

ACTA MATERIALIA TRANSYLVANICA

ANYAGTUDOMÁNYI KÖZLEMÉNYEK



**1. ÉVF.
2018. 1.**

ACTA MATERIALIA TRANSYLVANICA

Anyagtudományi közlemények

1. évfolyam, 2018. 1. szám



ERDÉLYI MÚZEUM-EGYESÜLET
Kolozsvár
2018

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 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:

Gergely Attila, Sapientia Erdélyi Magyar Tudományegyetem, Marosvásárhely, Románia
Forizs Edit, Babeş–Bolyai Tudományegyetem, Kolozsvár, Románia
Kovács Tünde, Óbudai Egyetem, Budapest, Magyarország
Orbulov Imre, Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Budapest, Magyarország

Kiadó / Publisher: Erdélyi Múzeum-Egyesület

Felelős kiadó / Responsible publisher: Biró Annamária

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

Szerkesztőségi titkár / Editorial secretary: Kisfaludi-Bak Zsombor

Műszaki szerkesztő / DTP: Szilágyi Júlia

Borítótérp / 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

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

A folyóirat honlapja / The journal webpage: <http://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 közöl tudományos közleményeket: szakcikkeket, összefoglalókat (szemléket), tanulmányokat. A folyóirat célja összképet adni kiemelten a Kárpát-medencei kutatási irányokról, tudományos eredményeiről, s ezt széles körben terjeszteni is. A folyóirat az EME 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

GYULAI József	5
<i>Anyagtudomány és anyagmérnökség – ennek néhány egyedi vonása a kelet-közép-európai térség (KKE) országaiban</i>	
<i>Materials Science and Engineering – Some Aspects in Central and Eastern European (CEE) Countries</i>	
BITAY Enikő, KACSÓ Irén, VERESS Erzsébet	12
<i>Urán-oxid-tartalmú üvegek kémiai stabilitása</i>	
<i>Chemical Durability of Uranium Oxide Containing Glasses</i>	
DOBRÁNSZKY János, BITAY Enikő	19
<i>Új módszer a kompoziterősítő kerámiaszálak áthúzóhatóságának meghatározására</i>	
<i>A New Method for Determining the Pullability of Composite Reinforcing Ceramic Fibres</i>	
FÁBIÁN Enikő Réka, KÓTAI Áron	26
<i>A léces martenzit viselkedése hőkezelés hatására</i>	
<i>Heat Treatment Effect on Lath Martensite</i>	
FILEP Emőd, KUTASI Dénes Nimród, KENÉZ Lajos	31
<i>Módszer a fémek emisszivitásának becslésére</i>	
<i>Method for Emissivity Estimation of Metals</i>	
HORICSÁNYI Krisztina, ASZTALOS Lilla, KÁROLY Dóra, FAZAKAS Éva	37
<i>A tágítási nyomás hatása a koszorúérsztentek bevonatára és korróziós tulajdonságaira</i>	
<i>Effect of Expansion Pressure on the Drug Eluting Coating and the Corrosion Characteristics of Coronary Stents</i>	
KÓNYA János, KULCSÁR Klaudia	41
<i>Cone-beam CT-képek alapján tervezett 3D-s albuminozott allograft kivitelezése</i>	
<i>Construction of Albumin-Coated 3D Allograft Based on Cone Beam CT Images</i>	
KOVÁCS Tünde, PINKE Péter	49
<i>Az ultrahangos hegesztés hatásának elemzése a szövetszerkezetre</i>	
<i>Analysis of the Effect of Ultrasonic Welding on Microstructure</i>	

TÓTH László, HARASZTI Ferenc, KOVÁCS Tünde	53
<i>A felületi érdesség hatása a hegesztett rozsdamentes acél korróziós ellenállására</i>	
<i>Surface Roughness Effect in the Case of Welded Stainless Steel Corrosion Resistance</i>	
VARGA Tamás Antal, MANKOVITS Tamás	57
<i>Fémhabok elemzése CT-felvételek alapján</i>	
<i>Metal Foam Analysis Based on CT Layers</i>	

