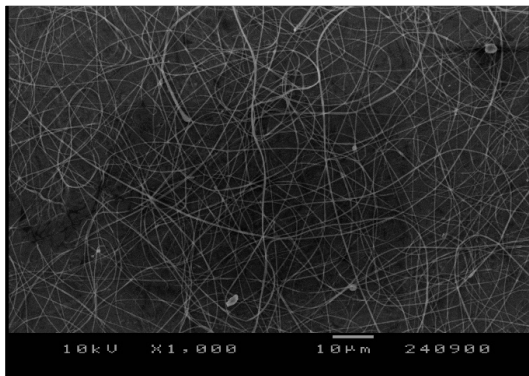
A kísérletekben kapott termékek vizsgálata azt bizonyítja, hogy az általunk újrahasznosítási céllal használt PET 5%-os koncentrációjánál – egy kísérleti kombinációt leszámítva – gömbök képződése kíséri a szálak képződését, illetve egyes beállításoknál csak minimális mennyiségű szál keletkezik. A 10% koncentráció esetén a 4-es, 7-es és 8-as kísérletekben jelentek meg gömbök a szálakból képződött termékekben, viszont ezek nagy többsége magán a szálon található. Ez az eredmény megegyezik a szakirodalomban találtakkal, vagyis a koncentráció növelésével meg lehet akadályozni a gömbök megjelenését.



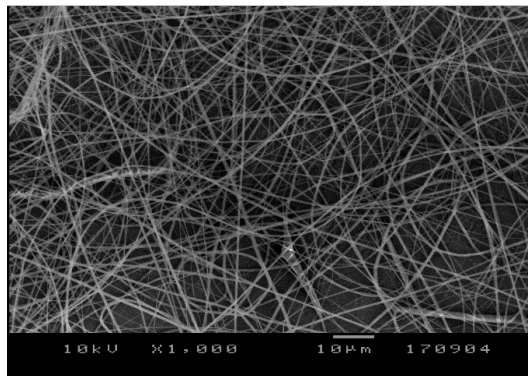
6. ábra. A D hatása a képzett PET-szál átmérőjére $V = 20 \text{ kV}$, $F = 30 \mu\text{L}/\text{min}$, valamint $ID = 0,8 \text{ mm}$ tű esetén



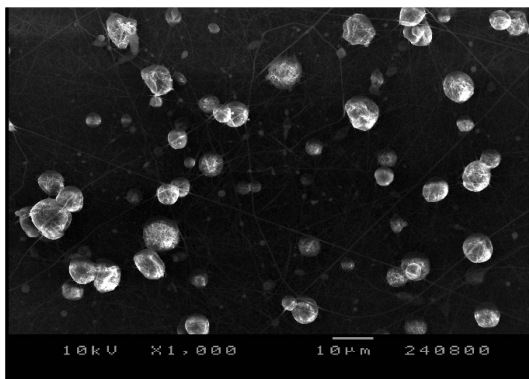
7. ábra. A tű ID-hatása a képzett PET-szál átmérőjére $V = 20 \text{ kV}$, $F = 15 \mu\text{L}/\text{min}$, $D = 250 \text{ mm}$ esetén



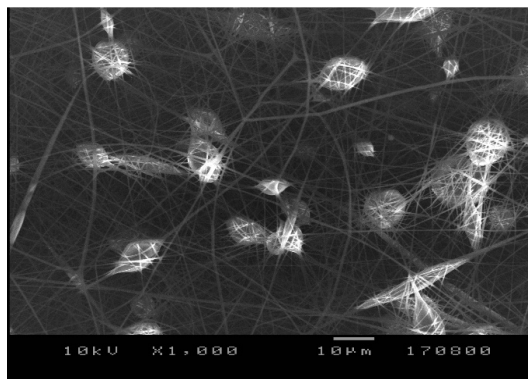
C = 5%, ID = 0,3 mm



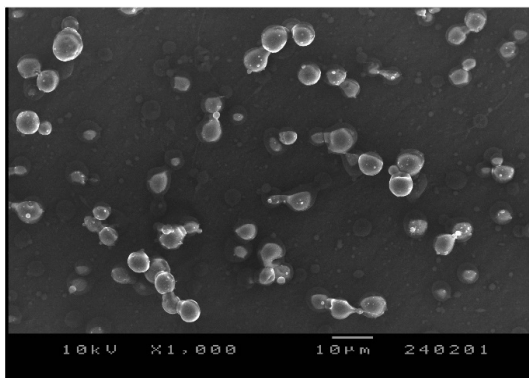
C = 10%, ID = 0,3 mm



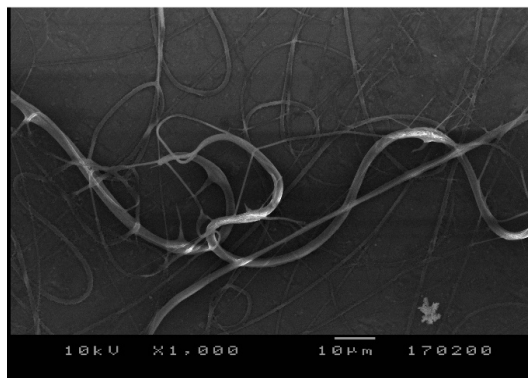
C = 5%, ID = 0,55 mm



C = 10%, ID = 0,55 mm



C = 5%, ID = 0,8 mm



C = 10%, ID = 0,8 mm

8. ábra. PET-szálakból kialakított termék pásztázó elektronmikroszkópos felvételei az ID függvényében C = 5 és 10%, V = 20 kV, F = 15 μ L/min és D = 250 mm esetén

A **8. ábrán** látható a PET-szálakból kialakított termék pásztázó elektronmikroszkópos felvételeinek alakulása a túrósított átmérőjének hatására C = 5 és 10%, V = 20 kV, F = 15 μ L/min, illetve D = 250 mm esetén.

4. Következtetések

Következtetésként elmondható, hogy a tervezett szálképző berendezés alkalmas polimerszálak gyártására. Továbbá feltérképeztük a szálképzési

tényezők hatását a Carpatica ásványvíz PET-palackjának újrahasznosításával előállított szálas anyagtermékekre, melyek eredményei a szakirodalomban közölt eredményekkel kvalitatív szempontból egyeznek. Sikeresen állítottunk elő polimerszálakat 200 és 600 nm átmérők között. PET-nanoszálás termékeket hoztunk létre, melyeket filc, nemez vagy membrán állapotra hozva potenciálisan használhatunk szűrési alkalmazásokban.

Köszönetnyilvánítás

Köszönjük dr. Jakab-Farkas László fizikusnak a párszázó elektronmikroszkópos vizsgálatokban nyújtott segítségét. A kutatást a Sapientia Erdélyi Magyar Tudományegyetem Kutatási Programok Intézete (KPI) 13/14/17.05.2017 számú projekttel támogatta.

Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Khan W. S., Asmatulu R., Davuluri S., Dandin V. K.: *Improving the Economic Values of the Recycled Plastics Using Nanotechnology Associated Studies*. Journal of Materials Science & Technology, 30/9. (2014) 854–859.
<https://doi.org/10.1016/j.jmst.2014.07.006>
- [2] EPA U.S. Environmental Protection Agency, Wastes – Resource Conservation – Common Wastes & Materials – Plastics.
<http://www.epa.gov/osw/conserves/materials/plastics.htm>
- [3] Welle F.: *Twenty years of PET bottle to bottle recycling – an overview*. Resources, Conservation and Recycling, 55/11. (2011) 865–875.
<https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2011.04.009>
- [4] Oromiehie A., Mamizadeh A.: *Recycling PET beverage bottles and improving properties*. Polymer International, 53/6. (2004) 728–732.
<https://doi.org/10.1002/pi.1389>
- [5] Velearinho B., Rei M. F., Lopes-Da-Silva J. A.: *Solvent and concentration effects on the properties of electrospun poly(ethylene terephthalate) nanofiber mats*. Journal of Polymer Science, Part B: Polymer Physics, 46/5. (2008) 460–471.
<https://doi.org/10.1002/polb.21380>
- [6] G. Li, Y. Zhao, M. Lv, Y. Shi, D. Cao: *Super hydrophilic poly(ethylene terephthalate) (PET)/poly(vinyl alcohol) (PVA) composite fibrous mats with improved mechanical properties prepared via electrospinning process*. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 436. (2013) 417–424.
<https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2013.07.014>
- [7] Awaja F., Pavel D.: *Recycling of PET*. European Polymer Journal, 41/7. (2005) 1453–1477.
<https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2005.02.005>
- [8] Rajabinejad H., Khajavi R., Rashidi A., Mansouri N., Yazdanshenas M. E.: *Recycling of used bottle grade poly ethyleneterephthalate to nanofibers by melt-electrospinning method*. International Journal of Environmental Research and Public Health, 2009/3. 663–670.
- [9] Anandjiwala R. D., Boguslavsky L.: *Development of needle-punched nonwoven fabrics from flax fibres for air filtration applications*. Textile Research Journal, 78. (2008) 614–624.
<https://doi.org/10.1177%2F0040517507081837>
- [10] Strain I. N., Wu Q., Pourrahimi A. M., Hedenqvist M.S., Olsson R. T., Andersson R. L.: *Electrospinning of recycled PET to generate tough mesomorphic fibre membranes for smoke filtration*. Journal of Materials Chemistry A, 3/5. (2015) 1632–1640.
<https://doi.org/10.1039/C4TA06191H>
- [11] Huang Z.-M., Zhang Y.-Z., Kotaki M., Ramakrishna S.: *A review on polymer nanofibers by electrospinning and their applications in nanocomposites*. Composites Science and Technology, 63/15. (2003) 2223–2253.
[https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(03\)00178-7](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(03)00178-7)
- [12] Thompson C. J., Chase G. G., Yarin A. L., Reneker D. H.: *Effects of parameters on nanofiber diameter determined from electrospinning model*. Polymer, 48/23. (2007) 6913–6922.
<https://doi.org/10.1016/j.polymer.2007.09.017>
- [13] Reneker D. H., Yarin A. L.: *Electrospinning jets and polymer nanofibers*. Polymer, 49/10. (2008) 2387–2425.
<https://doi.org/10.1016/j.polymer.2008.02.002>
- [14] Athira K., Sanpui P., Chatterjee K.: *Fabrication of Poly(Caprolactone) Nanofibers by Electrospinning*. Journal of Polymer and Biopolymer Physics Chemistry, 2/4. (2014) 62–66.
- [15] Taylor G. I.: *Electrically driven jets*. Proceedings of Royal Society A, 313/1515. (1969) 453–475.
<https://doi.org/10.1098/rspa.1969.0205>
- [16] Zander N. E., Gillan M., Sweetser D.: *Recycled PET Nanofibres for Water Filtration Applications*. Materials, 9/4. (2016) 247–253.
<https://doi.org/10.3390/ma9040247>

Kerámia gömbhéjak mechanikai és mikroszerkezeti jellemzői

Mechanical and Microstructural Features of Ceramic Hollow Spheres

Kemény Alexandra,^{1, 2, a} Károly Dóra^{1, 2, b}

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

²MTA–BME Lendület Kompozit Fémhabok Kutatócsoport, Budapest, Magyarország

^aalexa@eik.bme.hu, ^bkdora@eik.bme.hu

Abstract

In this study two different types of hollow sphere were examined by mechanical, geometrical and microstructural measurements, and the fracture force, geometrical properties and chemical composition were determined. The diameter of the „01 globocer” type specimens was 2.37 mm on average, while the value for the „03 globocer” type specimens was 6.88 mm, both were smaller than the nominal diameter. The average deviation from the circularity of the 01 globocer specimens was 8%, the value for the 03 globocer specimens was 6%, while the average wall porosity was 53±3% and 56±3% respectively. The surface of the hollow spheres was uneven, which has an impact on the contact surfaces during pressure tests, which affects the fracture force values. The average value of the fracture force of 01 globocer spheres was 42 N, and of 03 globocer hollow spheres was 288 N. The diameter had a bigger impact on the fracture force values of the type 01 specimens than in the case of 03.

Keywords: *ceramic hollow sphere, metal foam, mechanical properties.*

Összefoglalás

Kutatásunk során két különböző gömbhéj mechanikai, geometriai és mikroszerkezeti vizsgálatát végeztük el a törőerő, geometriai tulajdonságok és anyagösszetétel meghatározása érdekében. A „01 globocer” típusú minták átmérője átlagosan 2,37 mm, a „03 globocer” típusú mintáké 6,88 mm, mindkettő kisebb a névleges méretnél, a körköröségtől való eltérésük pedig rendre 8%, illetve 6%. A 01 globocer minták átlagos belső falporozitása 53±3%, a 03 globocer mintáké 56±3%. A gömbhéjak felülete egyenetlen, amely hatással van a nyomóterhelést átvevő felület méretére, így a törőerő-értékekre is, amelyek 01 globocer gömbhéjaknál 42 N, a 03 globocer gömbhéjaknál pedig 288 N. A töréshez tartozó maximális erőértékek a 01 jelű gömbhéjaknál jobban függenek az átmértől, mint a 03 jelűeknél, előbbiben tendencia figyelhető meg.

Kulcsszavak: *kerámia gömbhéj, fémhab, mechanikai tulajdonságok.*

1. Bevezetés

Napjainkban az iparban elsődleges szerepet játszik a tömegcsökkentés megvalósítása az eredeti fajlagos mechanikai tulajdonságok megtartása vagy javítása mellett. A könnyű anyagokkal egyre inkább számoló anyagtervezési módszerek az energiahatékonyság mellett elérhető legjobb

ár-érték arányra fókuszálnak. A szerkezet vagy berendezés terheléssel szembeni fajlagos ellenálló képességének növelése kisebb sűrűségű, nagyobb szilárdságú anyagok felhasználásával lehetséges, amelyhez a zárt cellás fémhabok adják az egyik legjobb megoldást. Leginkább járművek ütközőelemeiben használják energiaelnyelőként és szendvicspanelként [1].

A szintaktikus fémhabok (angolul metal matrix syntactic foams, MMSFs) olyan zárt cellás habok, amelyeknél a mátrix belsejében lévő pórusokat egy önmagában üreges fázis vagy töltőanyag képezi. A szakirodalomban többféle mátrix- és töltőanyagot vizsgálnak; az utóbbiak közül a leggyakoribb fajta a kerámia gömbhéj, amely anyaga lehet vegyes oxid [2, 3], nagy tisztaságú Al_2O_3 [4, 5] vagy SiC is [6, 7]. Ezek mellett használnak fémből készült gömbhéjakat [8] és habosított perlitet [9, 10] is töltőanyagként.

Az így gyártott szintaktikus fémhabok kiváló fajlagos energiaelnyelő képességgel és nyomószilárdsággal rendelkeznek, de az áruk viszonylag nagy [11].

A töltőanyagok tulajdonságai önmagukban kevésbé kutatott terület, pedig ezek is nagyban befolyásolják a belőlük gyártott fémhabok tulajdonságait. A vékony héjú gömbhéjak főként dinamikai terhelés hatására történő tönkremenetelét Dong és kutatócsoportja, valamint Ruan és kutatócsoportja vizsgálta. Mindkét csoport pingponglabdák nyomóvizsgálatát végezte a nyomószerszám geometriája, valamint az alakváltozási sebesség függvényében. Megfigyelték, hogy a terhelés sebessége nagymértékben befolyásolja a károsodás módját [12, 13].

Song és munkatársai fém gömbhéjak mikroszerkezetét és tönkremenetelét vizsgálták kísérleti úton és vége-selemes modellel is. A gömbhéjak falában lévő eltérő eloszlású belső mikroporozitás hatására a tönkremenetel módja különbözik az egyes esetekben [14].

Mivel kevés szakirodalom áll rendelkezésre a témakörben, valamint a kutatócsoportok főként más alapanyagú gömbhéjak kifejezetten a zömítés során tapasztalt tulajdonságait vizsgálják, kutatásunk során célunk két gyakran használt kerámia gömbhéj geometriai, mikroszerkezeti és mechanikai jellemzőinek meghatározása volt.

2. Eszközök és módszerek

A kutatás során kétfajta kerámia gömbhéjat (1. ábra) vizsgáltunk a Hollomet gyártótól. Mindkét típusból 50-50 mintát vizsgáltuk a különböző mechanikai, geometriai és mikroszerkezeti tulajdonságokat.

A gömbhéjak névleges adatait – anyag, laza térfogatsűrűség és névleges átmérő – az 1. táblázat tartalmazza.

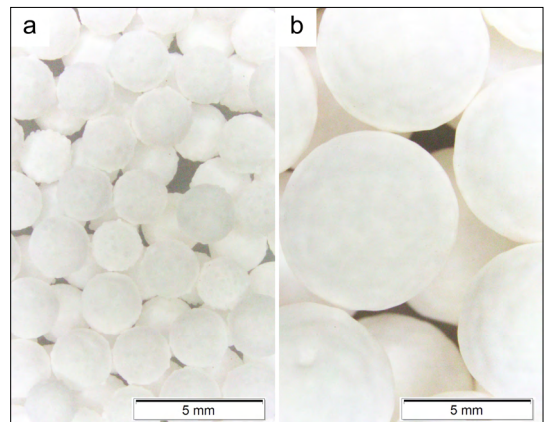
Először a minták átmérőjét mértük meg Mitutoyo Absolute Digimatic CD-15DC típusú tolmérről, a mintákat forgatva a körköröségtől való

eltérés számszerűsítéséhez. Ezután a gömbhéjak törését végeztük el 0,1 mm/min keresztfejsebességgel, két síklap között (2. ábra). A vizsgálatokat Instron 5965 típusú elektromechanikus, univerzális anyagvizsgáló berendezéssel végeztük.

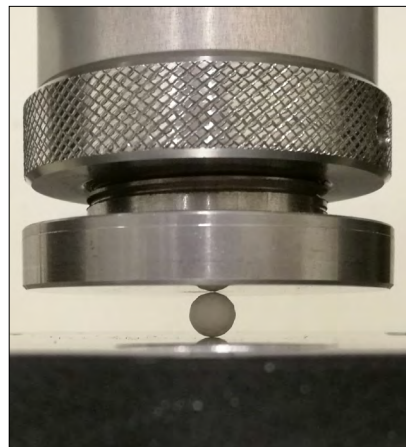
Kétkomponensű epoxigyantába ágyazva a gömbhéjakat, a középvonalukig lecsiszoltuk, így vizsgálhatóvá vált a minták falvastagsága, belső szerkezete, falporozitása és köralakról való eltérése optikailag is Olympus SZX16 sztereo- és Olympus PMG-3 fémmikroszkóppal. A körköröségtől való eltérést az (1) képlettel határoztuk

1. táblázat. A felhasznált gömbhéjak adatai

	Alapanyag	ρ (g/cm^3)	ØD_n (mm)
01 globocer	Al_2O_3 C795	0,59	2,4
03 globocer	Al_2O_3 C795	0,60	7,0



1. ábra. A felhasznált gömbhéjak képe: 01 globocer (a) és 03 globocer (b)



2. ábra. Mérési elrendezés a gömbhéjak töréséhez

meg, ahol a legkisebb és legnagyobb mért értékek adták rendre a D_{\min} és D_{\max} értékeket.

$$\frac{D_{\max} - D_{\min}}{\bar{D}} \cdot 100 (\%) \quad (1)$$

A morfológia további vizsgálatára Zeiss EVO MA10 típusú pásztázó elektronmikroszkópot (SEM) alkalmaztunk, az anyagösszetételt pedig a mikroszkóp EDAX típusú, energiadiszipatív röntgendetektorával határoztuk meg. A képeket 20 kV gyorsítófeszültséggel, illetve szekunderelektron-detektorral készítettük.

3. Eredmények

A vizsgált gömbhéjak átmérőinek átlagértékét (\bar{D}) és szórását (s) a **2. táblázat** tartalmazza. Megfigyelhető, hogy a minták átlagosan a névleges méretnél kisebb méretűek.

A tolómérős átmérőmérezen felül a beágyazott és lecsiszolt mintákon is megvizsgáltuk a minták körkörösségét, valamint falvastagságát sztereomikroszkóppal. A mérések alapján elmondható, hogy a vizsgált minták metszete bár közelítően kör alakú, egyenetlen a gömbök felülete és falvastagsága is, ami így nagy hatással lehet a mechanikai tulajdonságaikra a terhelés irányától függően (**3. ábra**). A metszetek körkörösségtől való átlagos eltérése a 01 globocer mintánál 8%, a 03 globocer mintánál pedig 6% volt.

A mikroszkóppal mért falvastagságok átlaga a 01 globocer esetén 0,125 mm, míg a 03 globocer esetén 0,346 mm. Az adatok segítségével kiszámolható az átlagos átmérőtenyező, amely a vizsgált minták belső és külső átmérő hányadosainak átlagából adódik (**3. táblázat**).

Semleges gázzal végzett gáznyomásos, fémol-

2. táblázat. A vizsgált gömbhéjak átmérőértékei

	01 globocer	03 globocer
\bar{D} (mm)	2,37	6,88
\bar{D}_{\min} (mm)	2,00	6,44
\bar{D}_{\max} (mm)	2,65	7,36
s (mm)	0,13	0,22

3. táblázat. A vizsgált gömbhéjak átmérőaránya és elméleti porozitása

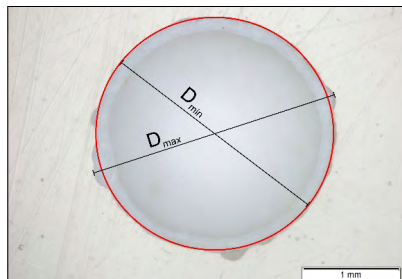
	01 globocer	03 globocer
\bar{d} (mm)	2,12	6,19
$\sum_{i=1}^n \frac{\bar{d}_i^3}{\bar{d}_i} / \sum_{i=1}^n \bar{d}_i^3$	0,90	0,90
P_{HAB} (%)	55	58

vadékos infiltrálást alapul véve, amely ~64%-os térkitöltést és homogén töltőanyag-eloszlást eredményez [15], kiszámolható a belső és külső átmérők aránya és egy elméleti porozitás (P_{HAB}) a fémhabra [16, 17].

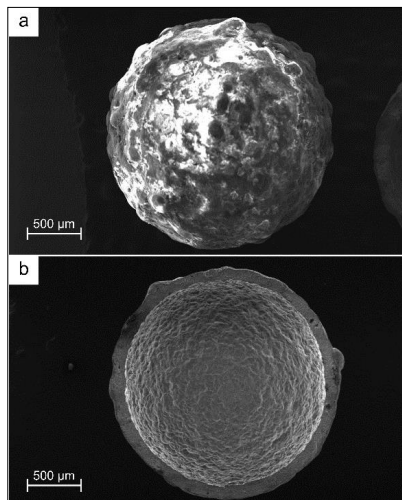
A felület egyenetlenségéről pontosabb képeket pásztázó elektronmikroszkóppal kaptunk (**4. ábra**). Mindkét típusú anyagnál elmondható, hogy egyenetlen a felületük, azonban a kisebb gömbök egyenetlenebbek a nagyobbaknál. A gömbhéjak külső és belső felülete is nagy felületi érdességgel rendelkezik a teljes méretükhöz viszonyítva.

A kerámia gömbhéjak falában lévő belső porozitás morfológiáját a csiszolatról készült fémmikroszkópos képeken (**5. ábra**), illetve a minták töretfelületén (**6. ábra**) is megfigyeltük.

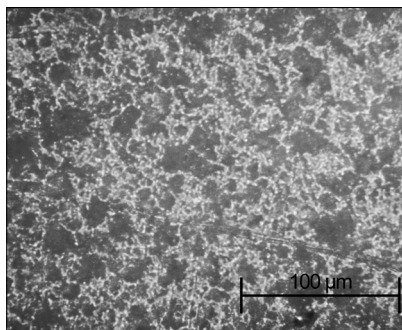
Ezekon jól látszik, hogy bár ugyanabból az anyagból készültek a gömbhéjak, a kisebb átmérőjűben található pórusok nagyobbak, mint a nagyobb gömbhéjban találhatóak, azonban összességében az arányuk kisebb (01 globocer-nél 53±3% és 03 globocer-nél 56±3%).



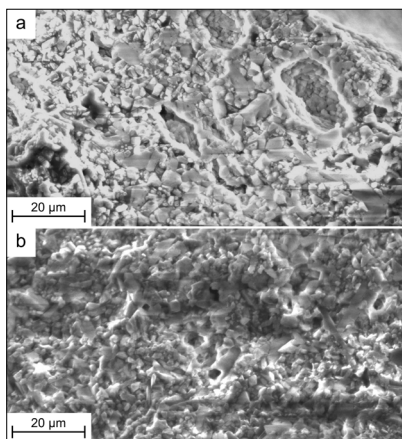
3. ábra. A 01 globocer gömbhéj metszeti képe



4. ábra. A 01 globocer gömbhéj külső (a) és belső felületének SEM képe



5. ábra. A 03 globocer falának fémmikroszkópos felvétele



6. ábra. A 01 globocer (a) és a 03 globocer gömbhéj (b) falának töretfelülete

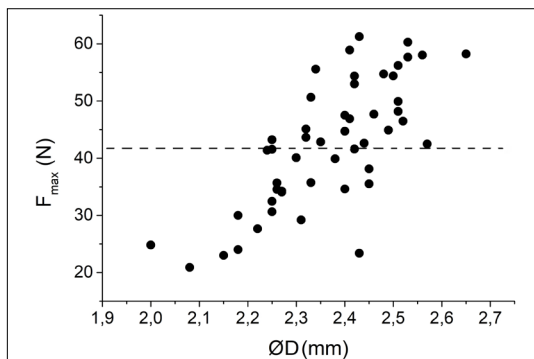
Ezen felül elmondható, hogy vízen történő úsztatáskor az ép gömbhéjak egy része nem úszik a felszínen. Ennek oka a fal nagymértékű porozitása.

A gömbhéjak mechanikai jellemzésére a törőerőt alkalmazzuk, mivel a gömbhéjak falvastagságának egyenetlenségei miatt nem kaptunk volna mérnökileg elfogadható szilárdsági értéket a fajlagosítással. A törőerő a zömítés során mért maximális erő.

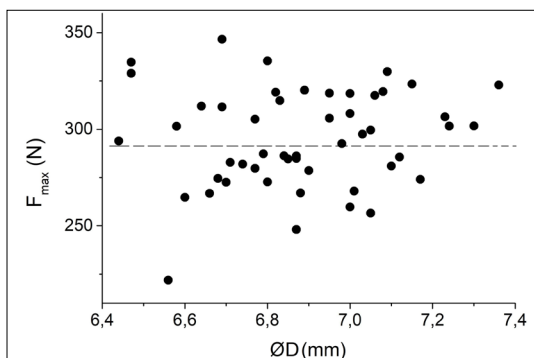
A 7–8. ábra mutatja a kétféle gömbhéjon mért maximális erőértékeket az átmérőjük függvényében. Megfigyelhető, hogy a kisebb gömbhéjaknál az átmérő szórása befolyásolja a tönkremenetelhez tartozó erőértéket.

Az alumínium-oxid alapú kerámia gömbhéjak EDS-méréssel meghatározott anyagösszetételét a 4. táblázat tartalmazza. Az eredmények típusonként 3 különböző mintán lettek mérve a belső töretfelületeken, mintánként minimum 3 mérési pont átlagából lettek számítva.

Megfigyelhető, hogy a mérések során kapott átlagértékek 97-99% mennyiségű alumíniumot és



7. ábra. A 01 globocer gömbhéjak két síkklap között végzett törésekor mért maximális erők az átmérő függvényében



8. ábra. A 03 globocer gömbhéjak két síkklap között végzett törésekor mért maximális erők az átmérő függvényében

4. táblázat. Vizsgált gömbhéjak anyagösszetétele

	O (%)	Al (%)
01 globocer	56±4	42±3
03 globocer	49±3	50±5

oxigént mutatnak az anyagban, ezen kívül 1% vagy annál kevesebb szilíciumot és kalciumot is tartalmazhatnak. Ez az érték összhangban van az MSZ EN 60672-3:1999 szabvány által előírt és a gyártó által megadott C795 anyagtípussal.

4. Következtetések

Össességében megállapítható, hogy a szintaktikus fémhabokban gyakran töltőanyagként alkalmazott kerámia gömbhéjak tulajdonságainak ismerete szükséges a mérnöki tervezéshez, így a mechanikai, geometriai és mikroszerkezeti tulajdonságok vizsgálata megalapozott. Kutatásunk során a következő megfigyeléseket tettük:

- a 01 globocer minták átmérője átlagosan 2,37 mm, a 03 globocer mintáké 6,88 mm, mindkettő kisebb a névleges méretnél;
- a 01 globocer minták körkörségtől való eltérése átlagosan 8%, a 03 globocer mintáké 6%;
- a gömbhéjak felülete egyenetlen, ami hatással van a nyomóterhelést átvevő felület méretére, így a törőerő-értékekre is;
- a 01 globocer minták átlagos belső falporozitása $53 \pm 3\%$, a 03 globocer mintáké $56 \pm 3\%$;
- a törőerő átlagos értéke 01 globocer gömbhéjaknál 42 N, szórása 12,5 N, 03 globocer gömbhéjaknál pedig 288 N, szórása 41 N;
- a töréshez tartozó maximális erőértékek a 01 jelű gömbhéjaknál jobban függnek az átmérőtől, mint a 03 jelűeknél;
- valamint mindkét típusú gömbhéj anyaga megfelel a gyártó által előírt anyagminőségnek.

Köszönetnyilvánítás

A kutatás publikálásában anyagi segítséget nyújtott a Gépészmérnök-képzésért Alapítvány. Ezúton is köszönjük a támogatást.

Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Gupta N., Rohatgi P. K.: *4.15 Metal Matrix Syntactic Foams*. In: *Comprehensive Composite Materials II*. Elsevier, Oxford, 2018. 364–385. doi.org/10.1016/B978-0-12-803581-8.09971-9
- [2] Szlancsik A., Katona B., Károly D., Orbulov I. N.: *Notch (In)Sensitivity of Aluminum Matrix Syntactic Foams*. *Materials*, 12/574. (2019) 15. doi.org/10.3390/ma12040574
- [3] Zhang Q., Lee P. D., Singh R., Wu G., Lindley T. C.: *Micro-CT characterization of structural features and deformation behavior of fly ash/aluminum syntactic foam*. *Acta Materialia* 57. (2009) 3003–3011. doi.org/10.1016/j.actamat.2009.02.048
- [4] Ferguson J. B., Santa Maria J. A., Schultz B. F., Rohatgi P. K.: *Al–Al₂O₃ syntactic foams–Part II: Predicting mechanical properties of metal matrix syntactic foams reinforced with ceramic spheres*. *Materials Science and Engineering, A* 582. (2013) 423–432. doi.org/10.1016/j.msea.2013.06.065
- [5] Omar M. Y., Xiang C., Gupta N., Strbik, O. M., Cho K.: *Data characterizing flexural properties of Al/Al₂O₃ syntactic foam core metal matrix sandwich*. *Data Br.*, 5. (2015) 564–571. doi.org/10.1016/j.dib.2015.09.054
- [6] Katona B., Szlancsik A., Tábi T., Orbulov I. N.: *Compressive characteristics and low frequency damping of aluminium matrix syntactic foams*. *Materials Science and Engineering*, 739. (2019) 140–148. doi.org/10.1016/j.msea.2018.10.014
- [7] Cox J., Luong D. D., Shunmugasamy V. C., Gupta N., Strbik O. M., Cho K.: *Dynamic and Thermal Properties of Aluminum Alloy A356/Silicon Carbide Hollow Particle Syntactic Foams*. *Metals*, 4. (2014) 530–548. doi.org/10.3390/met4040530
- [8] Pérez L., Villalobos M., Ordenes C., Drew R. A. L., Ruiz-Aguilar C., Alfonso I.: *Elastic Modulus Estimation for Copper Syntactic Foams Reinforced with Iron Hollow Spheres of Different Wall Thicknesses*. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 28/1. (2019) 100–106. doi.org/10.1007/s11665-018-3827-3
- [9] Taherishargh M., Belova I. V., Murch G. E., Fiedler T.: *The effect of particle shape on mechanical properties of perlite/metal syntactic foam*. *Journal of Alloys and Compounds*, 693. (2017) 55–60. doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.09.168
- [10] Fiedler T., Taherishargh M., Krstulovic-Opara L., Vesenjok M.: *Dynamic compressive loading of expanded perlite/aluminum syntactic foam*. *Materials Science and Engineering, A*, 626. (2015) 296–304. doi.org/10.1016/j.msea.2014.12.032
- [11] Szlancsik A., Katona B., Orbulov I. N., Taherishargh M., Fiedler T.: *Fatigue properties of EP/A356 aluminium matrix syntactic foams with different densities*. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 426. (2018) 8p. doi.org/10.1088/1757-899X/426/1/012045
- [12] Dong X.L., Gao Z.Y., Yu T.X.: *Dynamic crushing of thin-walled spheres: An experimental study*. *International Journal of Impact Engineering*, 35/8. (2008) 717–726. doi.org/10.1016/j.ijimpeng.2007.11.004
- [13] Ruan H. H., Gao Z. Y., Yu T. X.: *Crushing of thin-walled spheres and sphere arrays*. *International Journal of Mechanical Science*, 48/2. (2006) 117–133. doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2005.08.006
- [14] Song J., Sun Q., Luo S., Arwade S. R., Gerasimidis S., Guo Y., Zhang G.: *Compression behavior of individual thin-walled metallic hollow spheres with patterned distributions of microporosity*. *Materials Science and Engineering A*, 734. (2018) 453–475. doi.org/10.1016/j.msea.2018.08.016
- [15] Finney J. L.: *Random packings and the structure of simple liquids I. The geometry of random close packing*. *Royal Society of London A*, 319/1539. (1970) 479–493. doi.org/10.1098/rspa.1970.0189
- [16] Gupta N., Woldesenbet E., Mensah P.: *Compression properties of syntactic foams: effect of cenosphere radius ratio and specimen aspect ratio*. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 35/1. (2004) 103–111. doi.org/10.1016/j.compositesa.2003.08.001
- [17] Kiser M., He M. Y., Zok F. W.: *The mechanical response of ceramic microballoon reinforced aluminum matrix composites under compressive loading*. *Acta Materialia*, 47/9. (1999) 2685–2694. [doi.org/10.1016/S1359-6454\(99\)00129-9](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(99)00129-9)

Additív gyártással készülő egyéni implantátumok lézeres mikrohegesztésének vizsgálata

Examination of Laser Microwelded Joints of Additively Manufactured Individual Implants

Kónya János,¹ Kulcsár Klaudia²

¹ Dent-Art-Technik Kft. Győr, Magyarország, labor@dentarttechnik.hu

² Dent-Art-Technik Kft. Győr, Magyarország, kulcsar.klaudia@dentarttechnik.hu

Abstract

Digital product processing and the utilization of novel, tissue-friendly materials allow the use of fixed dentures for patients. Its basis is a titanium plate fixed to the cortical bone surface at given screw positions. A digital dental cast is created from the existing bone surface, and modelling and necessary statistical analyses are carried out in a virtual environment. Safety of the welded joint is evaluated with mechanical methods. When designing the fixing points, an idealized denture is used that was previously designed for the patient. The number and position of pillar elements used for screw fixation of the denture are determined by the complex geometry of the denture itself, and the location, direction, and articulating position of existing teeth. The additively manufactured implant and the machined pillar sleeves are joined with laser-welding at given nesting positions. Homogeneity of the metallic material structure at the welded joint zone of the product is examined with micro-CT. Due to this implementation method, surgical time decreases together with complication rates and post-operative problems

Keywords: *additive manufacturing, implant, laser micro welding, titanium, 3D printings.*

Összefoglalás

A digitális termékfeldolgozás és az új, korszerű, szövetbarát anyagok alkalmazása lehetővé teszik a páciensek számára a rögzített fogmű használatát. Alapja a csavarozási pontokon a kortikális csontfelszínhez rögzített titánlemez. Digitálisan képeztünk lenyomatot a csontfelszínről, virtuális térben modelleztük és végeztük el a szükséges statikai analíziseket. A hegesztett kötés biztonságát mechanikai módszerrel ellenőriztük. A rögzítési pontok tervezésénél felhasználjuk a páciens számára virtuálisan megalkotott, idealizált fogművet. Ezen fogmű komplex geometriája és a terven szereplő fogak pozíciója, iránya, valamint artikulációs helyzete határozza meg a fogpótlás csavaros rögzítésére szolgáló pillérelemek számát, illetve elhelyezkedését. Az additív módon megvalósított tervet a rajta elhelyezett illesztőgyűrűknél forgácsolással létrehozott pillérperselyeket lézeres hegesztéssel rögzítettük. A mikro-CT segítségével elemeztük a hegesztési varrat mellett a gyártmány fémszerkezetének homogenitását. A megvalósítási módszernek köszönhetően csökken a műtéti idő, mellette a szövődmények lehetősége, valamint a posztoperatív probléma.

Kulcsszavak: *additív gyártás, implantátum, lézeres mikrohegesztés, titán, 3D nyomtatás.*

1. Bevezetés

A titán és ötvözetei az ipari, valamint az egészségügyi alkalmazások egyik legjobb műszaki fémének tekinthetők. A Ti-6Al-4V ötvözetet kiváló szakítószilárdsága, élettartam-szilárdsága és korrózióállósága miatt főként repülőgépiparban

és sebészeti implantátumok gyártásánál alkalmazzák [1]. A titán, kereskedelmiileg tiszta titán vagy titánötvözetek hegesztése szükséges a repülőgépiparban, valamint az orvostechnikai eszközök gyártásánál. A titán és ötvözetei előnyösek sebészeti implantátumok és protézisek gyártására, mert kiváló korrózióállóságot, mechanikai tu-

lajdonságokat és biokompatibilitást biztosítanak [2]. A lézeres hegesztést sokféle orvosi termék, például pészmeéker, defibrillátor, katéter és ortopédiai implantátumok gyártására használják [3]. Beültethető implantátumok esetén biokompatibilis fémeket és ötvözeteket, például titánt, nítinolt, kobaltalapú ötvözeteket, rozsdamentes acélt, platinát és nióbbiumot alkalmaznak. A titán egyedülálló anyag, mely figyelmet igényel a feldolgozás minden területén, különösen a hegesztés során [4]. A titán hegesztéstechnológiája bonyolult, mivel 550 °C feletti hőmérsékleten, de különösen olvadt állapotban reakcióképes a légköri gázokkal, például oxigénnel és nitrogénnel. A hegesztés előtt és alatt a kötő- és töltőanyagok nem megfelelő előkészítése és tisztítása, a hegesztési zóna rossz védelme vagy a védőgázban lévő szennyeződések szennyezettséget okozhatnak [5–7].

Számos rögzítésre szolgáló folyamatot alkalmaznak a titán esetében, mint például a volfrám-elektrodás védőgázos ívhegesztés, lézergusaras hegesztés és keményforrasztás [2]. Jelenleg három különböző adalékanyag-használati technikát vizsgálnak fémek esetében: a közvetlen lézeres hegesztést [8–10], az elektronsugaras felrakóhegesztést [11] és a fémfelhordást (SMD). A nagy vákuumtér költséges létrehozásával szemben jobb megoldást nyújt az Ar-atmoszféra [15]. A titán ömlesztőhegesztése főleg védőgázzal és nagy energiájú sugárnyalábbal történik. Az elektronsugaras hegesztés a költségei ellenére kiválóan alkalmas a titánpor szemcséinek összekötésére, mivel vákuum van a kamrán belül, ahol a folyamatot végrehajtják, és az a forró fémot megvédi a szennyeződéstől [16, 17]. A titánötvözet hegesztési folyamata gyakran a volfrám-elektrodás védőgázos ívhegesztés a viszonylag könnyebb alkalmazhatóság és jobb gazdaságosság miatt. A mágneses ívlengetés és az impulzusos áram népszerűbb, mivel ezeket a technikákat a meglévő hegesztőberendezések kisebb módosításával tényleges ipari szituációkra alkalmazhatják [18].

Számos vizsgálat foglalkozott a tiszta titán és a titánötvözetek hegesztési mikroszerkezetének és mechanikai tulajdonságainak a változásával a levegő okozta szennyezés hatására [19]. Az additív gyártással előállított Ti-6Al-4V ötvözet esetében kétféle hegesztéssel hasonlították össze: az egyik a Nd:YAG lézerral végzett lézergusaras hegesztés, a másik a volfrám-elektrodás, védőgázos ívhegesztés [20]. Grade2-es ötvözetlen titánon végeztek vizsgálatokat és arra a következtetésre jutottak, hogy a hegesztési zóna elszíneződése korrelál a védőgázhiánnyal, a varratfém oxigén- és nitro-

géntartalmával, valamint a hőhatásövezet mechanikai tulajdonságaival [19]. Azonban ez a korreláció a hegesztési felület színén és a varratfém szennyezőin kívül más változók függvénye is. Kimutatták, hogy a hegesztési futtatási szín csak a felületi szennyeződést jelezte [19]. Az argon védőgázban lévő oxigénszennyeződés hatását vizsgálták a varratfém mikrostruktúrájára és tulajdonságaira vékony lemezek lézeres hegesztése során. A kísérleti eredményeket főként optikai és pásztázó elektronmikroszkóppal kapták. A mechanikai vizsgálatokkal kapcsolatot mutattak ki a hegesztési felület színe, a varratstruktúra és a mechanikai tulajdonságok (szilárdság, duktilitás, keménység) között [19].

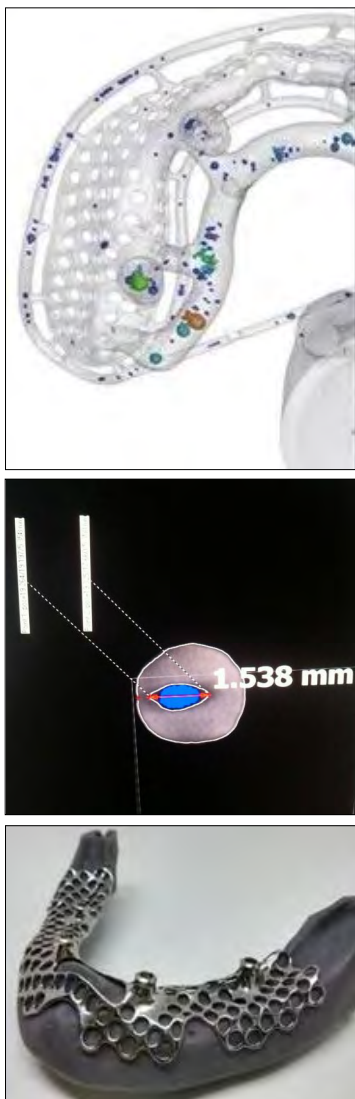
2. A precíziós öntéssel gyártott subperiostealis implantátum

Az újragondolás eredményeként létrejött implantátumszerkezetet hagyományos öntési eljárással hoztuk létre, melynek megvalósítása komoly akadályokba ütközött. A fémszerkezet homogenitása, a kerámia beágyazó forma kopásából, eróziójából, valamint a kerámiából leváló részecskék implantátumszerkezetbe való beágyazódási problémái megnehezítik a szükséges manuális utómunkálatokat. Az öntvény egyetlen szerkezeti elemet tartalmazott, a felfekvőfelület perforált lemeze és a rögzítőcsomók egybe voltak öntve (1. ábra). A csavarozási pontok kialakítása a párhuzamos pozicionálás után történt.



1. ábra. Egybeöntött titán fémszerkezet nyers öntvénye és a beültetésre kész implantátum

A furatok és a menet kialakítása során a fém-szerkezet homogenitását ellenőrző mikro-CT-s, roncsolásmentes anyagvizsgálatot végeztünk (2. ábra). Az eredmény szoftveres elemzése során, az esetek 80%-át meghaladóan, az anyagszerkezetet károsan befolyásoló és a kialakítást nehezítő öntvényhibákra bukkantunk. Az első javítóintézkedésünk célja a lézeres hegesztő segítségével végzett feltárás után a belső zárványok javítása, feltöltése volt. A beavatkozás után a feltöltött anyagszerkezet mechanikai szilárdsága és megmunkálhatósága eltért az öntvény anyagszerkezetétől, ami tovább nehezítette a rögzítési pontok kialakítását.



2. ábra. A mikro-CT-felvételeken feltárt folytonossági hiányok, gázzárványok láthatók

3. Kétfázisú pillérek tervezése és vizsgálata

A korábbi tapasztalatok és eredmények felhasználásával egy komplex megoldást hoztunk létre, amely az öntött alapszerkezetnek és az öntéssel párhuzamosan, körszimmetrikus forgácsolással létrehozott pillérszerkezeteknek – melyek már tartalmazták a végleges rögzítési pontokat is – lézeres hegesztéssel történő egyesítését jelentette. Ez a megoldás vált be, mivel biztosította számunkra a szükséges szilárdságot és szerkezeti stabilitást. Ily módon tudtuk létrehozni, az öntvény alapszerkezethez hegesztett pillér előgyártmány precíziós megmunkálhatósága révén, a nagy felületi pontosságu illeszkedést a kapcsolódó implantátumelemek számára.

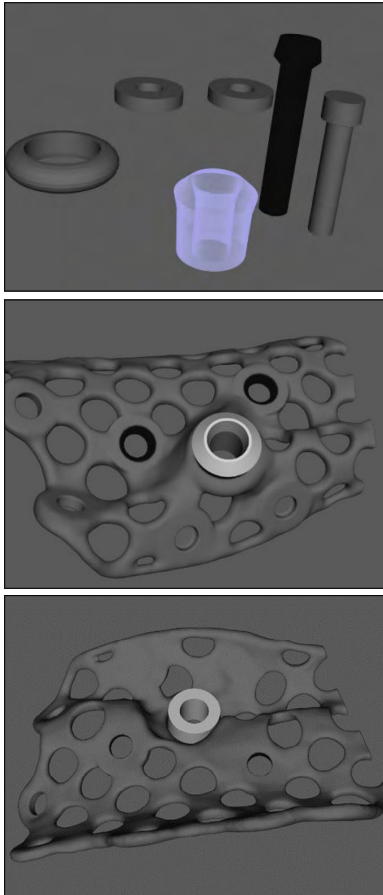
Az így kialakított, kétfázisú implantátum kapcsolódási elemeire a tapasztalatok alapján azért volt szükség, mert a beültető műtétrel a műtéti heg a varrattal zárható, és lerövidíti a gyógyulás idejét. Ekkor a rögzítő pillérek menetes perselyei záró, úgynevezett gyógyulási csavarokat kaphatnak.