Anyagtudomány és anyagmérnökség – ennek néhány egyedi vonása a kelet-közép-európai térség (KKE) országaiban

Materials Science and Engineering – Some Aspects in Central and Eastern European (CEE) Countries

Gyulai József

MTA Energiatudományi Kutatóközpont, Műszaki Fizikai és Anyagtudományi Intézet, MFA, Budapest, BME Villamosmérnöki és Informatikai Kar, Elektronikus Eszközök Tanszék, Budapest, Magyarország
gyulai.jozsef@energia.mta.hu

Összefoglalás

Ez a bevezető tanulmány összehasonlítja a tudománynak és a mérnökségnek a szerző szerinti lényegét, és bemutatja, hogy miként alakult ki a modern interdiszciplináris anyagtudomány, anyagmérnökség, angol nevén a Materials Science and Engineering (MS&E). Szó lesz arról, hogy e tudomány alapján kifejlődött mikroelektronika milyen, korábban ismeretlen követelményeket támasztott az MS&E elé, ami tudományos paradigmaváltást okozott. A mikroelektronika ugyanis az informatika „anyagtudományává” válva teljesen átalakította a földi életet. Ezt bemutatandó, egy táblázatot közlünk, amely megkísérli összefoglalni, hogy az anyagok családjai milyen mai kutatásokkal befolyásolják, kritikus hatással is, a különféle iparágak fejlődését. Szót ejtünk arról, hogy a KKE-országok milyen tudástökével indultak a politikai változások idején, milyen jövőt lát egy idős kutató, és mit szeretne a régió jövőjeként kibontakozva látni a fiatalok ambiciózus munkássága révén.

Kulcsszavak: *anyagtudomány, mérnökség, mikroelektronika, interdiszciplináris anyagtudomány.*

Abstract

This introductory paper summarizes the characteristics of how “Science” and “Engineering” differ from each other, forming the interdisciplinary topic of Materials Science and Engineering (MS&E). It will be shown how microelectronics has developed from modern materials science, causing a change in paradigm, and how microelectronics has become the “mother” science of informatics, changing life on Earth. To prove the importance of materials, a table is shown summarizing how modern MS&E forms the basis of practically all industries. The situation and development state of MS&E in CEE countries - despite different levels of industrialization – have some characteristics in common, and the way to development might also have techniques in common.

We will also mention the knowledge base that CEE countries possessed during the period of political change, and the likely future that an elderly scientist foresees for the region with the help of young ambitious scientists.

Keywords: *material science, engineering, microelectronics, interdisciplinary material science.*

Bevezető gondolatok

Ezeket a gondolatokat fiatal mérnököknek szánjuk, hogy erősítsük a szakmai elhivatottságukat. Mielőtt az anyagtudományról értekezni, rövi-

den arról szólnunk, hogy a 21. század milyen nagy terhet, felelősséget helyez a fiatal vállakra. Arról ugyanis, hogy a Föld lakhatóságának fenntartása a mérnöki tevékenység sikerén áll vagy bukik. Biztos megoldásnak tűnik egy, a hivatalos EU-nyel-

ven „körkörös gazdaságnak”¹ nevezett létforma, mely az egyébként sem szerencsés hivatalos angol megnevezésnek, a „Circular economy”-nak szerintünk ügyetlen túlkörfordítása. Ennek lényege, hogy minden termelési-fogyasztási folyamatot zárt anyagciklusokba kell szervezni, minimalizált energiafogyasztással. Ez, lényegében, a hulladékmentes gazdálkodást vetíti elénk (azaz minden hulladék valahol nyersanyag is; bonyolultabban, mint pl. a mezőgazdaság korai időszakában).