A menetes perselyek további előnyei a szerelhetőség, javíthatóság és az adott felhasználási szituációhoz való pillérkialakítás variációinak sokszínűsége, ami tengelykorrekciókat, speciális elhelyezkedésű és ínyvastagságu megoldási lehetőségeket hordoz magában.

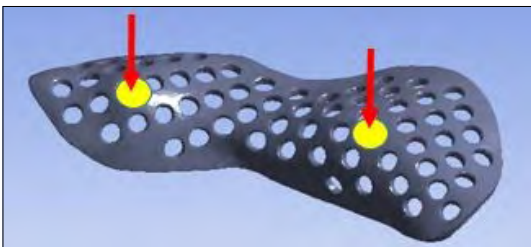
Az így módon korábban gyártott implantátumainknak nem volt meg az alapos anyagvizsgálati és szerkezetanalitikai háttérük, amelyet a virtuális tervezés, a Cone Beam Computer Tomography (CBCT-) felvételekből kinyert információk új dimenziója és a speciális informatikai szoftverek alkalmazása tették számunkra lehetővé. Ezáltal újragondoltuk a subperiostealis implantátumot, amelyet már a virtuális térben történt tervezés után szubsztraktív, anyagleválasztással történő 3D-s megmunkálással hoztunk létre. Mind a hálószerkezetet és a rögzítési pontokat, mind a szerelhetőséget a számítástechnika adta lehetőségekkel, valamint a korábbi tapasztalatainkkal ötvözve valósítottuk meg (3. ábra).

4. A hálószerkezet végeelem-módszerrel végzett analízise

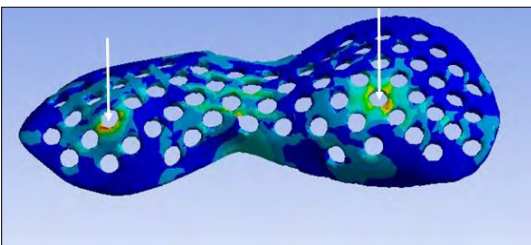
A végeelem-módszerrel végzett analízis a fizikai szerkezet virtuális modelljét kezeli, amely magában foglalja az elemeket, anyagmodelleket, peremfeltételeket és mindazon tulajdonságokat, amelyek a fizikai valóságot modellezzik [30] (4. ábra).



3. ábra. A tervezett pillérelemek és a hálókészlet virtuális egyesítésük



4. ábra. A pillérek elhelyezése a testmodellen



5. ábra. Az elhelyezett pillérek környezetének feszültségmezője

A végelem-módszerrel végzett analízissel a lemez feszültségállapotát vizsgáltuk azokon a területeken, ahová lézeres mikrohegesztéssel beépítjük a menetes perselyt, melyre a felépítmény csatlakozik. Az **5. ábrán** a terhelés iránya és a feszültségállapot látható. A terhelőerő megállapításánál ebben az esetben 150 N tengelyirányú rágóerővel és ennek horizontális komponenseivel számoltunk, figyelembe véve az átlagos csonthiányos eseteknél felmerülő, 15 mm-es interocclusalis térközt.

A véges elemek módszerével végzett vizsgálat a hálószerkezet méreteinek meghatározásában nyújtott nagy segítséget, amelyben idealizáltuk az adott terhelőerőhöz a háló kiterjesztését, perifériáit, a minimális anyagvastagságot és a perforáció átmérőjét, sűrűségét és elhelyezkedését.

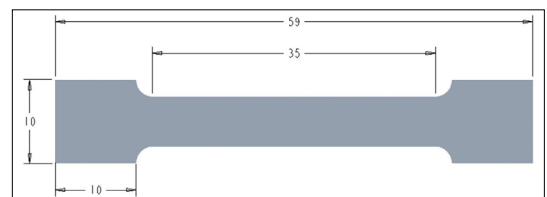
5. Hegesztett Ti-ötvözet-minták mechanikai vizsgálatai

A szerkezeti elemek, mint a háló és a menetes persely anyaga titánötvözet, de míg a hálós szerkezetet additív módon, Grade 23-as titánból hoztuk létre, addig a CNC-esztergával létrehozott menetes perselyelemek húzott, Grade 5-ös titánból készültek. Korábbi gyakorlati tapasztalatunk már volt a Grade 1-es öntött és a Grade 5-ös titán Grade 1-es hozaganyaggal történő összehegesztésével kapcsolatban, ahol a kötés minőségét, homogenitását mikro-CT-vel ellenőriztük, melyet a 7. fejezet tartalmaz. Ez tette számunkra szükségessé, hogy az új hegesztett szerkezetet is vizsgáljuk.

A szerkezeti vizsgálatokat próbatesteken végeztük, melyeket additív gyártással hoztunk létre Grade 23-as titánból. Összehasonlító szakítóvizsgálatot végeztünk oly módon, hogy próbatesteket vágtunk el, majd a geometriájukat megőrizve lézeres mikrohegesztéssel újra egyesítettünk.

Először egyszerű próbatesteket használtunk (**6. ábra**), melyek vizsgálata során azt tapasztaltuk, hogy a nyúlás mértéke befolyással bírhat a hegesztett kötés szilárdságára (**7. ábra**).

Az eredeti próbatest módosítására azért volt szükség, hogy a szakadási nyúlás mértékét csökkentsük.

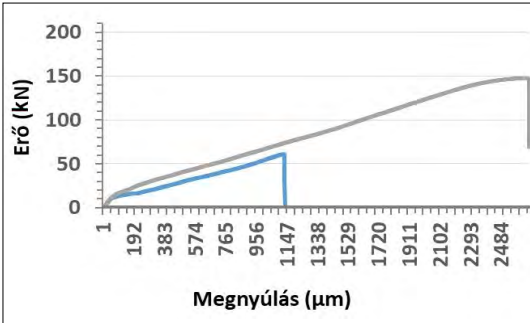


6. ábra. Az eredeti próbatest

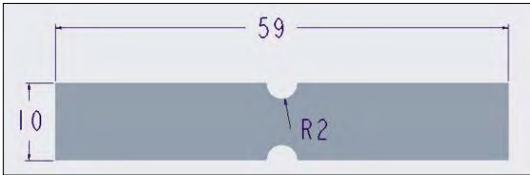
A módosított próbatesten bemetszést alkalmazunk, olyan céllal, hogy a szakítóvizsgálat során biztosan a hegesztett kötés szakadjon, és így a hegesztett kötés szilárdsági tulajdonságait kapjuk meg, nem pedig a próbatestet (8. és 9. ábra).

Létrehoztuk az elvágott és hegesztett szerkezetű próbatesteket, valamint megismételtük az összehasonlító szakítóvizsgálatot (10., 11. és 12. ábra).

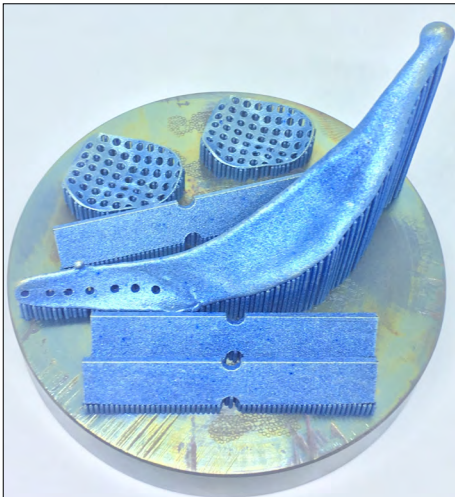
A szakítási eredmények, valamint a numerikus analízissel feltárt, a hálószerkezetben ébredő feszültségek összevetése alapján arra a következtetésre jutottunk, hogy a hegesztési varrat szilárd-



7. ábra. Az eredeti próbatestek szakítódigramja. A szürke színű az alapanyag, a kék pedig a hegesztett próbatest



8. ábra. A módosított próbatest

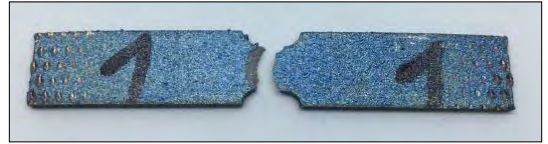


9. ábra. A próbatestek additív módon történő létrehozása

sága megfelel az elvárt fizikai követelményeknek. A számításokból adódik, hogy a tengelyirányú átlagos terhelőerő (140 N átlagos terhelőerővel számolunk) húszszorosát elviseli a hegesztett szerkezet (13. ábra).

6. Additív gyártással létrehozott bázis-lemez

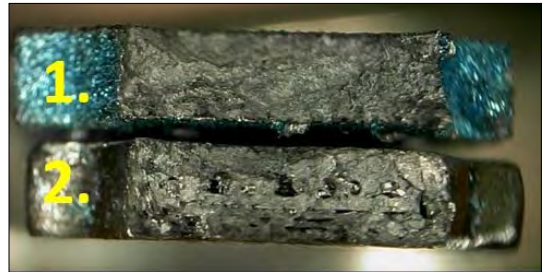
A gyártástechnológia fejlődése és a rendelkezésre álló géppark lehetővé tette számunkra a precíziós öntés kiváltását. Az így additív gyártással, azon belül Selective Laser Melting (SLM)



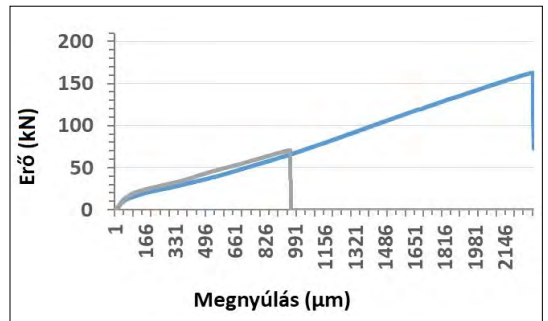
10. ábra. A módosított próbatest elszakítva



11. ábra. A hegesztett, módosított próbatest elszakítva



12. ábra. Az 1-es számú a módosított, a 2-es számú a módosított és hegesztett próbatest töretfelületének képe



13. ábra. A módosított próbatestek szakítódigramja. A kék színű az eredeti állapotú, a szürke pedig a hegesztett próbatest

technológiával készült bázislemezekenél felmerült az egyetlen szerkezetben történő megvalósítás a rögzítési pontokkal együtt. A megmunkálás a gyártó által ajánlott hőkezelésű, nyomtatott fém-szerkezetnél az alapanyag relatív ridegsége miatt rendkívül nehézkes lett (**14. ábra**). A hagyományos menetfúró szerszámok használata nem volt megoldható. Az implantátumok további illeszkedőfelületeinek precíziós utómunkálatai a befogás pontatlansága miatt nem volt kivitelezhető.

A vizsgálataink és tapasztalataink egyértelmű eredménye az lett, hogy a nyomtatott alaplemezt és a kétfázisú rögzítést biztosító menetes perselyeket lézersugaras hegesztéssel lehet a legpontosabban és leggazdaságosabban kivitelezni. Ez a tervezésnél virtuális elemek felhasználását tette szükségessé, amelyek a perselyek helyét pozícionáltn határozzák meg, valamint a hegesztéshez szükséges felületek kialakítását, élkiképzési szögeket és anyagvastagságokat tartalmaznak (**15. ábra** és **1. táblázat**).

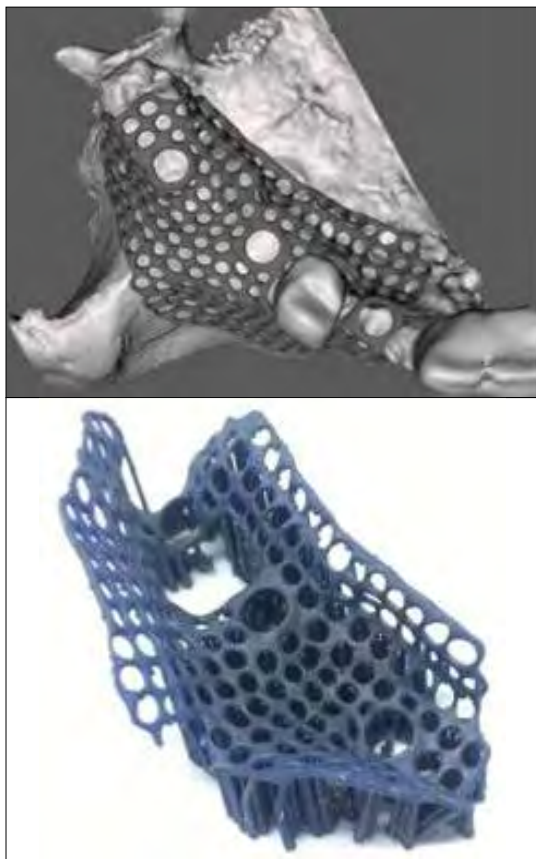


14. ábra. Példák az egyben nyomtatott fém-szerkezetek megmunkálásának sikertelenségeire

A lemez nyomtatását követően 20 percig 600 °C-on feszültségmentesítő hőkezelésre (légköri nyomáson, védőgáz nélkül) kerül sor, amit a 3-4 bar-os, 50 µ-os korundszemcsével történő felületi szemcseszórás követ. A manuális felületi átdolgozás után a virtuális tervezésnek megfelelően a hegesztendő elemek összeillesztése következik (**16. ábra**). Ezzel párhuzamosan a komplex paralelizást, tehát a rögzítőelemek párhuzamosságát is ellenőrizni kell. A CBCT-felvétel DICOM-fájlból generált csontfelszín 3D SLA fotopolimer anyagból 3D-nyomtatott modelljén történik a szerkezeti elemek összeállítása.

7. A lézersugaras hegesztés

Az impulzusos üzemi lézer használatával lehetőség nyílik a különlegesen nagy olvadáspontú anyagok hegesztésére. A hőbevitel gyors, az összehegesztendő felületek az olvadáspont fölé hevülnek, majd megszűnik az impulzusciklus.



15. ábra. Az additív gyártással (3D nyomtatással) készült bázislemez testmodellje és a nyomtatott modell az alátámasztásokkal

1. táblázat. Az additív gyártást végző lézerberendezés fő műszaki jellemzői

Technikai adatok	SISMA mysint100
Munkatér térfogata	dia. 100 × 100 mm
Lézerforrás	200 W
Fókuszálható lézersugár-átmérő	50 μm
Tipikus rétegvastagság	20-40 μm, változtatható
Energiaforrás	220–240 V – 50–60 Hz
Maximális abszorbeált teljesítmény	1,53 kW
Inert védőgáz	nitrogén, argon
Inertgáz-ellátás	6 mm/2,5–5 bar 35 l/min-nél
Inertgáz-fogyasztás	<0,3 l/min 0,5% O ₂ -nél
O ₂ -koncentráció	0,3%
Berendezés méretei	1390 × 777 × 1600 mm
Berendezés tömege	650 kg



16. ábra. A szerkezeti elemek összeállítása a hegesztéshez a perselyelemek illesztésével

Ennek ismétlődésével, valamint a sugárnyaláb mozgatásával kialakul az összeolvadt varrat. Ez a hegesztési eljárás az alapja a lézersugaras mikrohegesztésnek.

Ily módon van lehetőségünk a titán és ötvözeteknek mély beolvadású varrattal történő összehegesztésére.

Az összeállítandó elemek a nyomtatott alaplmezéből (Ti Grade 23, Ti-6Al-4V), hozaganyagból (Ti Grade 1, Ø 0,2 mm huzal) és a pillérek menetes perselyeiből (Ti Grade 5, hengerelt, húzott előgyártmányból esztergálva) tevődnek össze.

A lézeres hegesztés rögzítő ponthegesztéssel kezdődik a deformációk elkerülése végett, argon védőgáz alatt.

Az általunk használt keresztmetszetű darabok egyesítése, az illesztési hézag körszimmetrikus, mélyvarratos hegesztése után (lézeres hegesztőgép impulzuslézer beállításának paraméterei: 260–280 V, 5–8,5 ms, 5,0 Hz, fókus: 0-tól 2-ig) hozaganyaggal (ötvözetlen titán, Grade 1) a varrat feltöltésre kerül a lézeres hegesztőgép beállított technológiai változói alapján (lézeres hegesztőgép impulzuslézer beállításának paraméterei: 300–320 V / 8,5 ms, 5,0 Hz, fókus 1-től 4-ig) (**17. ábra**).

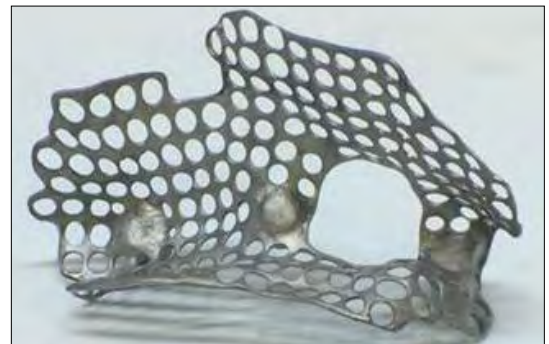
A felrakott felületek simításánál alkalmazott lézeres hegesztőgép impulzuslézer-paraméterei: 260–290 V, 8,5 ms, 5,0 Hz, fókus 3-tól 10-ig. A besési szög és a lézerfolt átmérőjének növelésével elsimítjuk a hegesztési varrat felületét (**2. táblázat**). Az utolsó hegesztési fázis a menetes persely fenéklemezének elhelyezése. A kötőhegesztés után az egyesített szerkezeteket ismételt hőkezeléssel feszültségmentesítjük.

Az implantátum lemezszerkezetének utókezelése a hegesztés után a varratok tisztításával, redőzöttségének kézi elsimításával, összetett élgeometriájú csiszolóeszközökkel történik. A digitális technikával történt tervezés és gyártás ellenére jelentős manuális munkát igényel még a befejező fázis, amely a dorzális felület mikroszemcsés szemcsezórása (50 μ, 1,5 bar) után az érdességi mikrobarázdák megszüntetésére szolgáló savas pácolással és a buccalis felület tükrösre polírozásával ér véget (**18. ábra**).



2. táblázat. Az általunk alkalmazott Dentaurum Basel Laser Desktop mikrohegesztő berendezés fő műszaki jellemzői

Lézer hegesztőgép paraméterei	
Lézerkristály	Nd: YAG
Hullámhossz	1064 nm
Max. átlagteljesítmény	50 W
Impulzusenergia	50 J
Impulzus-csúcsteljesítmény	5 kW
Impulzus-időtartam	0,5–20 ms
Impulzusfrekvencia	25 Hz
Impulzusformátum	4 előre kialakított impulzusforma
Lézerhűtés	integrált víz-levegő-hő cserélő
Elektromos kapcsolás	200–240 V / 50–60 Hz / 10 A
Max. energiafogyasztás	2,2 kW



17. ábra. A lézersugaras hegesztés berendezésének kezelőfelülete és a hegesztés fázisai

18. ábra. A subperiostealis implantátum egyesített szerkezete felületkezelve

A felszín előkészítése fontos az implantátum-szerkezet csont-, illetve nyálkahártya-érintkezésénél, mivel befolyásolja a csontintegráció gyorsaságát, ami növeli a stabilitást. Befejezésül ellenőrző vizsgálatokat végzünk minden egyedi implantátumon röntgen mikro-CT segítségével.

8. Roncsolásmentes anyagvizsgálat mikro-CT-vel

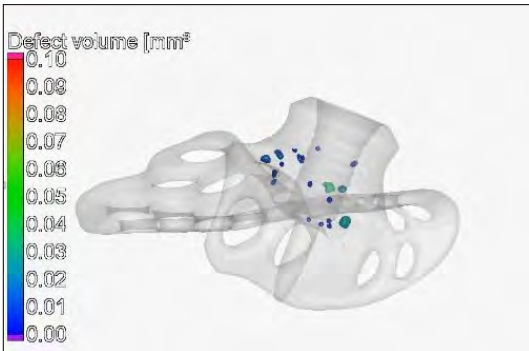
A vizsgálat során lehetőségünk nyílik a hegesztési varrat homogenitási hiányosságainak felderítésére, amelynek mértéke befolyással bír a hegesztett kötés szilárdságára, minőségére és tartóságára (**19. ábra**).

A hegesztett varrat szilárdságát vizsgáló próbatesten végzett elemzések alapján minőségi standardokat határoztunk meg. Az összehozott elemek hegesztett térfogatának a mikro-CT-vel kimutatható 90%-os homogenitással kell rendelkezniük, és a legnagyobb zárvány mérete nem haladhatja meg a $0,05 \text{ mm}^3$ -t, valamint a felülettől mért távolsága $0,3 \text{ mm}$ -nél nagyobb kell hogy legyen.

9. Próbadarabon készített hegesztési varrat metszetének vizsgálata

A hegesztési varrat minőségének elemzéséhez az eredetivel azonos alapanyagokból és technológiával egy próbaimplantátumot készítettünk, melynek metszetét maratás után mikroszkóppal vizsgáltuk (Nikon TS100 mikroszkóppal) (20. ábra).

A lézeres mikrohegesztésnél nem következik be jelentős szemcsedurulás, és keskeny hőhatásövezet alakul ki. Az ily módon készített hegesztési varrat több szempontból is kedvező, a varrat szerkezet homogén, és a varratok hőhatásövezete



19. ábra. Geometriai sajátságokat tartalmazó mintadarab hegesztési varratának mikro-CT-vizsgálata



20. ábra. A csiszolásvizsgálathoz használt mikroszkóp

egyenletes és folytonos (21. ábra).

A metszetet, illetve a csiszolatot úgy alakítottuk ki, hogy a mikro-CT-felvétel alapján fellelhető, legnagyobb hegesztési gázzárványok is láthatóvá váljanak a 22. ábra jelölt helyein.

10. Összefoglalás

A végleges csavarokkal rögzített fogmú elkészítése a szájba beültetett implantátum fölött lévő nyálkahártya teljes gyógyulása, valamint a titánhálót körülvevő csontszövet összeintegrációja után valósul meg (23. és 24. ábra).

Az általunk újragondolt és gyártástechnológiájában fejlesztett, kétfázisú rögzítési pontokat tartalmazó, subperiostealis implantátum mind anyagában, mind a kialakítás komplex technológiájában újszerűséget képvisel. Az osztható, két fázisban kialakított rögzítési pontok lehetőséget



21. ábra. A hegesztett titánszerkezet metszeti képei (optikai mikroszkóppal különböző megvilágítással, kontrasztokkal készített képek)



22. ábra. A hegesztett titánszerkezet metszeti képei a gázzárványok jelölésével

adnak a zárt seb alatti izolált gyógyulásra. A hegesztett perselyek magasságának minimalizálása a műteti sebzárásnál, illetve a gyógyulást követően a szubgingivális nyálkahártya felületi irritációját csökkenti. Azon páciensek számára nyújt segítséget, akiknek nem áll rendelkezésre kellő csontvolumenük a fogaik elvesztése, valamint a csontállományok leépülése után a hagyományos, körszimmetrikus implantátumok beültetésére.

Köszönetnyilvánítás

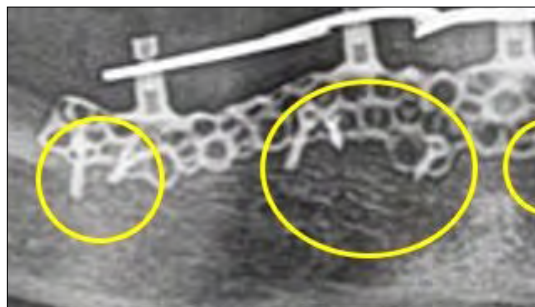
Köszönettel tartozunk a „Nemzetköziesítés, oktatói, kutatói és hallgatói utánpótlás megteremtése, a tudás és technológiai transzfer fejlesztése, mint az intelligens szakosodás eszközei a Széchenyi István Egyetemen” c. pályázat támogatásáért.

Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Malinov S., Sha W.: *Application of artificial neural networks for modeling correlations in titanium alloy*. Materials Science and Engineering A, 41/1–2. (2010) 140–146. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2003.09.029>



23. ábra. A kész, sterilizálás előtti implantátumlemezek a fogmű modelljével



24. ábra. A beültetett egyéni, subperiostealis implantátum röntgenképe a rögzítő mikrocsavarokkal

- [2] Shrivastava S.: *Medical Device Materials*, Anaheim CA. In: Proceedings of the Materials and Processes for Medical Devices Conference, 2003. 417. https://www.asminternational.org/documents/10192/1849770/06974g_frontmatter.pdf
- [3] Xie J., Safarevich S.: *Laser materials processing for medical devices*. In: Shrivastava S. (ed.): Proceedings of the Materials and Processes for Medical Devices Conference, Anaheim, CA, ASM International. 2003. 25–30.
- [4] Saresh N., Gopalakrishna Pillai M., Mathew J.: *Investigations into the effects of electron beam welding on thick Ti-6Al-4V titanium alloy*. Journal of Materials Technology, 192–193. (2007) 83–88. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprot.2007.04.048>
- [5] *Welding Handbook. Welding Processes*. vol. 2., American Welding Society, Miami, FL, 1988. 695–697.
- [6] *Welding Handbook. Metals and Their Weldability*, vol. 4., American Welding Society, Miami, FL, 1982. 447–449.
- [7] Gupta B., Krishna V. G.: *Aerospace Materials*, vol. 1., S-Chand and Company Ltd., New Delhi, India, 1996.
- [8] Kelly S. M., Kapmpe S. L.: *Microstructural evolution in laser-deposited multilayer Ti-6Al-4V builds*. Part II. Thermal modeling. Metallurgical and Materials Transactions, A 35/6. (2004) 1869–1879. <https://doi.org/10.1007/s11661-004-0095-7>
- [9] Qian L., Mei K., Liang J., Wu X.: *Influence of position and laser power on thermal history and microstructure of direct laser fabricated Ti-6Al-4V samples*. Materials Science and Technology, 21/5. (2005) 597–605. <https://doi.org/10.1179/174328405X21003>
- [10] Dinda G. p., Song L., Mazumder J.: *Fabrication of Ti-6Al-4V scaffolds by direct metal deposition*. Metallurgical and Materials Transactions A - Physical Metallurgy and Materials Science, 39/12. (2008) 2914–2922. <https://doi.org/10.1007/s11661-008-9634-y>
- [11] Nowotny S., Scharek S., Beyer E., Richter K. H.: *Laser beam build-up welding: precision in repair, surface cladding, and direct 3D metal deposition*. Journal of Thermal Spray Technology, 16/3. (2007) 344–348. <https://doi.org/10.1007/s11666-007-9028-5>
- [12] Taminger K. M., Hafley R. A.: *Electron beam freeform fabrication for cost effective near-net shape manufacturing*. In: NATO/RTO AVT-139 specialists meeting on cost effective manufacture via net shape processing, Amsterdam (The Netherlands): NATO, (2006) <https://ntrs.nasa.gov/archive/nasa/casi.ntrs.nasa.gov/20080013538.pdf>
- [13] Katou M., Oh J., Miyamoto Y., Matsuura K., Koduh M.: *Freeform fabrication of titanium metal and intermetallic alloys by three-dimensional micro welding*. Materials and Design, 28/7. (2008) 2093–2098. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2006.05.024>
- [14] Clark D., Bache M., Whittaker M.: *Shaped metal deposition of a nickel alloy for aero engine applications*. Journal of Materials Processing Technology, 203/1–3. (2008) 439–448. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprot.2007.10.051>
- [15] Baufeld B., Van der Biest O., Gault R.: *Additive manufacturing of Ti-6Al-4V components by shaped metal deposition: Microstructure and mechanical properties*. Materials and Design, 31/1. (2010) 106–111. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2009.11.032>
- [16] Barreda J. L., Santamaram F., Azpiroz X., Irisarri A. M., Varona J. M.: *Electron beam welded high thickness Ti-6Al-4V plates using filler metal of similar and different composition to the base plate*. Vacuum 62/2–3. (2001) 143–150. [https://doi.org/10.1016/S0042-207X\(00\)00454-1](https://doi.org/10.1016/S0042-207X(00)00454-1)
- [17] Baeslack W. A., Becker D. W., Froes F. H.: *Advances in titanium alloy welding metallurgy*. Journal of Metals, 36/5. (1984) 46–82. <https://slideheaven.com/queue/advances-in-titanium-alloy-welding-metallurgy.html>
- [18] Balasubramanian M., Jayabalan V., Balasubramanian V.: *Developing mathematical models to predict tensile properties of pulsed current gas tungsten arc welded Ti-6Al-4V alloy*. Materials and Design, 29/1. (2008) 92–97. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2006.12.001>
- [19] Li X., Xie J., Zhou Y.: *Effects of oxygen contamination in the argon shielding gas in laser welding of commercially pure titanium thin sheet*. Journal of Materials Science, 40/13. (2005) 3437–3443. <http://www.camj.uwaterloo.ca/pdf/Zhou/JMS-2005%20Li.pdf>
- [20] Brandl E., Baufeld B., Leyens C., Gault R.: *Additive manufactured Ti-6Al-4V using welding wire: comparison of laser and arc beam deposition and evaluation with respect to aerospace material specifications*. ScienceDirect – Physics Procedia, 5/1. (2010) 595–606. <https://doi.org/10.1016/j.phpro.2010.08.087>

Rézlemezek ultrahangos hegesztésénél előforduló hibák elemzése

Investigation of Imperfections Formed in the Ultrasonic Welding of Copper Sheets

Kovács Tünde Anna

Óbudai Egyetem, Bánki Donát Gépész és Biztonságtechnikai Mérnöki Kar, Anyag és Alakítástechnológiai Intézeti Tanszék, Budapest, Magyarország, kovacs.tunde@bgk.uni-obuda.hu

Abstract

Ultrasonic welding is a very useful and simple welding process. It is suitable for establishing a joint between thin sheets and dissimilar metals with short preparation and finish work time [1]. Some welding defects were detected due to less than optimal ultrasonic welding parameters. These defects were ruptures, surface colour change and unacceptable deformations. This article aims to identify these failures and their causes.

Keywords: *copper, ultrasonic welding, weld imperfections, heat affected zone.*

Összefoglalás

Az ultrahangos hegesztés nagyon hasznos és egyszerű kezelést kívánó hegesztési eljárás. Vékony lemezek hegesztésére, valamint ezek vegyes kötéseinek létrehozására alkalmas rövid előkészítési idő, illetve utómunka mellett [1]. Az ultrahangos hegesztés során azonban károsodás is bekövetkezhet a nem megfelelő hegesztési változók alkalmazása következtében. Ezek a hegesztési eltérések a repedésképződés, a felület elszíneződése, valamint a túlzott deformáció. Jelen tanulmány az eltéréseket rendszerezi és megkísérli a kialakulásuk okainak feltárását.

Kulcsszavak: *réz, ultrahangos hegesztés, hegesztési eltérés, hőhatásövezet.*

1. Bevezetés

A vékony lemezek hegesztése fontos ipari feladat. Alkalmazható vékony lemezek esetében forrasztás, ragasztás és hegesztés is. A jó vezetőképeség megtartása miatt fémes kapcsolatot javasolt hegesztéssel létrehozni. Hegesztés során mindig törekedni kell arra, hogy a hegesztés következtében kialakuló kötés, a hőhatásövezet és az alapanyag azonos kémiai összetételű, szerkezetű s ezáltal azonos mechanikai tulajdonságú legyen. Amennyiben azonban a hegesztés során eltérések keletkeznek, akkor a technológia felülvizsgálatára vagy más eljárás alkalmazására van szükség.

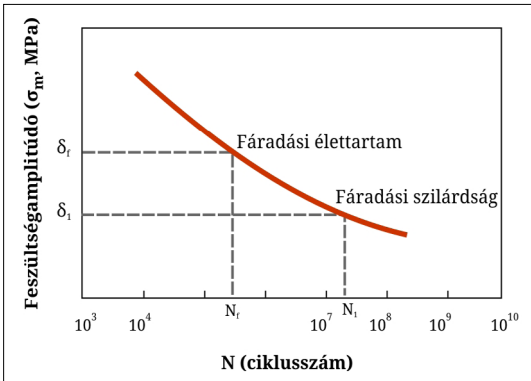
Az ultrahangos hegesztés igen előnyös az elektronikai iparban, mivel a fémes kapcsolat kialakítása során nem keletkezik nagy hőhatás, nem

szükséges hegesztő- vagy forrasztóanyag, fémes kapcsolat jön létre a darabok között, elérhető a megfelelő kötészilárdság, nincs jelentős deformáció.

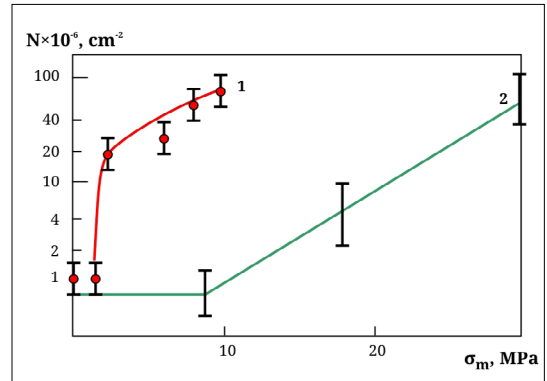
2. Elméleti háttér

2.1. Kifáradás, fáradási szilárdság

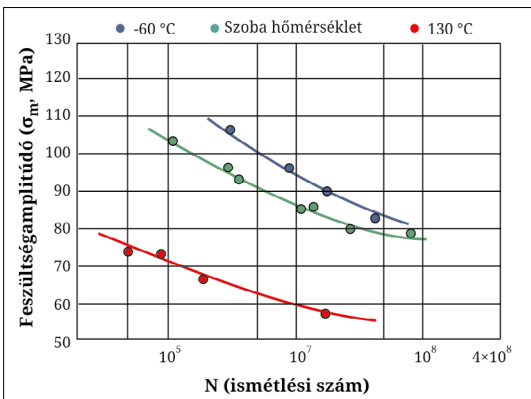
A repedésképződés és a törés fémek esetében gyakran a kifáradási jelenséggel magyarázható. A nemvas- vagy titánalapú övezetek esetén (Al, Mg, Cu) nem kifáradási határt, hanem fáradási szilárdságot határoznak meg. A fáradási szilárdság az a feszültség szint, melyet még adott ismétlés (pl. 107) esetén elvisel, ui. a diagramon látszik, hogy a görbének nincs vízszintes aszimptotája (1. ábra).



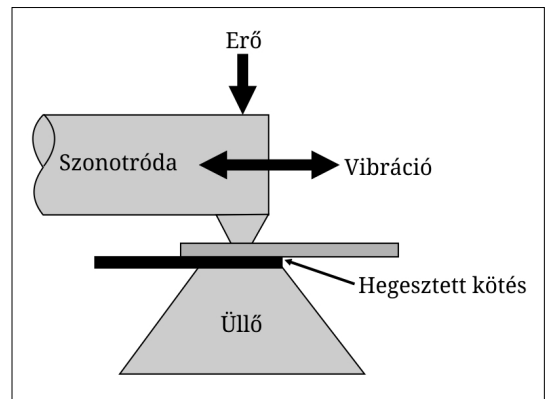
1. ábra. A fáradási szilárdság ábrázolása a ciklusszám-feszültségamplitúdó diagramon [2]



3. ábra. Diszlokációsűrűség a feszültségamplitúdó függvényében (1) Al 20 °C és (2) Cu 450 °C [7]



2. ábra. Fáradási szilárdság a hőmérséklet függvényében, lágyított színrézre [2]



4. ábra. Az ultrahangos hegesztés vázlatja [1]

A fáradási szilárdság nem anyagjellemző, értékét befolyásolja a szemcseméret, korrózió, frekvencia és a vákuum jelenléte, a közép feszültség, képlékenység, felületi érdesség, mikroszerkezet (bemetszésérzékenység), hőmérséklet [3]. A hőmérséklet növekedésével a fáradási szilárdság csökken (2. ábra).

2.2. Az ultrahangos hegesztés elméleti háttere

Az ultrahangos hegesztés nem új eljárás, több évtizede alkalmazzák az iparban, ennek ellenére fémtani háttere még nem teljesen ismert. Ez a hegesztési eljárás vékony lemezek összekapcsolására alkalmas, a sajtolóhegesztési eljárások közé tartozik. A kötés kialakításához nagyfrekvenciás ultrahangot és sajtolóerőt alkalmaznak.

Az ultrahang hatása a diszlokációk mozgására a fémmegmunkálás területén ismert elmélet. Az ultrahangos hegesztés alapja az ultrahang keltette rezgésnek a fémes anyag képlékenységét elősegítő hatása, mivel a kö-

tés képlékeny alakváltozással jön létre [4–6]. A 3. ábra mutatja, hogy a diszlokációsűrűség az ultrahang hatás-idő függvényében változik. Ez az egyik magyarázata annak, hogy a mechanikai tulajdonságok is változnak.

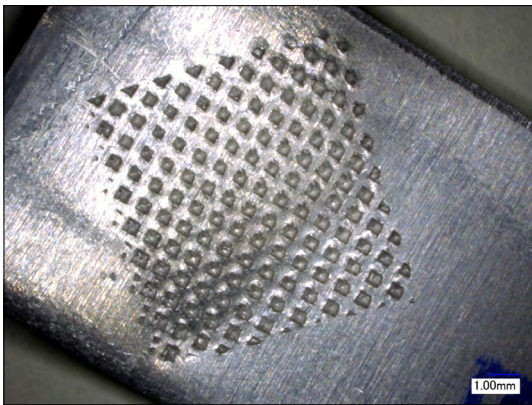
Az ultrahangos hegesztés a hidegsajtoló hegesztések csoportjába tartozik. Az ultrahangos vibráció, a szorítónyomás és a vibrációból adódó súrlódás közrejátsszik a kötés létrejöttében.

A hegesztés során a felületek között súrlódás lép fel, melynek következtében a darabok a kötési zónában felhevülnek (4. ábra).

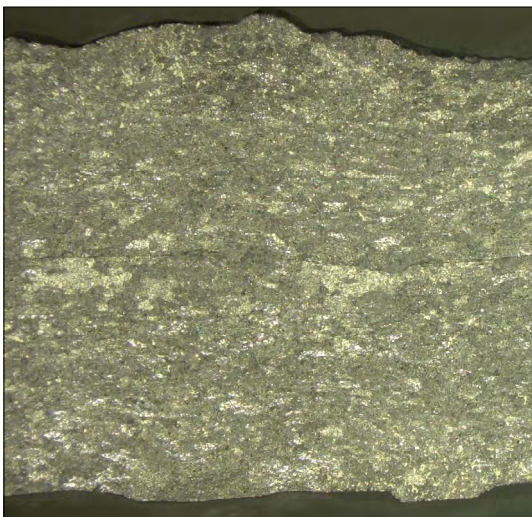
A keletkező hőmérséklet függ egyrészt az anyag fizikai tulajdonságaitól, másrészt a hegesztési változóktól. Alumínium- és rézlemezek esetében jelentős hőmérséklet-növekedés tapasztalható. Hegesztési gyakorlatban hőmérséklet ellenőrzésére alkalmazott hőkrétával elvégzett mérésekkel igazolt, hogy réz esetében 500 °C-ot biztonsággal elérhet a hegesztett kötés. Ez a hőmérséklet azonban már meghaladja az újrakristályosodás hőmérsékletét.

A hegesztett kötés kialakulását képlékeny deformáció segíti. Az **5. ábrán** a kalapács (vagy szonotródcsőcs) lenyomata látszik, a **6. ábrán** pedig a varrat metszeti képe. A szemcsék alakja deformált, mérete eltérő.

A kötés kialakításában nagy szerepe van az ultrahang hatására létrejövő diszlokációmozgásoknak, melyek segítik a képlékeny alakváltozást, ami a sajtoló hegesztési eljárásoknál a kötés kialakulásához szükséges. Az ultrahangos hegesztés tehát egy komplex hatásmechanizmussal létrejövő kötés. Az ultrahang és a súrlódási hő hatására a kötésben létrejöhet újrakristályosodás. A szemcseméret ezáltal megváltozhat, ezzel együtt pedig a kötés szilárdsága is.



5. ábra. Ultrahangos hegesztéssel készített kötés felülete alumínium próbatesten



6. ábra. Ultrahangos kötés metszete (alumínium próbatest)

3. Rézlemezek ultrahangos hegesztési kísérletei

3.1. Vizsgált anyag

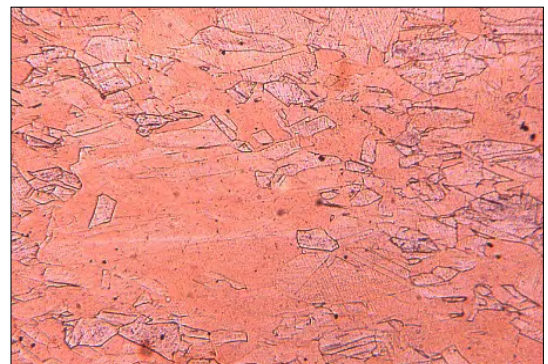
A réz igen kedvelt fém, már az ókorban is használták. Jól alakítható (szakadási nyúlása $A = 50\%$), jó hő- és villamos vezető, korrózióval szemben kitűnő ellenállást mutat. Olvadási hőmérséklete ($1084\text{ }^\circ\text{C}$) kisebb az acélokénál és nagyobb az alumíniuménál. Az ipari gyakorlatban jellemzően forrasztással kapcsolják össze a rézlemezeket, mivel a ponthegesztésük csak speciális elektródával és munkarenddel oldható meg, ömlesztőhegesztésük pedig nagy hőbevitellel jár. Kis hőbevitelű eljárások esetén, mint a lézersugaras hegesztés pedig a réz jó hővezetése és reflexiója okoz gondot [6–7].

Bár a réz széles körben alkalmazott fém az iparban, a szilárdsága nem jelentős (lágy állapotban: $R_m = 240\text{ MPa}$, $R_{p0,2} = 70\text{ MPa}$, keménysége 30 HBS). Lágyított állapotban a fáradási szilárdság értéke $62\text{--}75\text{ MPa}$ [2]. Hidegalakítással ($380\text{--}415\text{ MPa}$), ötvözéssel és hőkezeléssel a szilárdság növelhető, de ezzel szemben más előnyös tulajdonságok, pl. a vezetőképesség, romlanak. Felhasználása a villamos iparban jellemző.

A hegesztési kísérletekhez tiszta réz (C1020) lemezeket alkalmaztunk, amely az elektronikai iparra jellemző alapanyag, mikroszerkezetét a **7. ábra** mutatja. Lágy állapotú, $0,5\text{ mm}$ vastagságú, $99,90\%$ tisztaságú vörösréz (Szabványos jelölés: Cu-DHP, CW024A, EN 1172) lemez próbatesteket alakítottunk ki (15 mm széles, 60 mm hosszú).

3.2. A hegesztőberendezés

A hegesztés során alkalmazott frekvencia a berendezés által meghatározott $f = 20000\text{ Hz} \pm 50\text{ Hz}$. A kísérletekhez Branson Ultraweld L20 hegesztő



7. ábra. A réz mikroszerkezete $50\times$ nagyítás ammónium-hidroxid/ammónium-peroxid keverékkel maratva [7]

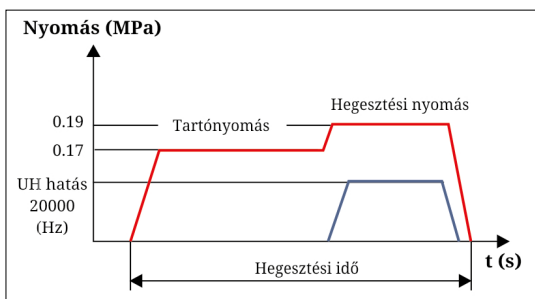
berendezést alkalmaztam. A frekvencia mellett a további hegesztési változók a hegesztés időtartama t (s), rezgésamplitúdója A (μm), az összeszorító erő F (N), a teljesítmény P (W), mely az (1) összefüggésből adódik, ahol f (Hz) a frekvencia:

$$P = F \cdot A \cdot f \quad (1)$$

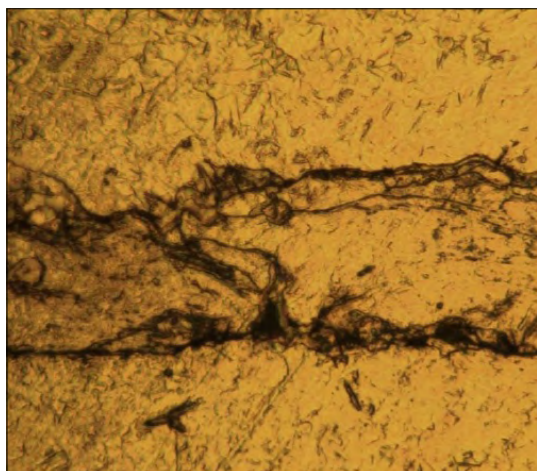
Az üllő ($12,5 \times 12,5$ mm méretű négyzet) és a szonotródacsőcs ($14,5 \times 12,5$ mm-es téglalap) felülete eltérő. Lehetőség van hegesztés közben és után a varrat hűtésére levegőfúvatással.

A hegesztési változók menürendszerből választhatók. A „hegesztési energia” üzemmódot alkalmazva az ultrahang működése a kívánt energia eléréséig tart. A „hegesztési idő” üzemmód esetén pedig meghatározott ideig tart az ultrahanghatás. A hegesztés munkarendjét a **8. ábra** mutatja be.

A hegesztés során van egy előtartási idő adott tartónyomással, majd az ultrahangos rezgés közben a szonotródafejre szerelt kalapács az üllőhöz a hegesztési nyomással szorítja össze a munkadarabokat (**4. ábra**). A szerszámacél üllő és kalapács felületei érdesítettek, hogy a munkadarabokkal ne hegedjenek össze [**8–9**].