Ennek akár technikai, pláne logisztikai nehézségei óriásiak, de más, bizonyosan működő megoldás nem vált ismertté. Mindennek ellenére ennek egy következménye világos: a mai tudománynak, mérnöki munkának nem lehet fontosabb feladata, célja, mint kutatni, kikutatni, hogy élhet-e, és ha igen, hogyan, kilenc-tízmilliárd ember úgy a Földön, hogy nem rombolja le, nem zavarja meg végzetesen az élőlények billiónyi szálán összefüggő létformáját. A tudomány nyilván csak a humanista megoldásokat keresheti, javasolhatja. Ehhez meg kell érteni a Föld mint „napmotor”² működésének lényegét, e tény vitális fontosságát. Ez az az üzenet, amelyet a fiatal mérnökök elé életcéllul kell örökítenünk.

És mit értünk mérnöki tevékenységen? Mit értünk tudományon, illetve mit értünk mérnökségen?

A történelmileg zseniálisként megőrzött tudások, de a főhivatású kutatókként dolgozók is, ha kísérleteket terveznek, vagy egy természeti jelenség értelmezésén gondolkodnak, óhatatlanul kénytelenek a jelenséget „lemezteleníteni”, megszabadítani a másodlagos befolyásoló hatásoktól annak érdekében, hogy a magyarázattal a kor matematikai, elméleti tudásának keretein belül tudjanak maradni. Így is gyakori, hogy például egy végtelen matematikai sor formájában megta-

lált megoldásnak csak egy-két tagját tartják meg, ezekből alakítanak közelítő megoldásokat. A felfedező vagy alapkutatásnak ez a gondja nemcsak a megoldás pontosságát korlátozza, de az eredmény alkalmazhatóságának is korlátot szab: nem könnyen képzelhetünk el gyenge közelítések esetén megbízható, mondjuk olyan termék elkészülését, amelyre az életünket is rábízhatjuk.

Az azonban igaz, hogy a társadalom nem várja el, hogy a felfedező lássa eredményének az alkalmazott jövőjét. Aligha valószínű, hogy amikor Arkhimédész „Heureka!” („Megtaláltam!”) kiáltással, tunikáját a fürdőben feledve kirohant az agorára, arra is gondolt, hogy a hajóépítés alaptörvényét éppen most fedezte fel. Bár ő éppenséggel mérnöki zseni is volt... Ha a felfedező kutató mégis megszólal felfedezésének gyakorlati értékéről, azt valószínűleg elfogultan teszi. A társadalom fékezett elvárását az is bizonyítja, hogy a tudomány költségei a legtöbb ország költségvetési rendszerében – a mieinkben is, sőt a korábbi KKE-sorsközös időszakunkban is így volt! – a kultúra és nem az ipar fejezet része! A magyarázatot világosabbá teszi a kutatás-fejlesztés-gyártás, a K+F+I finanszírozásának az 1:10:100-as szabálya: ha a kutatás pénzigénye egy egység, a fejlesztésé 10, a gyártásba vitelé 100 – és itt még a piac szabályozó szerepéről nem beszéltünk –, mindez magyarázza a megvalósítás nélkül maradt ötletek légijót is...

De közeledjünk a szűkebben vett tárgyunkhoz. Induljunk ki abból, hogy a társadalom elfogadta egy új jelenség magyarázatát, egy sikeres kísérlet eredményét, azt természeti törvénnyé emelte. Ez utóbbinál tehát azt fogadta el, hogy az a laboratóriumban, kísérleti egerekben működik. Ekkor kell a felfedezővel konzisztens kutatómérnöknek észrevennie a továbbfejlesztés lehetőségét, és felismerni, hogy – az eltelt idő ebben is segít – az eredmény az élet, a társadalom mely területén esélyes termékként való megjelenésre is.

De a kutatómérnök nagy fába vágja a fejszéjét: meg kell keresnie a korábban kényszerből elhanyagolt hatásokat, és az elméleti, főleg informatikai fejlődésre alapozva, visszaépíteni azokat az értelmezés leírásába. Ebben a folyamatban a mérnök az alapkutató által felfedezett törvényeket olyan szerszámokként használja, amelyekkel kialakíthat egy megcélzott szerkezetet, terméket, és az értelmezést is eljuttatja új, azaz akár a mai határokig, amit rendszerszintű szimuláció, netán mesterséges intelligencia meglétével jellemeznénk. Ezzel érve el, hogy megbízhatóan reprodukálható termék álljon elő...