8. ábra. Az ultrahangos hegesztés munkarendje



9. ábra. Repedés az ultrahangos hegesztett kötésben, réz próbatest

3.3. A hegesztési varratok eltérései

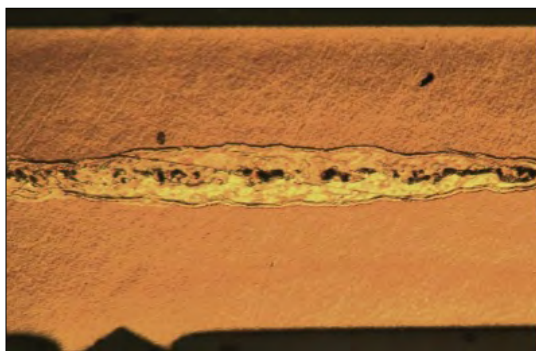
Különböző beállításokkal végeztünk hegesztési kísérleteket. Hegesztési idő üzemmód alkalmazása során az ultrahangos hegesztési idő pontosan beállítható. Előkísérleteket végeztünk annak meghatározására, hogy melyik hegesztési változó változtatása okoz jelentős különbséget a hegesztett varrat kialakítása során a deformáció és varrat szilárdsága szempontjából.

A kísérletek eredményei azt mutatták, hogy a rezgés amplitúdójának változtatása, valamint a hegesztési idő jelentős hatást gyakorol a hegesztett kötés tulajdonságaira [**10**]. A **9. ábra** nem megfelelő kötést mutat a varrat keresztmetszeti képén. A kötés nem jött létre, a varrat metszetében repedések láthatóak.

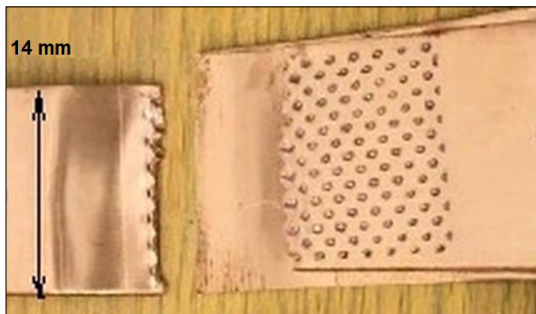
A hegesztés során túlhevülés is létrejöhethet, melynek hatására a munkadarabok megolvadhatnak. A **10. ábrán** látható kötés metszetében látható olvadt részek is ezt mutatják. Ultrahangos hegesztés esetében ez nem megfelelő kötést hoz létre.

Egyes hatástényezők együttes hatására repedés, törés képződése is előfordulhat, ilyen esetet mutat a **11. ábra**.

A hegesztési repedések jellemzően az összekapcsolt felület szélén indulnak el, és az esetek többségében a **11. ábrán** látható módon töréssel végződnek.



10. ábra. A hegesztés során az összekapcsolódó felületek megolvadtak



11. ábra. Hegesztett lemez törése

A hegesztett kötással szembeni követelmény a szemrevételezéssel történő ellenőrzés, valamint a kötés szilárdságának ellenőrzése szakítóvizsgálattal, a maximális erő meghatározása, valamint a szakadás helyének elemzése.

A próbatestek hegesztésénél alkalmazott változókat az **1. táblázat**ban foglaltuk össze. A tartónyomás és a hegesztési nyomásértékek változatlanok voltak a hegesztés során (0,17 MPa).

4. Következtetések

A kísérletek eredményeit az **1. táblázat** tartalmazza. A hegesztési kísérletek alapján látható, hogy a hegesztési idő változása jelentős hatással volt a varrat kialakulására és az eltérésekre (deformáció, repedés, túlzott hő miatti elszíneződés, varratban történő olvadás).

A repedések minden esetben a hosszabb hegesztési idő, hosszabb idejű ultrahangos hatás eredményeként jöttek létre. A réz fáradási szilárdsága a vibráció hatására csökken, ezért a terhelés hatására repedés, törés jön létre.

A felületek túlhevülése („megégése”) azokban az esetekben volt megfigyelhető, amikor nagy amplitúdót és nagy hegesztési időt együttesen alkalmaztunk.

Azt is megállapítottuk, hogy nagy amplitúdóval, de rövid hegesztési idővel nem jön létre megfelelő kötés.

Az amplitúdó és a hegesztési idő értéke alapján a keletkező hő meghatározható, ennek az összefüggésnek a meghatározásához még további kísérletek szükségesek.

További tervek

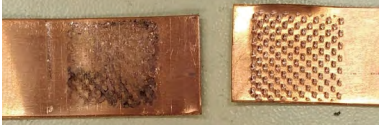
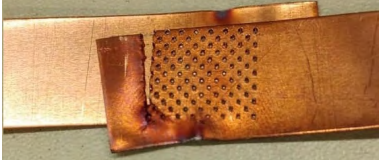
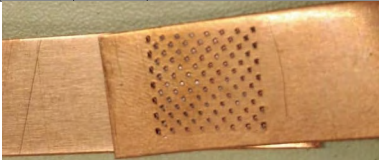

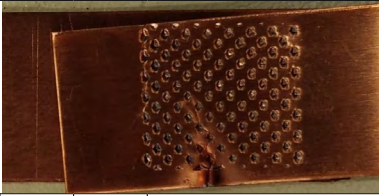


Mivel a réz fáradási szilárdságát a vibráció csökkenti, további kísérletekkel ezt a hatást bizonyítani szeretnénk.

A kötés mikroszerkezeti változását és ennek a szilárdsággal való összefüggését szintén további vizsgálatok eredményeiből kívánjuk meghatározni.

Köszönetnyilvánítás

A szerző köszönetet kíván mondani Alvincz Gergely és Rakymzhan Meruyert hallgatóknak a kísérletekben nyújtott segítségükért, valamint a magyar államnak és az Európai Uniónak az EFOP-3.6.1-16-2016-00010. számú projekt keretében nyújtott támogatásért.

1. táblázat. A hegesztési változók, ahol A az amplitúdó (μm), t a hegesztési idő (s)

Sorszám	A (μm)	t (s)	Megjegyzés
1	60	0,14	Nem hegedt össze
			
2	40	1	Repedés és túlhevülés
			
3	40	0,5	Megfelelő
			
4	40	0,7	Erős deformáció, túlhevülés
			
5	40	0,8	Deformáció, repedésképződés
			
6	50	0,9	Törés, túlhevülés
			
7	42	3	Erős elszíneződés, repedés
			

Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Bagyinszky Gy., Bitay E.: *Ultrahangos hegesztés alkalmazástechnikai jellemzői*. In: A XXIII. Fiatal műszakiak tudományos ülészak előadásai. Proceedings of the 23th international scientific conference of young engineers, Kolozsvár/Cluj, Románia, Műszaki Tudományos Közlemények 7. (2018) 31–34. <http://eda.eme.ro/handle/10598/30312>
- [2] Haikkinen S.: *Fatigue of Metals, Copper Alloys*, 2003. http://clic-meeting.web.cern.ch/clic-meeting/2003/06_26sh.pdf
- [3] University of Ljubljana: *ESDEP oktatási segédlet*. 2018. (letöltve: 2018. március 22.) <http://fgg-web.fgg.uni-lj.si/~pmoze/esdep/master/wg12/10200.htm>
- [4] Wu X et al.: *Microstructure, welding mechanism, and failure of Al/Cu ultrasonic welds*. Journal of Manufacturing Processes 20. (2015) <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2015.06.002>
- [5] Astashev V. K., Babitsky V. I.: *Ultrasonic Processes and Machines, Dynamics, Control and Applications*. Springer-Verlag, Berlin–Heidelberg, 2007. 33–45.
- [6] Abramov O. V.: *High-Intensity Ultrasonics: Theory and Industrial Applications*. 1st Edition, CRC Press Published 1999. Januar 18.
- [7] Bagyinszki Gy., Bitay E.: *Hegesztéstechnika II. - Berendezések és mérések*. Műszaki Tudományos Füzetek 10., EME, Kolozsvár/Cluj, 2010. 286. <http://eda.eme.ro/handle/10598/15438>
- [8] Langford G.: *Microstructures*. Massachusetts Institute of Technology, Cambridge, MA, Non Ferrous Alloys 1966. <https://www.georgesbasement.com/Microstructures/NonFerrousAlloys/Lesson-1/Specimen01.htm>
- [9] Bagyinszki Gy., Bitay E.: *Hegesztéstechnika I. - Eljárások és gépesítés*. Műszaki Tudományos Füzetek 9., EME Kolozsvár/Cluj, 2010. 288. <http://eda.eme.ro/handle/10598/15437>
- [10] Szilágyi M., Kovács T.: *Thin aluminium sheets ultrasonic welding*. Hegesztéstechnika, Budapest, 2016.
- [11] Szilágyi M., Kovács T.: *Ultrasonic Welding process in case of aluminium sheets*. In: Proceedings of 8th International Engineering Symposium at Bánki, Budapest, 55. (2016). <http://bgk.uni-obuda.hu/iesb/2016/publication/55.pdf>

Ni-bázisú szuperötvözetek megmunkálhatósága váltólapkás marószerszámok alkalmazásával

Machinability of Ni-based Superalloys by Indexable End Mills

Kun Krisztián,¹ Kodácsy János,² Vaczkó Dániel,³ Kovács Zsolt Ferenc⁴

Neumann János Egyetem, GAMF Kar, Jár műtechnológia Tanszék, Kecskemét, Magyarország

¹ kun.krisztian@gamf.uni-neumann.hu

² kodacsy.janos@gamf.uni-neumann.hu

³ vaczko.daniel@gamf.uni-neumann.hu

⁴ kovacs.zsolt@gamf.uni-neumann.hu

Abstract

The subject of the research is the machining of Ni-based super alloys using indexable end mills. The cutting ability of these materials is known to be difficult, even challenging with modern tools, so our goal is to create an efficient technology recommendation on an experimental basis. To this end, we have developed an experimental design, which results are used to determine the optimal technological parameters. This research took place at John Von Neumann University, Department of Vehicle Technology of GAMF Faculty.

Keywords: *Ni-based superalloy, built-up edge, tool wear.*

Összefoglalás

A kutatás témája a Ni-bázisú szuperötvözetek váltólapkás maróval történő megmunkálása. Mivel ezen anyagok forgácsolhatósága közismerten nehéz, még a modern szerszámok mellett is kihívást jelent, ezért célunk egy hatékonyan alkalmazható technológiai ajánlás létrehozása kísérleti úton. Ennek érdekében kísérlettervet alakítottunk ki, amelynek eredményeit kiértékelve az optimális technológiai változók megállapíthatók. Ennek a megvalósítására a Neumann János Egyetem GAMF Karának Jár műtechnológiai Tanszékén került sor.

Kulcsszavak: *Ni-szuperötvözet, élrátét, szerszámkopás.*

1. Bevezetés

A járműiparban, kiváltképp a repüléstechnikához és az űrkutatáshoz kapcsolódó iparágakban egyre szélesebb körű a Ni-bázisú szuperötvözetek felhasználása. A mai, korszerű repülőgépeket szinte kizárólag korunk egyik legfejlettebb energiaátalakító berendezései, a gázturbinák hajtják, de használják őket erőművekben is. A turbina bemeneti részére érkező gáz hőmérséklete nagy teljesítményű sugárhajtóműveknél elérheti az 1650 °C-ot. A nagy hőmérséklet mellett a turbinalapátoknak még percenként akár 10 000-et meghaladó fordulatszámot is el kell vi-

selniük. Manapság a turbinákban a legnagyobb hőmérsékleteknek kitett terelőlemezeket és turbinalapátokat különlegesen nagy olvadáspontú nikkelötvözetekből, úgynevezett nikkelalapú szuperötvözetekből készítik [1]. Ezen ötvözetek jellemzője a nagy szilárdság, a rossz hővezető képesség, a paramágnesesség. További előnyük, hogy megőrzik szilárdságukat és ellenállnak a korróziónak extrém nagy hőmérsékleteken is. A belőlük készült alkatrészeket gyakran forgácsolják annak ellenére, hogy tulajdonságaik alapján a különösen nehezen forgácsolható anyagok közé sorolhatók. Forgácsolhatóságuk még a modern, váltólapkás szerszámok mellett is nagy kihí-

vást jelent. Jellemzően az intenzív szerszámkopás és a lapkatörés jelenti a legnagyobb problémát. Az ismertetésre kerülő kísérleti munka során a GTD-111 márkanévű szuperötvözet marási lehetőségeit vizsgáltuk [2–7].

1.1. A kísérletek során alkalmazott anyag és szerszámok

A megfelelő szerszámok kiválasztása minden esetben nagy odafigyelést és szakértelmet kíván. Egy rosszul kiválasztott szerszám instabil gyártáshoz, szerszámtöréshez vezethet, illetve növelheti a munkadarab gyártásának költségeit. Egy jó döntéssel növelhető a gyártás biztonsága, termelékenysége, valamint csökkenthetők a ciklusidők és a szerszámigénybevétele is [8]. Számos szerszámanyag ismert, ami alkalmas lehet Ni-szuperötvözet megmunkálására. Általánosan elfogadott tény, hogy szikraforgácsolással könnyen meg tudjuk munkálni [9], viszont ennek időigénye nagy, ezért végeznek kutatásokat alternatív lehetőségek [10] és szerszámanyagok – például kerámia – feltárására [11]. A szerszámanyagok mellett a forgácsoláskor alkalmazott megmunkálási stratégia is fontos tényezőként jelenhet meg [12, 13].

1.1.1. A kísérlet során felhasznált anyag

A kutatásban vizsgált GTD-111 Ni-bázisú szuperötvözet, amelyet különleges, vákuumos öntéssel állítottak elő. Az anyag kémiai összetétele az 1. táblázatban található [14].

Forgácsolhatóságát tekintve a szuperötvözetek közt is az egyik legnehezebben forgácsolható anyag. Rossz hővezetés jellemzi, ami forgácsolásnál nagyon kritikus, mivel ideális esetben a leválasztott anyag (forgács) viszi el a legtöbb hőt,

1. táblázat. A GTD-111 szuperötvözet kémiai összetétele [14]

Ötvözők (GTD-111)	Összetétel (%)
Ni	62,37
C	0,08
Cr	13,7
Co	9
Al	2,8
Ti	4,7
W	3,5
Mo	1,4
Ta	2,4
B	0,05

továbbá nagyon stabil és nagy teljesítményű szerszámigépre van szüksége, mivel nagy a fellépő forgácsolási erő. A GTD-111 jelű Ni-bázisú anyag forgácsolásának szempontjából fontos mechanikai és fizikai tulajdonságok a 2. táblázatban találhatóak.



2. táblázat. A GTD-111 mechanikai és fizikai tulajdonságai [14]

Szakítószilárdság, R_m (MPa)	1310
Nyúlás, A_5 (%)	5
Kontrakció, Z (%)	5
Keménység	HRC 41,4
Hővezető képesség 20 °C-on, λ (W/(m·K))	12,56

1.1.2. A szerszámválasztás szempontjai

A váltólapkás marók három fő részből állnak: a szerszámtestből, a lapkából és a lapka bevonatából. Először a váltólapka bevonatát választottuk ki a megmunkálni kívánt anyaghoz, a TaeguTec® cég által gyártott bevonatok közül. Ehhez rendelkezésre állt egy bevonatválasztó segédlet, amelyben rangsorolva van az összes, marásra kifejlesztett TaeguTec® bevonat. Ezek az 1. ábrán látható táblázatban vannak elrendezve a szívóosságuk és a keménységük alapján, alulról felfele haladva. Esetünkben a GTD-111 Ni-bázisú szuperötvözet, amely az S csoportba tartozik, amit barna szín jelöl a táblázatban.

A segédlet alapján a következő bevonatok jöhetnek szóba: TT9080, TT9030, TT8080 és TT8020. Mind a négy választható bevonatminőség PVD (Physical Vapor Deposition) bevonat, amelyek között a különbség a lapkára felvitt bevonati rétegek minősége és azok felvitelének sorrendje. A pontos bevonat kiválasztása a lapkageometria meghatározásánál fog megtörténni, mivel a gyártó nem gyárt le egy adott geometriát mindenfajta bevonattal. A következő lépésként kiválasztottuk a lehetséges szerszámokat és lapkákat. A kísérletben Ø20 mm-es sarokmaróra van szükség, amelyet Weldon-megfogással fogunk be, és ehhez olyan lapkát kell párosítani, amely 3 mm-es fogásmélységre képes. Ennek kiválasztására is nagy segítséget kapunk a gyártótól. A szerszám kiválasztásánál figyelembe vettük a gyakorlatban használt lapkageometriákat, amelyek alapján a 0 fok hátszögű lapkákra esett a választás, mivel ezeknek a lapkáknak jóval stabilabb és merevebb a forgácsolóéke. Ezen információk alapján a katalógusban a 4NKT 060308R-ML és 6NKU 040308R-M lapkákra esett a választás (2. ábra).

 <p style="text-align: center;">Marás</p>	TT2510	P05-P25	H05-H25	<p style="text-align: center;">Keménység</p>  <p style="text-align: center;">Szívóosság</p>
	TT7515	P05-P25	K05-K25	
	TT6080	K05-K25	H05-H25	
	TT7080	P05-P25	K05-K25	
	TT9080	P20-P40	M20-M40	
		S20-S40		
	TT9030	P20-P40	M20-M40	
		S20-S40		
	TT7800	P30-P45	M30-M45	
	TT8080	P30-P50	M30-M50	
	S30-S50			
TT8020	P30-P50	M30-M50		
	S30-S50			

1. ábra. A TaeguTec bevonatválasztó segédlete [15]

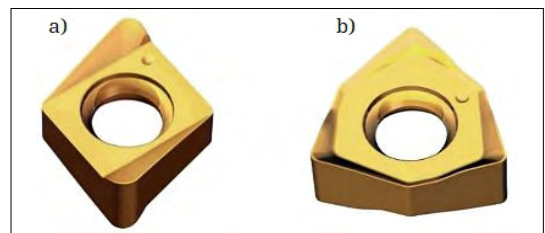
A lapkák választása után két olyan bevonattípust választottunk a lapkákhoz, melyek nagymértékben eltérnek egymástól tulajdonságaikban. Így a TT9080 és TT8080 minőségű bevonatokat választottuk.

Mivel a kísérletek során nagyoló megmunkálásra fogjuk tesztelni a szerszámokat, ezért a katalógus ajánlása alapján a TT8080 bevonatot választottuk. Ezt követően a lapkákhoz kiválasztottuk a Ø20 mm-es, Weldon-befogású marókat. Mivel mind a két lapkageometriához azonos fogszámú szerszámot terveztünk használni, ezért a 3 fogszámú marók mellett döntöttünk. Ezek jelölése 4N TE90-320-W20-06, amely a 4NKT 060308R-ML lapkához való marószár és 6N TE90-320-W20-04, ami a 6NKTU 040308R-M lapkához való maró (3. ábra).

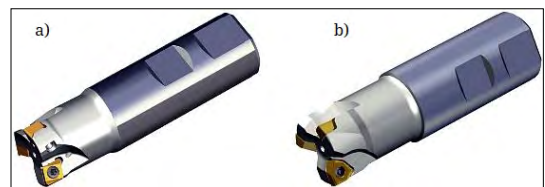
A kísérletek során a szerszámokat „A” és „B” szerszám néven különböztettük meg egymástól. Az „A” szerszám néven a 4NKT 060308R-ML típusú lapkát és a hozzá tartozó 4N TE90-320-W20-06 marószárat, míg a „B” szerszám néven 6NKTU 040308R-M típusú lapkát és a hozzá tartozó 6N TE90-320-W20-04 marószárat jelölte.

2. A kísérletterv elkészítése

A kísérletek elvégzéséhez Taguchi-módszert alkalmaztunk, melynek kísérletterve a Minitab17 szoftver segítségével készült. Ez a kísérlettervezési módszer segít megtalálni a kísérleti eredményre ható, legbefolyásolóbb faktorokat és azok lehetséges összes kombinációját, valamint mindezek hatását a kísérleti eredményre. Segíti megtalálni az optimális eredményt hozó faktorkom-



2. ábra. a) 4NKT 060308R-ML és b) 6NKTU 040308R-M lapkák [16]



3. ábra. a) 6N TE90-320-W20-04 és b) 6NKTU 040308R-M marószerszámok [16]

binációt. A marási faktorokhoz a szinteket, azon belül a forgácsolási sebesség (v_c) és a fogankénti előtolás (f_z) szintjeit a TaeguTec® katalógusa alapján adtuk meg.

3. táblázat. Marási faktorok és szintek a kísérletek tervezéséhez

Marási faktorok		Szintek			
		1	2	3	4
A	v_c (m/min)	10	20	30	40
B	f_z (mm/fog)	0,03	0,07	0,11	0,15
C	Szerszám	A geometria		B geometria	

2.1. A forgácsolási kísérletterv részletei

A munkadarabot gépsatu segítségével rögzítettük az EML850D típusú CNC megmunkálóközpont asztalához. A satuban a munkadarabot úgy rögzítettük, hogy a homlokfelülete a satuból 14 mm-t állt ki (4. ábra).

A kifogas méretét úgy határoztuk meg, hogy adott volt a 3 mm-es fogásmélység, amit nyolcszor fogunk megismételni az „A” és a „B” számmal egyaránt a munkadarab 130 mm-es hosszán. Mivel a 24 mm-es mélység már majdnem sok az egyik számnak a geometriájából adódóan, valamint a forgács távozása is nehezebb lett volna a 24 mm mély hornyokból, így elfeleztük ezt az értéket. Ezáltal egy számmal két-két hornyot munkáltunk ki, 12-12 mm-es mélységben, így optimális a munkadarab megfogása, és könnyebb a forgács távozása is. A részletes kísérletterv technológiai változóit a 4. táblázat foglalja össze.

4. táblázat. A GTD-111 anyag marásához használt Taguchi-kísérletterv

Ssz.	v_c (m/min)	f_z (mm/fog)	Szerszám	Jelölés*
1.	10	0,03	A	AB1
2.	10	0,07	B	BB1
3.	10	0,11	A	AB2
4.	10	0,15	B	BB2
5.	20	0,03	B	BB3
6.	20	0,07	A	AB3
7.	20	0,11	B	BB4
8.	20	0,15	A	AB4
9.	30	0,03	A	AJ1
10.	30	0,07	B	BJ1
11.	30	0,11	A	AJ2
12.	30	0,15	B	BJ2
13.	40	0,03	B	BJ3
14.	40	0,07	A	AJ3
15.	40	0,11	B	BJ4
16.	40	0,15	A	AJ4

*A hornyok jelölése:

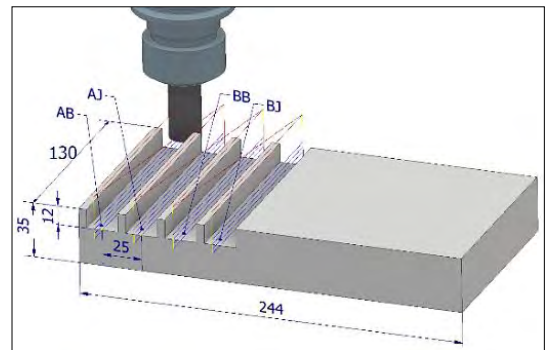
AB – „A” számszám és „B” bal oldali horny
 BB – „B” számszám és „B” bal oldali horny
 AJ – „A” számszám és „J” jobb oldali horny
 BJ – „B” számszám és „J” jobb oldali horny

3. Kiértékelés

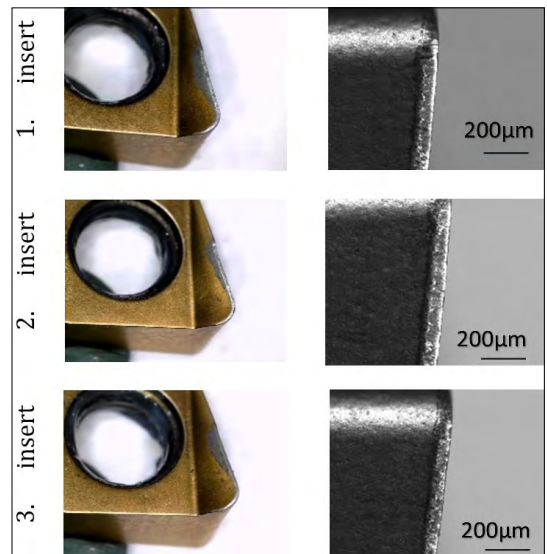
A lapkakapások kiértékeléséhez létrehoztunk egy szempontlistát, amelyet a tesztknél a tapasztaltak és az elvárt kritériumok alapján állítottunk össze. A szempontlista 1-től 9-ig értékelt, ezt a listát az 5. táblázat foglalja össze.

A legjobb kísérleti eredménynek az AB1 jelű bizonyult. A számszám lapkáról készült mikroszkópi képet az 5. ábra mutatja. A lapkák homlok- és hátkopása egyaránt egyenes. A lapka homlokfelületén jól látható, hogy a bevonat lekopott, de egyéb sérülés nincs a lapkán.

Az áttekinthetőség érdekében készült a 6. táblázat, amely összefoglalja a kísérlettervben szereplő technológiai változóknak az 5. táblázat szempontrendszere szerinti értékelését.



4. ábra. A kísérlet ábrázolása CAD szoftver segítségével



5. ábra. Az AB1 jelű kísérletnél használt „A” jelű számszám lapkái forgácsolás után és az élek mikroszkópi felvételei

5. táblázat. Használt váltólapkák osztályozási szempontjai

Érték	Szempont
1	Nem tudott végigmenni a megmunkálási hosszszon.
2	Végigment a megmunkálási hosszszon, de kritikusán kitöredezett és eltörött a lapka.
3	Végigment a megmunkálási hosszszon, de kritikusán kitöredezett a lapka forgácsolóéle, és lepattant a hátoldala.
4	Végigment a megmunkálási hosszszon, de kitöredezett és eltörött a lapka.
5	Végigment a megmunkálási hosszszon, de kitöredezett a lapka forgácsolóéle, és lepattant a hátoldala.
6	Végigment a megmunkálási hosszszon, de kitöredezett a lapka forgácsolóéle.
7	Végigment a megmunkálási szakaszon, de lepattant a lapka hátoldala.
8	Végigment a megmunkálási hosszszon, és jelentős a kopás.
9	Végigment a megmunkálási hosszszon, és egyenletesen kopott.

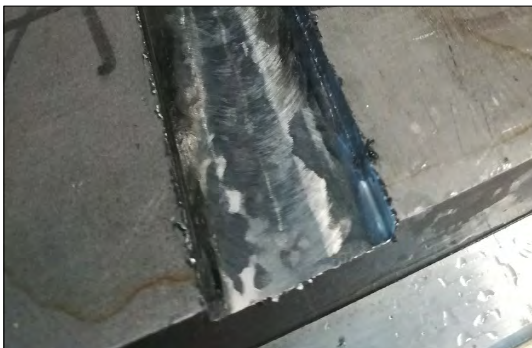
4. Összegzés

A forgácsolás során a legnagyobb hatással a szerszám élettartamára a forgácsolási sebesség (v_c) volt, majd ezt követte a fogankénti előtolás (f_z). Megfigyelhető, hogy a szerszámgeometria hatása elhanyagolható mértékben befolyásolta az élettartamot.

A leghatékonyabban alkalmazható technológiai változók a kísérletekből kapott értékekkel:

- forgácsolási sebesség $v_c = 10$ m/min,
- fogankénti előtolás $f_z = 0,03$ mm/fog,
- a szerszámgeometria pedig az „A” jelű szerszám.

Ezen értékekkel készült horony látható a **6. ábrán**.



6. ábra. Az AB1-es horony felülete és a képződött sorja

6. táblázat. A kísérlettervben szereplő technológiai változók kiértékelése a szempontrendszer szerint

#	v_c (m/min)	f_z (mm/fog)	Szerszám	Érték
AB1	10	0,03	A	9
AB2	10	0,11	A	5
AB3	20	0,07	A	6
AB4	20	0,15	A	2
BB1	10	0,07	B	7
BB2	10	0,15	B	4
BB3	20	0,03	B	8
BB4	20	0,11	B	5
AJ1	30	0,03	A	8
AJ2	30	0,11	A	1
AJ3	40	0,07	A	1
AJ4	40	0,15	A	1
BJ1	30	0,07	B	3
BJ2	30	0,15	B	1
BJ3	40	0,03	B	1
BJ4	40	0,11	B	1

Köszönetnyilvánítás

Köszönettel tartozunk a kutatás támogatásáért, amely az EFOP-3.6.1-16-2016-00006 *A kutatási potenciál fejlesztése és bővítése a Neumann János Egyetemen* pályázat keretében valósult meg. A projekt a Magyar Állam és az Európai Unió támogatásával, az Európai Szociális Alap társfinanszírozásával, az Széchenyi 2020 program keretében valósul meg.

Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Sajjadi S. A., Nategh S., Isac M., Zebarjad S. M.: *Tensile deformation mechanisms at different temperatures in the Ni-base superalloy GTD-111*. Journal of Materials Processing Technology 155–156. (2004) 1900–1904. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2004.04.273>
- [2] Bhadeshia H. K. D. H.: *Recrystallisation of practical mechanically alloyed iron-base and nickel-base superalloys*. Materials Science and Engineering A 223. (1997) 64–77. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(96\)10507-4](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(96)10507-4)
- [3] Kodácsy J., Viharos Zs. J., Kovács Zs.: *A forgácsolhatóság meghatározásának módszerei Ni-bázisú szuperötvözetek horonymaráskor*. Gépjármű 55(2). (2015) 125–129.
- [4] Zhu D., Zhang X., Ding H.: *Tool wear characteristics in machining of nickel-based superalloys*. International Journal of Machine Tools & Manufacture 64. (2013) 60–77. <https://doi.org/10.1016/j.ijmachtools.2012.08.001>

- [5] Lendvai János: *Szuperötvözet egykristályok–drágakövek a gázturbinákban*. Fizikai Szemle 2006/10.
- [6] Qi Y., Zhang Y., Zhang W., Gao J., Yuan Z., Bu W., Li Y., Guo S.: *Hydrogen storage thermodynamics and kinetics of RE-Mg-Ni-based alloys prepared by mechanical milling*. International Journal of Hydrogen Energy 42/29. (2017) 18473–18483. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2018.07.134>
- [7] Ulutan D., Arisoy Y. M., Özel T., Mears L.: *Empirical modeling of residual stress profile in machining nickel based superalloys using the sinusoidal decay function*. Procedia CIRP 13. (2014) 365–370. <https://doi.org/10.1016/j.promfg.2014.04.062>
- [8] Mali H. S., Unune D. R.: *Machinability of Nickel-Based Superalloys: An Overview*. Reference Module in Materials Science and Materials Engineering, (2017). <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-803581-8.09817-9>
- [9] Kang X., Tang W.: *Micro-drilling in ceramic-coated Ni-superalloy by electrochemical discharge machining*. Journal of Materials Processing Technology, 255. (2018) 656–664. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2018.01.014>
- [10] Obikawa T., Yamaguchi M., Funai K., Kamata Y., Yamada S.: *Air jet assisted machining of nickel-base superalloy*. International Journal of Machine Tools & Manufacture 61. (2012) 20–26. <https://doi.org/10.1016/j.ijmachtools.2012.05.005>
- [11] Sajgalik M., Czan A., Drbul M., Danis I., Miklos M., Babik O., Joch R.: *Identification of Technological Parameters when Machining Ni-Alloys by Monolithic Ceramic Milling Tool*. Procedia Manufacturing 14. (2017) 51–57. <https://doi.org/10.1016/j.promfg.2017.11.006>
- [12] Pleta A., Mears L.: *Cutting Force Investigation of Trochoidal Milling in Nickel-Based Superalloy*. Procedia Manufacturing 5. (2016) 1348–1356. <https://doi.org/10.1016/j.promfg.2016.08.105>
- [13] Luo M., Lou H., Zhang D., Tang K.: *Improving tool life in multi-axis milling of Ni-based superalloy with ball-end cutter based on the active cutting edge shift strategy*. Journal of Materials Processing Technology 252. (2018) 105–115. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2017.09.010>
- [14] Raznjevic K.: *Hőtechnikai táblázatok*. Műszaki könyvkiadó, Budapest, 1964.
- [15] TaeguTech: *Grade Chart*. (letöltve: 2019. május 12.) http://www.taegutec.co.kr/Media/DownloadFiles/grade_en.pdf
- [16] TaeguTec: *Elektronikus katalógus*. (letöltve: 2019. május 12.) <http://www.imc-companies.com/TaeguTec/ttk-Catalog/Index.aspx>

Az additív gyártás hatásai az ausztenites acél mechanikai és korróziós tulajdonságaira

Effects of Additive Manufacturing on the Mechanical and Corrosion Properties of Austenitic Stainless Steel

Maróti János Endre,¹ Kemény Dávid Miklós,² Károly Dóra³

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

¹ maroti@eik.bme.hu

² kemeny david@edu.bme.hu

³ kdora@eik.bme.hu

Abstract

Additive manufacturing (AM) offers the possibility to produce complex parts without the design constraints of traditional manufacturing routes. Our aim was to determine different mechanical and corrosion properties of direct metal laser sintered austenitic stainless steel (X2CrNiMo17-12-2) material with tensile test, Charpy impact test, scanning electron microscopy and corrosion test. The measured values were evaluated, and our results compared with literary values, furthermore, we also examined how the printing direction affects the properties.

Keywords: *additive manufacturing, austenitic stainless steel, corrosion, mechanical testing.*

Összefoglalás

Az additív gyártástechnológia lehetőséget nyújt komplex alkatrészek gyártására a hagyományos gyártási útvonalak tervezési korlátai nélkül. Kutatásunk célja közvetlen lézeres fémszinterezéssel előállított ausztenites korrózióálló acél (X2CrNiMo17-12-2) anyag különböző mechanikai és korróziós tulajdonságainak meghatározása volt szakító, Charpy-féle ütő, pásztázó elektronmikroszkópos és korróziós vizsgálatokkal. A mért értékek kiértékelését követően a kapott eredményeket összehasonlítottuk a szakirodalomban megtalálhatókkal, valamint azt is vizsgáltuk, hogy a rétegépítési irány milyen mértékben befolyásolja az anyag mechanikai tulajdonságait.

Kulcsszavak: *additív gyártás, ausztenites korrózióálló acél, korrózió, mechanikai vizsgálat.*

1. Bevezetés

Az additív gyártással készült termékek egyre szélesebb körben terjednek el, a termékek minősége fokozatosan javul, és egyre jobban megfelelnek az iparban használatos minőségi elvárásoknak. Emellett olyan geometriák előállítását is lehetővé teszi az additív gyártás, amely más alakítási eljárással nem lehetséges vagy nagyon költséges [1].

A termékgyártás során több fázist különítünk el. Szükség van egy 3D-s modellre, amelyet egy adott

CAD- (Computer Aided Design) szoftverrel lehet megtervezni. Az így kapott modellt STL- (Standard Tessellation Language) formátumra konvertáljuk, amely megteremti a kapcsolatot a 3D-s szoftver és az additív gyártást végző berendezés között. Az STL-fájlformátum a modell felületét háromszögekkel követi le, így a háromszögek méretcsökkentésével a modell pontossága növelhető [1, 2].

Az additív gyártási eljárásoknak hét nagyobb ágát [3] különböztethetjük meg az alapján, hogy

milyen felépítési elv szerint építik meg a háromdimenziós testet. Az általunk használt próbatetek az úgynevezett közvetlen lézeres fém-szinterelés (DMLS, Direct Metal Laser Sintering) elnevezésű porágyolvasztási eljárással készültek, amelynek az energiaforrása a lézersugár. Ennél alapanyagként fémötvözet-porokat használnak. Elsőként az építési platformra a kívánt anyagból készült port adagolnak 50-100 μm vastagságban. Ezt követően a kialakítandó keresztmetszetet lézersugárral megvilágítják, és ezzel kis térfogaton megolvasszják az anyagot. A réteg létrehozása után az építési platform lejjebb mozdul, és a gép egy újabb por réteget adagol [1, 2]. A DMLS legfontosabb előnye, hogy nagy geometriai pontosság és jó felületi minőség érhető el támaszanyag és utókezelés nélkül. Az előmelegítés miatt a termékekben kisebb lesz a maradó feszültség is. Ezt az eljárást jól lehet alkalmazni nagy szilárdságú anyagoknál is [4, 5].

Az eddigi kutatások azt mutatták, hogy a gyártástechnológiai változók, azaz a lézernyaláb pásztázási sebessége, a lézernyaláb pásztázási vonalai közötti távolság, a lineáris, felületi és térfogati energiasűrűség változtatása és egymáshoz vett viszonya [6], továbbá a munkadarab porozitása [7] befolyásolja legjobban a munkadarabok mikroszerkezeti és mechanikai tulajdonságait.

Érdekes kérdés a különbözően bonyolult geometriájú orvostechikai implantátumok (pl. koszorúérsztentek) additív gyártással való gyárthatóságának vizsgálata. Így kutatásunk célja ennek megfelelően egy gyakran alkalmazott biokompatibilis anyag, az ausztenites korrózióálló acél vizsgálatáról szól.

2. Anyagok, eszközök, módszerek

Minden méréshez X2CrNiMo17-12-2 acél alapanyagú, additívan EOS M100 DMLS 3D nyomtatóval (jele: A) és hagyományosan (jele: H) gyártott próbatesteket használtunk.

2.1. Charpy-féle ütővizsgálat

A Charpy-féle ütővizsgálatnál 6 darab $l_1 = 55$ mm és $l_2 = 10$ mm élhosszúságú, $h = 2,5$ mm vastagságú, valamint a próbatest hosszabbik oldalának közepén 2 mm mélységű, 45°-os V bemetszésű próbatesteket használtunk. Ezeknek fele additívan gyártott, a többi hagyományos tömbi anyagból lett kimunkálva. Továbbá mértünk három szabványosan kialakított próbatesttel, amelyek mérete 55×10×10 mm, 2 mm mélységű 45°-os V bemetszéssel. A Charpy-féle ütővizsgálatot WPN

márkájú Charpy-féle ütőberendezésen végeztük, szobahőmérsékleten [8] szerint.

2.2. Szakitóvizsgálat

A szakitóvizsgálathoz összesen 16 darab additívan gyártott, A jelű, lapos próbatestet használtunk. Ezek közül 10 darab teljes hosszúsága $L_t = 70$ mm, eredeti jeltávolsága $L_0 = 27,5$ mm, vastagsága $a_0 = 2$ mm, szélessége $b_0 = 2,5$ mm, vizsgálati hossza pedig $L_c = 40$ mm volt (a továbbiakban hosszú próbatest), a többi jeltáv nélküli, amelyeknek teljes hosszúsága $L_t = 37$ mm, vastagsága $a_0 = 2$ mm, szélessége $b_0 = 6$ mm volt (a továbbiakban rövid próbatest).

Továbbá a próbatetek rétegépítési irányát is változtattuk, vertikális (a támaszanyag a munkadarab kisebb oldallapján volt elhelyezve) és horizontális (a támaszanyag a munkadarab nagyobb oldallapján volt elhelyezve) irányban. A hosszú próbatetek fele horizontálisan, fele vertikálisan lett gyártva, a rövidék közül egy horizontálisan, a többi vertikálisan. Eredményeinket a gyártói adatokkal hasonlítottuk össze, amely szerint a horizontális próbatesteknél: $R_m = 650$ MPa, $R_{p0,2} = 535$ MPa, $A = 35\%$, vertikális próbatesteknél pedig $R_m = 590$ MPa, $R_{p0,2} = 490$ MPa, $A = 45\%$ [9].

A vizsgálatot MTS 810 hidraulikus univerzális anyagvizsgálógépen, 3 mm/min keresztfejsebességgel végeztük és értékeltük ki az MSZ EN ISO 6892-1 szabványnak [10] megfelelően.

2.3. Korróziós vizsgálat

A korróziós vizsgálatokhoz $d = 15$ mm átmérőjű és $h = 6$ mm magasságú, henger alakú próbatesteket használtunk. Korróziós cellánk részei (1. ábra): tútelített KCl-oldatos kalomel (referencia) elektróda, amelyhez képest mérjük a feszült-



1. ábra. Korróziós mérési elrendezés

ség változását, Pt-elektroda, amely ellen-elektrodaként funkcionál, potenciostátát és számítógép, 250 ml-es üvegedény, digitális fűtőlap és állvány.

A vizsgálatokhoz 0,9%-os és 3,5%-os NaCl-oldatot használtunk korróziós közegnek, amellyel a szervezetben uralkodó és tengervizes környezetet szimulálunk. A fiziológias sóoldatos mérés során az oldatot 37 ± 2 °C-ra fűtöttük, ezzel is a szervezetben uralkodó viszonyokat közelítve.

A 0. időpillanatban felvettük az áramsűrűség-feszültség diagramot, más néven Tafel-görbét, majd ezt megismételtük 1, 2, 3, 4 és 5 óra elteltével. A vizsgálatokat az ASTM G 102 szabvány [11] szerint végeztük és értékeltük ki.

Hasonló méréseket végzett L. Absora és munkatársai, akik 3%-os NaCl-oldatban mérték az általunk vizsgált X2CrNiMo17-12-2 acél korrózióját, a korróziósebességre nekik 0,0071 mm/év adódott [12].

A vizsgált anyagok anyagösszetételét Zeiss EVO M10 pásztázó elektronmikroszkóppal (SEM) és a hozzá tartozó Octane elect típusú EDAX (energia diszperzív spektrométer) kiegészítővel határoztuk meg. A korróziós mérés előtt és után felvételeket készítettünk a próbatetek felületéről 20 kV gyorsítófeszültséggel szekunder elektron detektorral.

3. Eredmények

3.1. Charpy-féle ütővizsgálat

A Charpy-féle ütővizsgálatnál meghatároztuk a kiszélesedést ($e = x - x_0$, mm), az ütőmunkát (KV, J) és a fajlagos ütőmunkát (KCV, J/mm²). A próbatetekből kapott eredményeinket az 1. táblázat foglalja össze.

A kiszélesedést, ütőmunkát és a fajlagos ütőmunkát a H10-jelű szabványos próbatetekre is megmértük (2. táblázat).

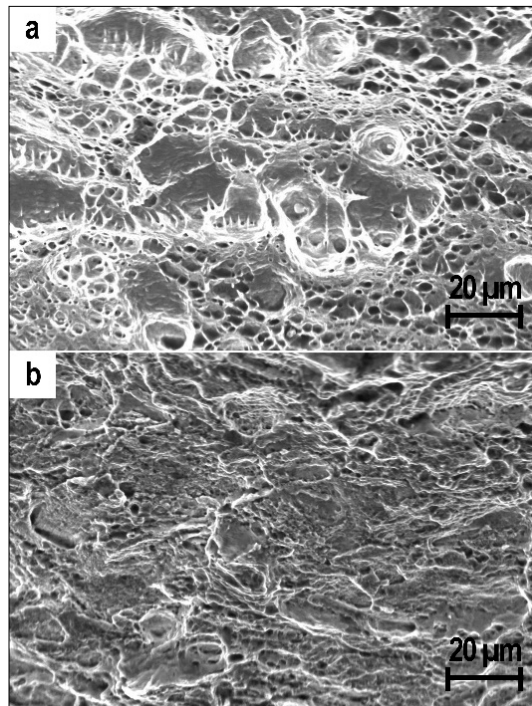
A töretfelületekről pásztázó elektronmikrosz-

1. táblázat. Az A-jelű és a H-jelű, vékony próbatetek ütővizsgálati eredményei

Próbatetest		e (mm)	KV (J)	KCV (J/mm ²)
típus	szám			
A2,5	1	0,641	18	0,96
A2,5	2	0,917	18	0,96
A2,5	3	0,625	18	0,96
H2,5	1	1,07	27	1,44
H2,5	2	1,07	28	1,49
H2,5	3	1,09	29	1,55

2. táblázat. H-jelű szabványos próbatetek fajlagos ütőmunkája és kiszélesedése

Próbatetest		e (mm)	KV (J)	KCV (J/mm ²)
típus	szám			
H10	1	1,4	99	1,32
H10	2	1,2	118	1,57
H10	3	1,1	134	1,65



2. ábra. Pásztázó elektronmikroszkópos kép a töretfelületről ütővizsgálat után, additívan gyártott próbatestet (a), hagyományosan gyártott próbatestet (b)

kóppal felvételeket készítettünk (2. ábra). A felületek szakadozott, tompa fényű jellege nem tér el nagyban az additívan gyártott és a hagyományosan gyártott próbatetek esetén, de az additívan gyártott mintáknál megfigyelhető a porozitásból fakadó gödrök jelenléte.

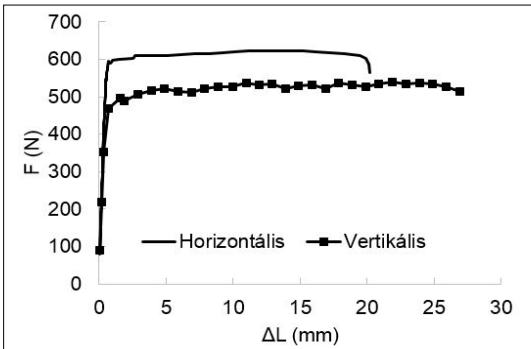
3.2. Szakítóvizsgálat

A hosszú próbatetek közül egy vertikálisan épített és egy horizontálisan épített próbatestet szakítódigramját ($F - \Delta L$, erő-elmozdulás diagram) ábrázoltuk a 3. ábrán. Azért nem ábrázoltuk az összes próbatestet szakítódigramját, mivel így sokkal szemléletesebben látszik a két rétegépítési irány közötti különbség.

A hosszú próbatetek átlagos egyezményes folyáshatárát ($R_{p0,2}$), rugalmassági modulusát (E), szakítószilárdságát (R_m), százalékos szakadási nyúlását (A) és kontrakcióját (Z) a **3. táblázatban** tüntettük fel a szórással együtt.

A mérést a rövid próbatetekre is megismételtük. Ezen próbatetek közül, a jobb szemléltethetőség miatt, ismét egy vertikálisan és horizontálisan gyártott munkadarab szakítógörbéit ábrázoltuk a következő ábrán (**4. ábra**).