¹ A körkörös gazdaság az egyébként sem szerencsés EU-hivatalos megnevezésnek, a Circular economy-nak rossz túlkörfordítása. Mi, a szerző csapata, e kifejezés megjelenése előtt évtizedekkel zárt gazdaságnak neveztük a fogalmat, amelynek lényege, hogy minden termelési-fogyasztási folyamatot zárt ciklusokba kell kapcsolni (ahogy ezt egyik diákom, munkatársam, Drodzy Győző, ma egy telefontársaság egyik vezéralakja, évtizedekkel ezelőtt, teázás közben megfogalmazta. Elterjeszteniünk, sajnos, nem sikerült...).

² A napmotor (solar engine) azt fedi, hogy az űrben lebegő Föld életét jó 90%-ban a Napból érkező és a földfelszínre életre keltő, majd az űrbe mindenféle hullámhosszon visszavisszavert energia egyenlő volta jelenti – ez a hőmérsékleti egyensúly. A Föld csodája, hogy ez az egyensúly évszázmilliók óta a jég olvadáspontja körül oscillál. A Római Klub munkásságából ismert, ha az emberiség az érkező napenergiának töredékét, 5/10 000-ét, bármilyen tiszta módon, de többletként felszabadítja, a földi átlaghőmérséklet 1 °C-kal megemelkedik. Ma már a 2 °C reményét túzi a világ célul, ami... Ki tudja?

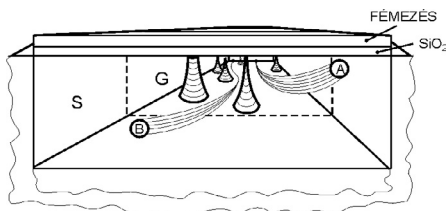
Eközben a *szerszám* meghatározás még ki-egészül, igaz, többnyire már egy ipari fejlesztői kollektíva munkájaként: *gyártástechnológiai* előírássá válik azáltal, hogy definiálja a *törvényből-lett-szerszámok* kézben tartandó paramétereit – hőmérséklet, időtartam, nyomás, gázkörnyezet, csiszolás stb. –, amelyek keretet szabnak a szerszámok célzott és megbízható működésének, és a minőségellenőrzésnek is alávetethetők.

Anyagtudomány és -mérnökség (Materials Science and Engineering, MS&E) – általában

A modern, 20–21. századi MS&E az *informatika* leánya. Ezzel nem akarjuk azt mondani, hogy a korábbi, az emberiség fennmaradását, netán például harcait segítő eszköz, a damaszkuszi pengének vagy Agricola 1556-os *Dē rē metallica* [1] könyvében leírt tudásnak az értékét lebecsül-
nénk. De az informatika belépése e sokszázados tudásiparba is paradigmaváltást okozott. Ma a *metallurgia* atomi szinten kézben tartott szerkezetek létrehozásának tudását is megköveteli, ami már nem működik az apáról fiúra szálló, de nagy korabeli értéket jelentő tudásátadással. A fentebb említett másodlagos hatásoknak a tudásba, annak törvényeibe való visszaépítéséhez kell az automa-
tika, a robotika, a vezérlésekhez, minőségellenör-
zéshez pedig a célzott informatika.

A szerző tehát szeretné, ha a T. Olvasó elfogad-
ná, hogy a mikroelektronikai technológia ennek a váltásnak a szülőanyja. További meggyőzésül
szólunk néhány, korábban sosem hallott minősé-
gi követelményről, ami kihatott valamennyi ipar-
ágra.