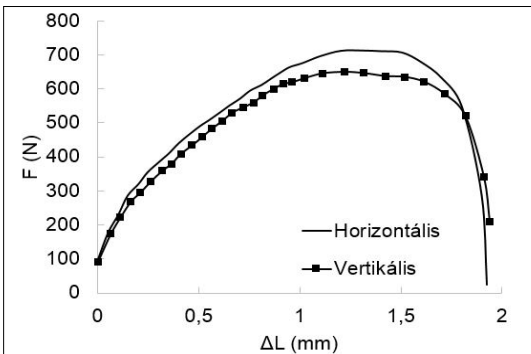
A rövid próbatetek egyezményes folyáshatárának, szakítószilárdságának és kontrakciójának átlagát és szórását a **4. táblázatban** foglaltuk össze.



3. ábra. Hosszú próbatetek szakítódiagramja

3. táblázat. A hosszú próbatetek jellemzői

Réteg ép. ir.	$R_{p0,2}$ (Mpa)	E (GPa)	R_m (Mpa)	A (%)	Z (%)
Hor.	520±43	138±16	604±20	23,83±2,25	41,8±7,54
Vert.	460±17	111±12	558±18	26,5±1,9	54±5,2



4. ábra. Rövid próbatetek szakítódiagramja

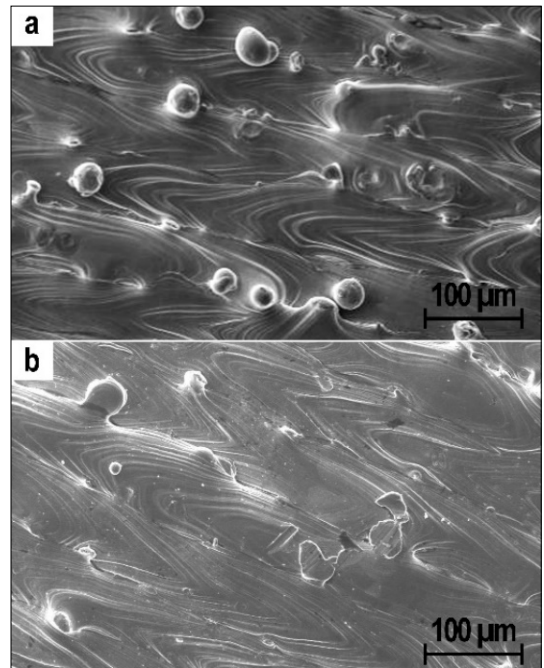
4. táblázat. Rövid próbatetek jellemzői

Réteg ép. ir.	$R_{p0,2}$ (Mpa)	R_m (Mpa)	Z (%)
Hor.	565	735	26,2
Vert.	600 ± 20	656 ± 19	39,9 ± 2,3

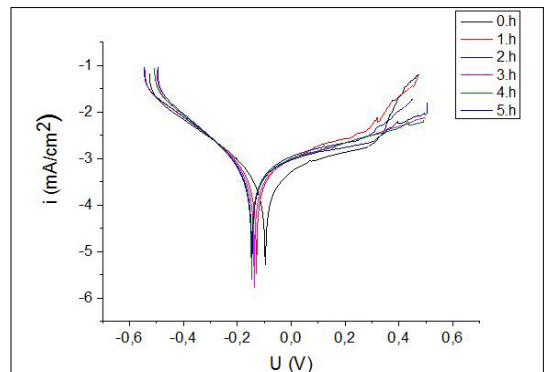
3.3. Korróziós vizsgálat

Az **5. ábrán** látszik, hogy a szervezetben uralkodó körülményeket szimuláló, közel testhőmérsékleten elvégzett fiziológiás sóoldatos korróziós vizsgálat közben az additívan gyártott minta felületén található gömbök (amelyeket a lézeres olvasztásból fakadó fémfröccsenések okoznak) több helyen leválnak.

A mérések során kapott Tafel-görbék (korróziós áramsűrűség – korróziós potenciál diagram) közül a fiziológiás sóoldatban mérteteket közöljük a **6. ábrán**. A görbékből megkapjuk a munkadarabra jellemző korróziósebességet. A kiértékelés



5. ábra. Additívan gyártott próbatest felülete korróziós vizsgálat előtt (a) és után (b)



6. ábra. Additívan gyártott próbatest Tafel-görbéi a 0-5. órában 0,9%-os sóoldatban

során a Tafel-görbe lineáris szakaszára illesztjük az érintőket, figyelembe véve az egyensúlyi korróziós potenciált (E_{kor}). Az érintők metszéspontja megadja az áramerősséget, amelyet a szükséges képletekbe beírva [11], megkapjuk a korróziósebességet.

A sztereomikroszkóppal készült felvételekről meghatároztuk a próbatetek azon felületét, amelyek érintkeztek a korróziós közeggel. A fiziológiai sóoldatban használt próbatest esetében ez $A = 0,88 \text{ cm}^2$, míg a tengervizes sóoldat esetében a próbatest $A = 0,875 \text{ cm}^2$ felületen érintkezett a korróziós közeggel. A tömegszázalékot és atomszázalékot pásztázó elektronmikroszkóp segítségével mértük meg. A próbatetek anyagösszetételét a következő táblázatban (6. táblázat) foglaltuk össze.

Ezek alapján a sűrűség $\rho = 7,814 \text{ g/cm}^3$, az egyensúlyi tömeg $E_w = 17,164$. A két oldatban mért korróziósebességeket (v_{kor}) táblázatba foglaltuk (7. táblázat).

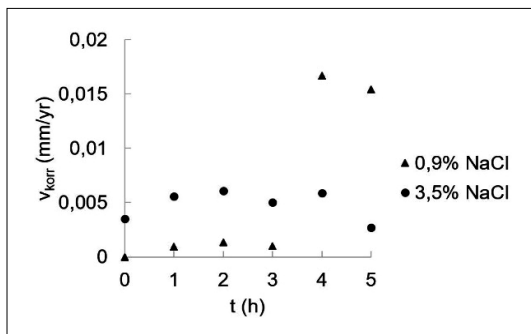
A korróziósebességek időbeni változását a 7. ábra mutatja. Látható, hogy a vért szimuláló sóoldatban mért korróziósebesség-értékek az 1., 2. és 3. órában kisebbek, mint tengervizes közegben, majd a 0,9%-os sóoldatban mért korróziósebességek kiugranak, ami a nagy porozitásnak és a korrózió által okozott felületi hibáknak tudható be. Az általánosságban biokompatibilis anyagok-

6. táblázat. Az additívan gyártott próbatest anyag összetétele

Elem	Tömegszázalék
Fe	62,33-63,91
Cr	20,38-22,15
Ni	10,49-12,81
Mo	1,66-2,74
Mn	1,09-2,37
Si	0,13-0,55

7. táblázat. A-jelű próbatetek korróziósebessége

t (h)	v_{kor} (mm/év)	
	0,9% NaCl	3,5% NaCl
0	0,00023	0,0035
1	0,00096	0,0056
2	0,00133	0,0061
3	0,00100	0,0050
4	0,01668	0,0059
5	0,01541	0,0057



7. ábra. AM-próbatetek korróziósebessége az idő függvényében

ra megengedett maximum 0,13 mm/év értékhez képest viszont minden értékünk kisebb, így az additívan gyártott anyag orvostechikai felhasználásra korróziós szempontból megfelelő.

4. Következtetések

4.1. Charpy-féle ütővizsgálat

A két különböző gyártási eljárással gyártott, különböző méretű próbatetek egymással való összehasonlításához a fajlagos ütőmunka ideális az ütővizsgálatnál kapott eredmények közül.

A H2,5-jelű próbatetekre az átlagos KCV = 1,493 J/mm² adódott, a H10-jelűekre az átlagos KCV = 1,513 J/mm², míg az A2,5-jelű munkadarabokra KCV = 0,96 J/mm². Láthatjuk, hogy az azonos gyártási eljárással gyártott próbatetek között nincs számottevő különbség, vagyis a méretcsökkentés nincs hatással az anyag ezen tulajdonságaira.

Azonban az A és H jelű próbatetek fajlagos ütőmunkái között átlagosan 0,543 J/mm² a differencia, ami az additív gyártástechnológiából adódó porozitásnak tudható be.

Minden esetben szívós viselkedést mutattak a próbatetek szobahőmérsékleten.

4.2. Szakítóvizsgálat

A szakítóvizsgálat alapján megállapítható, hogy a rövid próbatetek nem alkalmasak a mechanikai tulajdonságok megfelelő meghatározására, mivel geometriájukból adódóan nem lehetett a vizsgálatot megfelelően elvégezni (az extenzométer felhelyezése nem volt lehetséges), valamint a próbatest közepén levő bemetszés feszültséggyűjtő helynek tekinthető.

A hosszú próbatetek eredményei kiadják azt a tendenciát, hogy a horizontálisan nyomtatott próbatetek mechanikai tulajdonságai jobbak, mint a vertikálisan nyomtatott próbateteké.

A hosszú próbatesteknél egyezményes folyáshatár esetén 60 MPa, rugalmassági modulusz esetén 27 GPa, szakítószilárdság esetén 46 MPa a különbség mindkét esetben a horizontálisan nyomtatott próbatestek javára.

A mért eredményeket a gyártói adatokkal [9] összehasonlítva láthatjuk, hogy az egyezményes folyáshatár, a szakítószilárdság és a szakadási nyúlás is nagyobb a gyártói adatlapon, mint az általunk mért érték. Ennek oka lehet a nem megfelelő nyomtatási beállítások, amelyek nagyobb porozitást okoznak az anyagban.

4.3. Korróziós vizsgálat

A kapott korróziósebességeket az irodalommal hasonlítottuk össze. A fiziológiás 0,9% sóoldatban mért értékek a biokompatibilitáshoz szükséges határértéket nem haladták meg. Az irodalomban 0,0071 mm/év korróziósebességet mértek [12], amíg nekünk 0,0053 mm/év lett. Ez a 0,0018 mm/év különbség az additív gyártástechnológia sajátosságaiból, a felület érdességéből és a porozitás mértékéből adódik.

Köszönetnyilvánítás

A projekt a Nemzeti Kutatási, Fejlesztési és Innovációs Hivatal támogatásával az NKFIH Alapból valósul meg, a projekt címe: „Egyénre szabott orvos-biológiai implantátumok és segédeszközök új generációs gyártási folyamatának kidolgozása additív technológiákra”, a pályázat azonosító száma: NVKP_16-1-2016-0022. A kidolgozók köszönik a támogatást.

Az eredmények közzétételéhez anyagi hozzájárulást nyújtott a BME Tudományos Diákköri Bizottságának TDK-pályázata. A szerzők köszönik a hozzájárulást.

Szakirodalmi hivatkozások

[1] B. Redwood, F. Schöffner, B. Garret: *The 3D Printing Handbook: Technologies, design and applications*. 1. kiadás. Coers & Roest, Amsterdam, 2017. 123–137.
<https://doi.org/10.1007/978-981-13-8281-9>

- [2] Z. Keresztes, D. Pammer, D. Károly, J. P. Szabó: *EBSD examination of Ti-6Al-4V samples produced with additive technology*. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering 426 012025 (2018)
<https://doi.org/10.1088/1757-899X/426/1/012025>
- [3] MSZ EN ISO/ASTM 52900:2017 *Additív gyártás. Általános alapelvek. Terminológia* (ISO/ASTM DIS 52900:2017)
- [4] X.-Y. Zhang, G. Fang, J. Zhou: *Additively Manufactured Scaffolds for Bone Tissue Engineering and the Prediction of their Mechanical Behavior: A Review*. Material, 10/1. (2017) 50.
<https://doi.org/10.3390/ma10010050>
- [5] D Gu, Y. Shen: *Processing conditions and microstructural features of porous 316L stainless steel components by DMLS*. Applied Surface Science, 255 (5)/1. (2008) 1880–1887.
<https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2008.06.118>
- [6] S.Y. Chen, et al.: *Microstructure and mechanical properties of open-cell porous Ti-6Al-4V fabricated by selective laser melting*. Journal of Alloys and Compounds, 713. (2017) 248–254.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.04.190>
- [7] M. Mahmoudi, et al.: *On the printability and transformation behavior of nickel-titanium shape memory alloy fabricated using laser powder-bed fusion additive manufacturing*. Journal of Manufacturing Processes, 35. (2018) 672–680.
<https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2018.08.037>
- [8] MSZ EN ISO 148-1:2017 *Fémek. Charpy-féle ütővizsgálat*. 1. rész: Vizsgálati módszer (ISO 148-1:2016)
- [9] *EOS Anyag adatlap, 316L*. (2019. 02. 20.)
www.eos.info/material-m
- [10] MSZ EN ISO 6892-1:2016 *Fémek. Szakítóvizsgálat*. 1. rész: Vizsgálat szobahőmérsékleten (ISO 6892-1:2016)
- [11] ASTM G102 - 89(2015): *Standard Practice for Calculation of Corrosion Rates and Related Information from Electrochemical Measurements*.
- [12] L. Absora, et al.: *Corrosion of mild steel and 316L austenitic stainless steel with different surface roughness in sodium chloride saline solutions*. WIT Transactions on Engineering Sciences, 65. (2009) 168.
<https://doi.org/10.2495/ECOR090161>

A fókuszhelyzet szerepe erősen reflektáló anyag egyimpulzusos, lézersugaras fúrásakor

The Role of Focus Position in Single Pulse Laser Drilling of Highly Reflecting Materials

Meszlényi György,¹ Bitay Enikő²

¹ Óbudai Egyetem, Budapest, Magyarország, meszlényi.gyorgy@kvk.uni-obuda.hu

² Sapientia Erdélyi Magyar Tudományegyetem, Marosvásárhelyi Kar, Gépészmérnöki Tanszék, Marosvásárhely, Románia, ebitay@ms.sapientia.ro

Abstract

The laser processing of materials which are highly reflective at laser wavelengths is problematic. We have to take into account that only a small part of the energy is absorbed, the main part being reflected. In this article we examine the laser processing of highly reflective copper and silver at 1070 nm wavelength. In laser drilling of printed circuit boards it is necessary to drill copper layer as well. In highly reflecting materials we can drill smaller holes because of the low energy efficiency. Naturally in single pulse laser drilling the focus position plays a key role: at the focal spot of the laser beam smaller diameter holes are produced, further from the focal spot, higher diameter holes are produced.

Keywords: *laser drilling, focal position, highly reflecting materials.*

Összefoglalás

A megmunkáló lézer hullámhosszán erősen reflektáló anyagok megmunkálásakor tekintetbe kell venni, hogy az energia csak kis része hasznosul, a többi visszaverődik. Jelen esetben az 1070 nm-es hullámhosszon a réz és az ezüst számít ilyen anyagnak. A nyomtatott áramkörülemezek fúrásakor a rézréteget is át kell fúrni. Sokszor előnyös, hogy az erősen reflektáló anyagba kisebb furatokat lehet készíteni éppen a rossz energiahasznosítás miatt. Természetesen az egyimpulzusos, lézersugaras fúrásakor a fókuszpozíciónak is nagy szerepe van: a fókuszált lézernyaláb fókuszában lehet a legkisebb, tőle távolodva nagyobb átmérőjű furatokat készíteni.

Kulcsszavak: *lézersugaras fúrás, fókuszpozíció, erősen reflektáló anyagok.*

1. Bevezetés

A lézersugaras fúrás szakirodalmá megkülönböztet egyimpulzusos fúrást, illetve ütve fúrást, ahol a lézer egy furat kialakításához több impulzust használ, továbbá a nagyobb furatok létrehozásához használt trepanációs (lépcsős) fúrást és a bolygófurást [1]. Ebben a cikkben az egyimpulzusos fúrást fogjuk vizsgálni. Nyomtatott áramkörülemezek lézersugaras fúrásánál a réz vezetőréteget is át kell fúrni [2]. Cikkünkben is réz- és ezüstfólia fúrását vizsgáljuk.

2. A megmunkáló lézer tulajdonságai

A kísérletekhez használt lézer IPG-gyártmányú, 150/1500-QCW-AC típusú szállézer volt, amelynek műszaki adatait az 1. táblázat tartalmazza.

Megtévesztő a 150 W átlagteljesítmény, mert ha egy impulzus teljesítményét kiszámítjuk, az impulzusenergiát elosztva az impulzusidővel, akkor meglepően nagy értéket kapunk: $P_p = E_p / t_p = 15 \text{ J} / 0,01 \text{ s} = 1500 \text{ W}$ impulzusteljesítmény adódik ezekből az értékekből. Ez azt is jelenti, hogy az emberi szem számára egy 150 W átlagteljesítményű impulzuslézer veszélyesebb, mint egy

1. táblázat. Az IPG gyártmányú, 150/1500-QCW-AC típusú, itterbium-YAG szállézer műszaki adatai

Hullámhossz	1070 nm
Maximális átlagteljesítmény	150 W
Maximális impulzusteljesítmény	1500 W
Maximális impulzusenergia	15 J
Impulzsidő	0,05–50 ms
Impulzfrekvencia	10–50 kHz
M ² faktor	1,05

folyamatos üzemű 150 W-os lézer, ezért a szemet az adott hullámhosszon védő és megfelelő optikai sűrűségű védőszemüveggel kell védeni.

3. A fókuszált lézernyaláb meghatározó változóinak elemzése

Lézersugaras, egyimpulzusos fúrásnál fontos szerep jut a megmunkálólézernak, ezen belül a fókuszált nyaláb keresztmetszeti jellemzőjének, a fókuszfoltátmérőnek, mert a fókuszált nyaláb az az érintésmentesen dolgozó szerszám, mely energiaátadás útján a megmunkálást végzi.

Az optikai szálból kilépő lézernyaláb átmérője 14 mikrométer (d_1). A kilépő nyalábot tágító és párhuzamosító kollimátorlencse fókusz távolsága 50 mm (f_1). A párhuzamos lézernyalábot a munkadarabra fókuszáló lencse fókusz távolsága 50 mm (f_2). A nyalábtágító állása 1-es volt, így a nyalábtágítási faktor (B_e) szorzótényezője 1. Ezen adatok alapján kiszámolható a fókuszált lézernyaláb fókuszfoltátmérője (d_2) az alábbi képlettel [3]:

$$d_2 = \frac{4\lambda M^2 f_2}{d_3 \pi} \quad (1)$$

Az egyenletről 14 mikrométer adódik a fókuszált lézernyaláb fókuszátmérőjének. Ez, összehasonlítva a korábbi cikkünkben [4] használt Nd:YAG lézer 81 mikrométeres, nyalábtágítás nélküli foltméretével, rendkívül kis érték, ami azt jelenti, hogy a lézer energiája nagyon kis területre fókuszálható, tehát nagy energiasűrűség érhető el. Vágásnál ez kisebb vágási rést és vastagabb vágható anyagot jelent. Az eltérés a két lézer különböző működési elvéből fakad, ami a nyalábminőségi tényezőt befolyásolja. Míg a korábbi cikkünkben használt Nd:YAG lézer nyalábminőségi tényezője $M^2 = 3-5$, addig a szállézeré 1,05. Miért fontosak ezek az értékek?

A fókuszált lézernyaláb foltátmérőjének másik képletéből (2) következik, hogy minél kisebb az M^2 tényező értéke, annál kisebb területre fókuszálható a lézer energiája [5].

$$d_2 = \frac{d_1 f_2}{f_1 B_e} \quad (2)$$

A képletben szereplő d_3 a párhuzamos lézernyaláb fókuszáló lencse előtti átmérője, amely a többi tényező ismeretében számítható, 5,11 mm-nek adódik. A lézer hullámhosszának (λ) szerepe: ha itterbium-szállézer ($\lambda = 1,070$ mikrométer) használunk CO₂ lézer ($\lambda = 10,600$ mikrométer) helyett, akkor 10-szer kisebb foltra lehet fókuszálni a lézernyalábot.

A Rayleigh-hossz a nyalábtérjedés irányában a fókuszsíktól mért az a hossz, amely végén a lézerfolt területe duplájára, így a nyaláb rádusza gyök kettő-szeresére nő, ezért a felületegységre jutó impulzusenergia a felére esik vissza a fókuszfoltban számíthatóhoz képest. Általában a Rayleigh-hossz kétszeresen belül tekintik fókuszban levőnek a nyalábot. Képlete nagyon hasonló a lézerfoltátmérő képletéhez, csak itt a fókuszáló lencse fókusz távolsága és a lencse előtti nyalábtátmérő a négyzetben szerepel (3) [6].

$$Z_r = \frac{4\lambda M^2 f_2^2}{d_3^2 \pi} \quad (3)$$

A képletbe az eddig megadott adatokat behelyettesítve 137 mikrométer adódik. Természetesen d_2 és Z_r értéke tájékoztató jellegű, egyes szakirodalmak például kihagyják M^2 faktort a képletből, ami elég furcsa. Ha a nyalábtágító egy zoomos rendszer, akkor a lencsehibák is ronthatnak a fókuszálhatóságon.

A fenti két jellemző értékéből az derül ki, hogy nem biztos, hogy érdemes nyalábtágítót használni, mert a tágítás nélküli 14 mikrométeres foltátmérő elég kis érték, tágítással d_3 értékét növelve a fókuszfolt mérete tovább csökken, de Z_r értéke is csökken, tehát a fókuszfolttól a lézersugár terjedésének irányában jobban széttart a nyaláb.

A fentiekben kiszámolt d_2 és Z_r értékek csak a geometriai jellemzőkből származnak, míg azt, hogy a valóságban mekkora térfogatú anyag olvasztható meg egy lézerimpulussal, vagyis egy impulzus periódusideje alatt átadott energiával, azt két tényező befolyásolja erősen. Az első az, hogy mekkora a lézerimpulzus teljesítménye, amelyet erre a foltméretre koncentrálunk, ez jelen esetben akár 1500 watt is lehet. A másik tényező a megmunkálandó anyag releváns fizikai jellemzőinek összessége: sűrűség, olvadáspont,

fajhő, olvadáshő, reflexiós tényező a lézer hullámhosszán; ezekre a 4. pontban térünk ki. A lézerberendezést üzemeltető Pulzor Művek tapasztalatai szerint például rozsdamentes acélt 1 mm vastagságig tud vágni a rendszer, rézötvetetek vágását 0,4 mm vastagságig [7]; ám ezek a vastagságok túlmennek a kiszámított Rayleigh-hossz kétszeresén.

Az itterbium-szálléért és a munkadarab-mozgató szánokat a Pulzor Művek építette össze, és ugyanó készítette el a rendszer vezérlőprogramját, mely saját CAM-programmal generálja a CAD-fájlból a munkadarab elkészítéséhez szükséges mozgásokat leíró CNC-kódot.

4. A megmunkált anyagok tulajdonságai

Miért jelent nagy kihívást a lézersugárzás hullámhosszán erős reflexiót mutató anyagok fűrése? Az minden lézeres megmunkálásnál meghatározó jelentőségű, hogy az anyag felületére beeső sugárzás – és az általa szállított energia, illetve teljesítmény – egy része visszaverődik, másik része elnyelődik, míg egy harmadik része áteresztődik, tehát [8]:

$$P_1 = P_2 + P_3 + P_4 \tag{4}$$

Itt P_1 az összes, P_2 a visszavert, P_3 az elnyelt, P_4 az áteresztett energiából számítható teljesítményt jelöli. Tömbi anyagok megmunkálásánál elhanyagolható az áteresztett energia, tehát minél nagyobb energiahányad reflektálódik, annál kevesebb teljesítmény hasznosul. Ha $P_1 = 1$, akkor P_3 az abszorpciós tényező (a), P_2 a reflexiós tényező (r) adott anyagra és adott hullámhosszra vonatkozóan. A lézersugárzás hullámhosszán erősen reflektáló anyagoknál az anyag felületére érkező lézerimpulzus energiájának nagy része visszaverődik, és csak a maradék hasznosul (ld. 2. táblázat).

A korábbi kísérletünkben [4] 1.4304 minőségű rozsdamentes acélt használunk. A 2. táblázat alapján megjósolható, hogy az ehhez képest sokkal erősebben reflektáló ezüstöt és rézet nehezebb megmunkálni. Most derül majd ki, hogy a

2. táblázat. A megmunkált anyagok abszorpciós (a), és reflexiós (r) adatai 1064 nanométer hullámhosszon

Anyag	a	r
Rozsdamentes acél [9]	0,31	0,69
Ezüst [10]	0,03	0,97
Vörösréz [10]	0,04	0,96

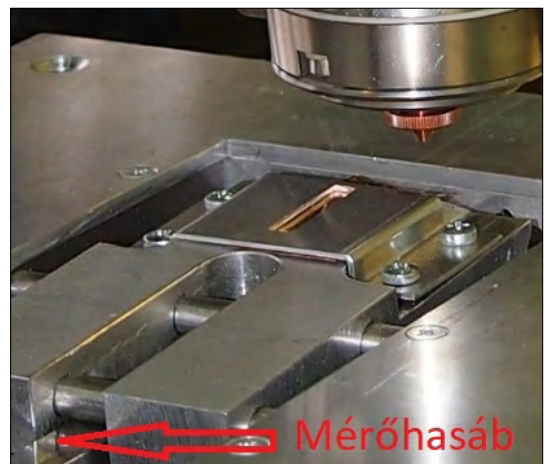
rendkívül kicsire fókuszált lézerfolt okozta nagy teljesítménysűrűség előnyt jelent-e. Problémát okozhat az is, hogy a visszavert lézersugárzás visszajut a lézerbe, ott károsodást okozva [11]. A kísérletek során a lézerfej függőleges volt, alatta a próbadarabokat a vízszintessel bezárt 8°-os szögben feszítettük ki, így a beesési és visszavert sugárzás 16 fokot zárt be, tehát közvetlenül nem jutott vissza sugárzás a lézerbe.

4.1. A kísérleti munka

A kísérletnél használt réz- és ezüsthóliáknak a lézerfej alatti vízszinteshez mért, adott szögű kifeszítéséhez készüléket terveztünk, mely a szinusz-emelő elvén működik. A készülékben a fólia szöge mérőhasábbal állítható. A 17,5 mm-es mérőhasáb-beállításához a vízszintessel bezárt 8,11°-os szög tartozik. A lézerre szerelt készülék



1. ábra. A mérőhasábbal állítható fóliafeszítő a lézerfej alatt



2. ábra. A fóliafeszítő közelebről

az **1. ábrán** látható.

- A közös kísérleti beállítások a következők voltak:
- fókuszállás a lézerfején: $-2,6$ mm;
- munkagáz: nitrogén 5 bar nyomáson.

5. A rézfólián végzett fúrási kísérletek

50 mikrométer vastag rézfólia fúrását végeztük különböző energiájú lézerimpulzusokkal. Beállítottuk az impulzusidőt állandó értékre, 0,2 ms-ra. Változtattuk a teljesítményszintet 60-80% között; ez meghatározta a kijelzett impulzusteljesítményt. Számítottuk az impulzusenergiát, mely az impulzusteljesítmény és az impulzusidő szorzata. Tehát az összetartozó kísérleti változók, melyekkel egy furatsor készült, a **3. táblázatban** láthatók.

A **3. ábrán** a rézfólia furatai láthatók mikroszkóp alatt, hátsó megvilágításban a kép alja a lézerfejhez közelebbi régiót ábrázolja. A jobbról balra növekvő impulzusteljesítmény a fúvókához egyre közelebb lyukaszt. A furatok a kép tetején a kis sebesség és az állandó impulzusfrekvencia miatt egymásba érnek. A rögzített lézerfejhez képest 10 mm/s^2 mozgató rendszer gyorsulást és 20 mm/s mozgatási sebességet állítottuk be. A mikroszkópos mérésnél a furatok változó távolságát is mérni kellett a lézersugár terjedési irányába eső, függőleges Z koordináta számításához.

A **4. ábra** az olvasztási határenergia, és a fókuszált nyaláb kölcsönhatását ábrázolja. A fókuszolttól távol nagyon szétterül a nyaláb, itt már nem elég a felületegységre jutó energia az anyag átolvasztásához. Ilyen furatkezdeményt mutat az **5. ábra**.

A **4. ábra** és a **8. ábra** furataira a Z koordináta függvényének régiói összepárosíthatók:

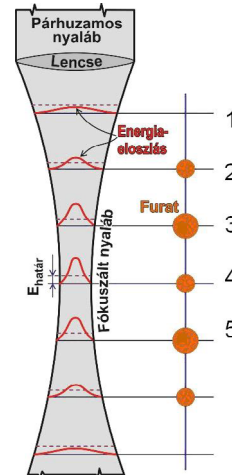
- 2. régió: A maximálisnál kisebb furatok: itt a nyaláb energiaeloszlása éppen metszi az olvasztási határt.

3. táblázat. Rézfólia fúrási kísérleténél soronként egy furatsorozathoz tartozó impulzusadatok

Impulzusidő (ms)	Impulzusenergia (mJ)	Impulzusteljesítmény (W)
0,2	198	989
0,2	213	1067
0,2	229	1145
0,2	245	1225
0,2	259	1296



3. ábra. Rézfólia furatairól készített mikroszkópi kép hátsó megvilágításban



4. ábra. Az olvasztási határenergia és a fókuszált nyaláb kölcsönhatása [4]

- 3. régió: A maximális furatok: itt a nyaláb energiaeloszlása a legnagyobb átmérőt hagyva metszi az olvasztási határt.
- 4. régió: A minimális furatok: itt a nyaláb energiaeloszlása a legkisebb átmérőt hagyva metszi az olvasztási határt, tehát itt van a nyaláb fókusza.
- 5. régió: Ismét nagyobb furatok: a nyaláb energiaeloszlása a nagyobb átmérőt hagyva metszi az olvasztási határt.

A **6. ábrán** látható egy, a fúvókához közel eső furat képe, ahol a nitrogéngáz szétfröcskölte az olvadt anyagot: itt nehéz átmérőt meghatározni, mert a furatok kráter alakúak és lefelé szűkülően kúposak. Ez esetben négy zóna különböztethető meg:

1. A legnagyobb kör a hőhatásövezet.
2. Utána következik a megolvadt anyag átmérője.
3. Ezután a furat átmérője a lézerforrás felőli fólia oldalon: ezeket mértük.
4. A legkisebb kör a lemez alján mérhető átmérő: sajnos ebbe a tapadásalak is beárnyékol (ld. **7. ábra**).

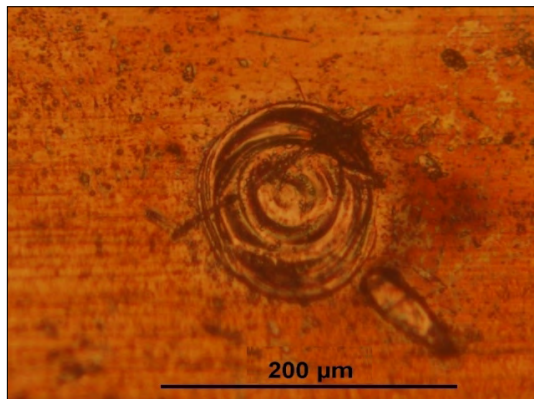
A fúvókától távolabbi furatoknak (**9. ábra**) jobbak a kontúrjai és könnyebben mérhetők – bár szabálytalanok, mivel inkább ellipszisre emlékeztetnek. A furatok körül található nagy átmérőjű hőhatásövezet az erősen reflektáló anyag miatt alakult ki: itt nem elég az impulzusenergia az anyag átolvasztásához.

A különböző fókuszhelyezettel létrejövő furatok átmérőjének Z koordinátafüggvénye közel állandó volt, az impulzusadatoktól függetlenül. Ennek oka, hogy az impulzusenergia csak kb. 25%-kal változott, és a furatok átmérőinek szórása nagy volt (ld. **6. ábra** magyarázatát).

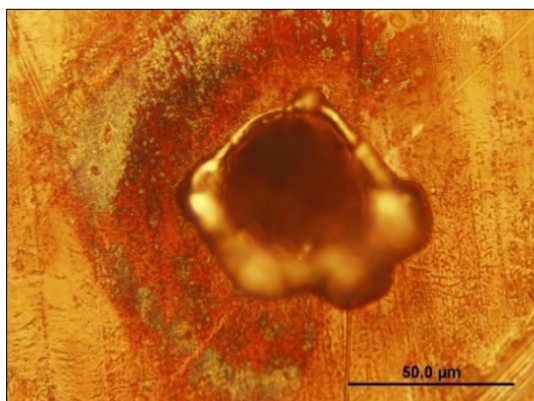
6. Az ezüsthólián végzett kísérletek

150 mikrométer vastag ezüsthólia fúrását végeztük különböző idejű lézerimpulzusokkal. Beállítottuk az impulzusidőt 0,1 és 0,5 ms között. Beállítottuk a teljesítményszintet 100%-ra; ez meghatározta a kijelzett impulzusteljesítményt, mely az első adatsor kivételével 1580 watt körül volt. Az ezüsthólia háromszor olyan vastag volt, mint a réz, ezért kellett nagyobb teljesítmény. Számítottuk az impulzusenergiát, mely az impulzusteljesítmény és az impulzus idő szorzata. Tehát az összetartozó kísérleti adatok, melyekkel egy furatsor készült, a **4. táblázat**ban láthatók.

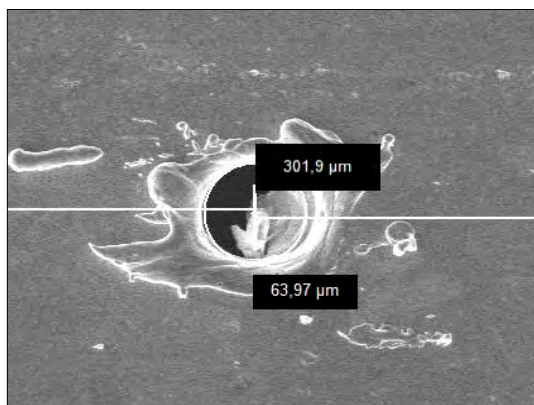
A **10. ábrán** az ezüsthólia furatai láthatók hátsó megvilágításban, a kép alja a lézerfejhez közelebbi régiót ábrázolja. Jobbra az első furatsor alja



5. ábra. A szétterülő nyaláb miatt itt nem jött létre furat



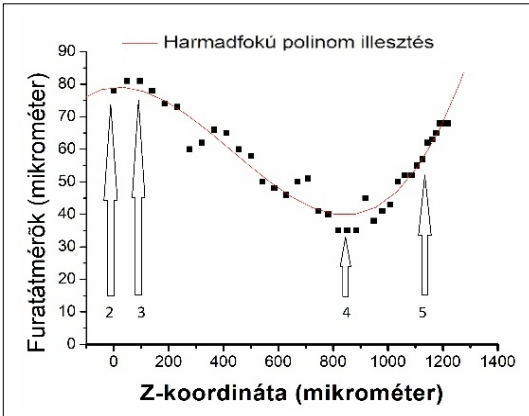
6. ábra. Egy, a fúvókához közeli furat képe



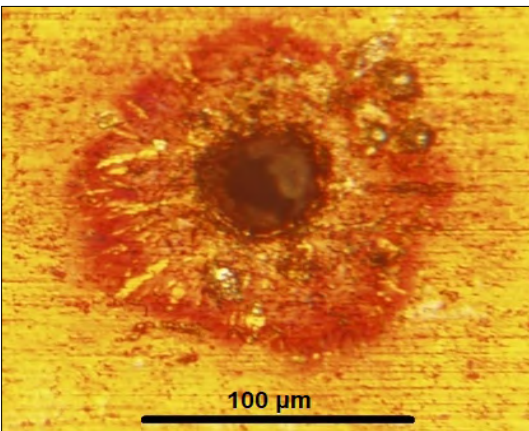
7. ábra. Egy, a fúvókához közeli furat képe, itt látszik a tapadásalak. 301,9 mikrométer a távolság a szomszéd furattól, 63,97 mikrométer a háromponos furatátmérő-mérés eredménye

hiányzik: itt nincs lyukasztás, mert 7%-kal kisebb az impulzusteljesítmény. A többi furat képe azonos lefutást mutat, mert állandó az impulzusteljesítmény.

A furatok a kép tetején és az alján a kis sebesség és az állandó impulzusfrekvencia miatt egymásba érnek. A munkadarab lézerfejhez képesti gyorsulása és sebessége és a Z koordináta korrekciója azonos a rézmintánál ismertettnél.



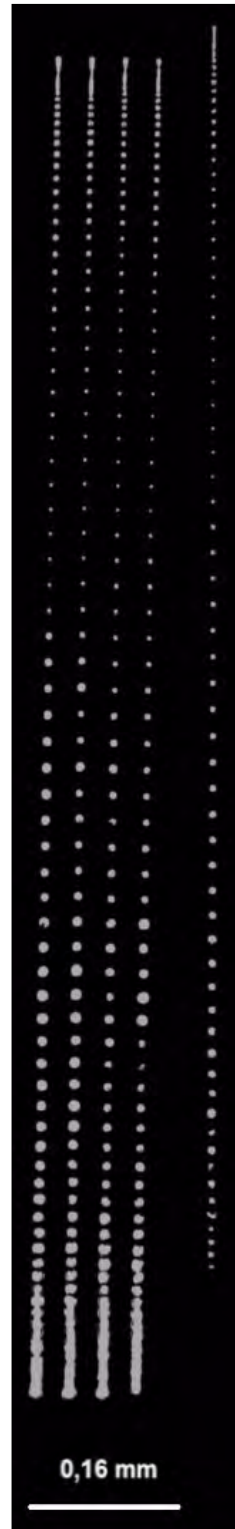
8. ábra. Rézminta 213 mJ impulzusenergiával létrehozott furatainak Z koordinátáfüggvénye és annak régiói; Z=0 a lézerfejhez közelebbi koordináta



9. ábra. Egy, a fűvókától távolabbi furat

4. táblázat. Az ezüsthólián végzett fúrási kísérletekben választott értékek a lézerimpulzus technológiai változóira nézve

Impulzusidő (ms)	Impulzusenergia (mJ)	Impulzusteljesítmény (W)
0,1	148	1481
0,2	317	1583
0,3	475	1584
0,4	636	1589
0,5	792	1583



10. ábra. Ezüsthólia furatairól készített mikroszkópi kép hátsó megvilágításban

A 4. ábra és a 11. ábra furatainak Z koordinátafüggvényének régiói összepárosíthatók: de itt csak a 3., 4. és az 5. régió figyelhető meg a nagyobb impulzusteljesítmény miatt.

A 12. ábrán egy, a fúvókához közeli furat képen olvadt anyag fröcskölési nyoma látszik, mely nehezzé teszi a furatátmérő-mérést, de nem annyira, mint a 6. ábrán a réznél látszott.

A 13. ábrán két, a fúvókától távoli kontrasztos furat képe látható, itt a hőhatásövezet kevésbé látszik, mint a réznél.

A 11. ábra tartalmazza a létrejött furatok átmérőit a lézersugár függőleges terjedési irányába eső Z koordináta szerint. Ezek erős ingadozást mutatnak, mert az összes szilárdtestlézer hátránya, hogy nem adnak egyenletes impulzusokat. Ennek az az oka, hogy nem stacionárius üzemben működnek [12].

Mivel a fókuszált lézernyaláb foltmérete rendkívül kicsi, így a plazmajelenség is könnyebben létrejön, ez is okozhat szóródást a furatátmérőkben.

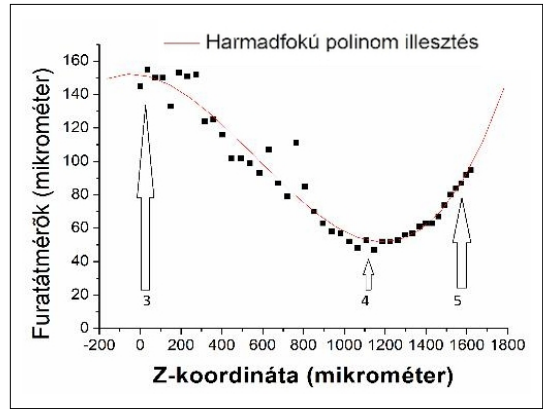
Azonban a 11. ábrához hasonlóan a furatátmérők Z koordinátafüggvénye közel állandó volt, ez azt mutatja, hogy a megmunkálás szempontjából nemcsak pusztán az impulzusenergia számít, hanem az is, hogy azt mennyi idő alatt vittük be, tehát az impulzusteljesítmény. Ez pedig $P_p = E_p / t_p$, ami a kísérlet során állandó volt. A lézersugaras megmunkálás szakirodalma is W/cm^2 felületi teljesítménysűrűség szerint osztályozza a megmunkálásokat.

Ennek ellenére levonható az a következtetés, hogy a furatátmérőkre legerősebben a Z koordináta hat. A lézerrel történő mikromegmunkáláskor ez nem zavaró, mivel ott nagyobb frekvenciával kisebb energiájú impulzusokat adnak le, így az impulzusenergia-eltérések átlagolódnak.

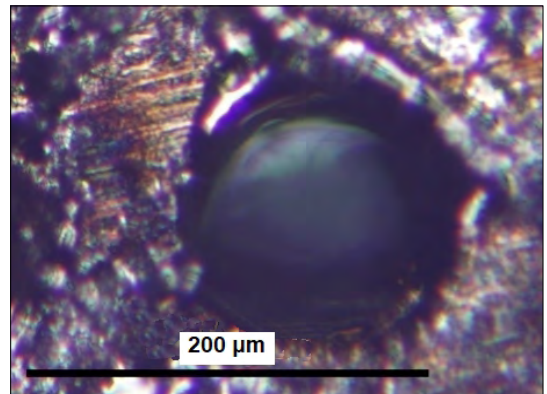
7. Következtetések:

A megmunkálólézer hullámhosszán erősen reflektáló anyagok megmunkálásakor tekintetbe kell venni, hogy az energia csak kis része hasznosul, a többi visszaverődik. A 14 mikrométeres fókuszált lézernyaláb fókuszátmérője rendkívül kis érték, ami azt jelenti, hogy a lézer energiája egy nagyon kis területre fókuszálható, tehát nagy energiasűrűség érhető el, ez kompenzálja a veszteségeket.

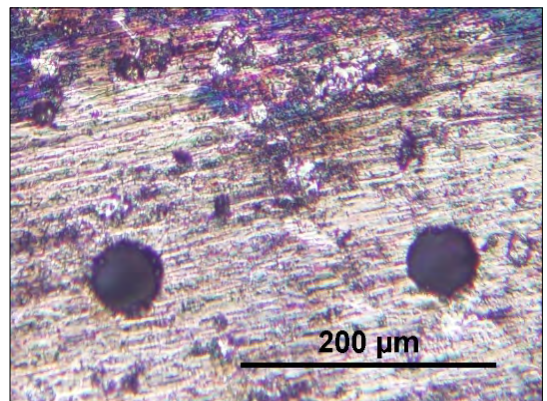
A kísérletekből kiderült, hogy a fókuszpozíciónak a legerősebb hatása a furatátmérőre, és a furatátmérők Z koordinátafüggvényei erős ingadozást mutatnak, ennek lehetséges okai:



11. ábra. Részminta 636 mJ impulzusenergiával létrehozott furatainak Z koordinátafüggvénye, és annak régiói; Z=0 a lézerfejhez közelebbi koordináta



12. ábra. Egy, a fúvókához közeli furat képe, olvadt anyag fröcskölési nyoma látszik



13. ábra. Két, a fúvókától távoli furat képe, itt a hőhatásövezet kevésbé látszik, mint a réznél

– a lézeres fúrásnál olyan nemlineáris hatások lépnek fel, mint a plazmaképződési jelenség és az elpárolgott fém párányomása;

- az összes szilárdtest-lézer hátránya, hogy nem adnak egyetlen impulzusokat. Ennek az az oka, hogy nem stacionárius üzemben működnek.
- kis egyenetlenségek a munkadarabon (50 mikrométer) a furatátmérők 10%-os változását okozhatják [13]

A jelen kísérletekhez felhasznált szállézer jó nyalábminősége és nagy impulzusteljesítménye miatt még az ilyen nehéz feladatokat is lehetővé teszi, mint az erősen reflektáló anyagok lézersugaras fűrése.

Köszönetnyilvánítás

A cikk szerzői megköszönik a Pulzor Művek ügyvezetőjének, Puskás Zsoltnak és termelésvezetőjének, Vincze Dávidnak, hogy a megtervezett kísérleteket lehetővé tették és a végrehajtásában segítettek.

Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Buza G.: *Lézersugaras technológiák II.* Edutus Főiskola, Budapest, 2012. 79.
- [2] Kurosawa M.: *Laser drilling high-density printed circuit boards.* (letöltve: 2019. május 28.) <https://www.industrial-lasers.com/drilling/article/16485325/laser-drilling-highdensity-printed-circuit-boards>
- [3] Xiaodong N.: *Laser Welding.* Published by Sciyó Janeza Trdine 9, 51000 Rijeka, Croatia, 2010. 54.
- [4] Meszlényi Gy., Bitay E.: *Az egyimpulzusos lézersugaras fűrés folyamatának elemzése.* Bányászati és kohászati lapok, Kohászat, 151/5–6. (2018) 40–44.
- [5] Paripás B., Szabó Sz., Kocsisné Baán M., Tolvaj Béláné, Bencs P.: *Lézeres mérési- és megmunkálási eljárások a gépészetben.* Miskolci Egyetem, Miskolc, 2009. 66.
- [6] Alexander F. H. K.: *Theoretical analysis of laser beam cutting.* Shaker Verlag, Aachen, 2002. 14.
- [7] Puskás Zs.: Lézeres mikromegmunkálás szállézerrel. (letöltve: 2019. április 17.) <http://docplayer.hu/720391-Lezeres-mikromegmunkalas-szallezerrel.html>
- [8] Kreisz I.: *Lézersugar-vezetés.* Edutus Főiskola, Budapest, 2011. 82.
- [9] Duley W.: *Laser welding,* 1. edition. Wiley-Interscience, 1998. 69.
- [10] Ready J. F., Farson D.: *LIA Handbook of Laser Materials Processing.* Laser Institute of America Magnolia Publishing Inc., 2001. 182.
- [11] Naeem M.: *Laser processing of reflective materials.* (letöltve: 2019. május 28.) <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1002/latj.201390001>
- [12] Tradowsky K.: *A LASER ABC-je.* Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1971. 99–100.
- [13] Stephen A.: *Laser micro drilling methods for perforation of aircraft suction surfaces.* Elsevier Science Direct Procedia CIRP 74, 2018. 404. <https://doi.org/10.1016/j.procir.2018.08.157>