Az **1. ábra** (egy régi rajzomon) azt szemlélte-
ti, hogy egy tranzisztorban, annak ún. *tértöltési*
rétegében repülhetnek át az áramot jelentő A és
B töltéshordozók az S forrásból (*source*) a hátul
lévő D nyelőbe (*drain*), miközben a G vezérlő, *ka-
puelektród* (*gate*, az ábrán elszigetelt *Fémezésként*
jelenik meg) polaritása nyitja-zárja az útjukat. Az
A részecske ütközésmentesen (*ballisztikusan*) re-
pül át, míg a B útja során – a működési feszültség



1. ábra. Töltéshordozók útja egy tranzisztor rétegeiben

beállításához szükséges, tudatosan bevitt atomi
töltések alkotta – potenciálfalakba ütközve ener-
giát veszít, mintha barlangi cseppkövek között re-
pülne. Az ütközések energiája sajnos hővé alakul,
ami az egyre bonyolultabb áramkörök fő gondja.

Gordon E. Moore, a Fairchild cég munkatársa
vette észre és publikálta a hatvanas években [2],
hogy a chipgyártás technológiája exponenciáli-
san fejlődik, ami az egyetlen áramkörön kialakí-
tott tranzisztorok számát illeti, az évente duplá-
zódik. Moore persze óvatos volt a törvény időbeli
határait illetően: az 1970-es évek végéig hitte,
merte ezt jóslani. Arra senki sem gondolt, hogy a
duplázódás, ami mára ugyan *másfélszereződéssé*
szelődött, csak napjainkban jut el a tranzisztorok
mértécsökkenése miatt a fizikai határokig. De
ha feladjuk a Moore-törvény 2D-korlátját, és el-
fogadjuk, hogy az áramköri szerkezet kiléphet a
harmadik dimenzióba, még évtized is lehet előt-
te. Főleg azért, mert a törvény inkább gazdasági,
semmint műszaki: a piacnak, a ma már a teljes
ipart átszövő, „informatikaként” globális igényt
kielégítő piacnak az igényét közvetíti a lassan *na-
noelektronikává* váló mikroelektronika felé: hogy
mit kell elérnie ennek az iparnak a versenyben
maradás érdekében, elkerülendő a fejlődés kor-
látjává válás. A természet azonban segítségünkre
sietett az ún. *Dennard-skálázás* érvényességével:
ha egy megvalósított tranzisztor minden méretét
arányosan lecsökkentjük, az így gyártottnak a tu-
lajdonságai azonosak maradnak – kivéve a Joule-hő
képződését. Így jutott le az ipar a 12 nm-es, netán
8 nm-es technológiáig, azaz ekkora lehet a legki-
sebb méretű szerkezeti elem!

Az eszközzel, áramkörrel kapcsolatos szerkezeti követelmények

Az anyagtudománnyal foglalkozó olvasónak né-
hány lélegzetelállító követelmény felvázolásával
szeretném bemutatni, mit jelent mindez ma, ami-
kor egy tranzisztor már kisebb, mint egy vírus.

Hibamentes kristály. A szilícium az az elem, amely
méretrekorder a hibamentes kristálynövesztés te-
rületén. Ma már akár 450 mm-es átmérőjű, tonna
súlyú, kristálytani értelemben orientált oszlopok
növeszthetők az ún. Czochralski-technikával,
amelyekből mintegy 700 μm vastagságú, kristály-
tanilag orientált lemezeket fűrészelvek. ³ Ezeket

³ A vastagságot a gyártás közbeni törés elkerülése indokol-
ja; a Si-szelet ui. – a felszíni 1-2 μm -es rétegtől eltekintve,
amelyben az elektronikai folyamatok zajlanak – csak „sze-
kezeti anyag”, sőt olyan más anyaggal is helyettesíthető,
amelyen a Si-egykristály megnöveszthető. Abban, hogy a
hetvenes évek végén a szilíciumkristály-ipar átállt az ún.

csiszolva, polírozva, kémiaileg megtisztítva, megfelelően csomagolva áll elő a ma külön iparágat jelentő szilíciumipar, a „szelet”. A diszlokációk eltűrt száma: 10 cm^{-2} -enként egyetlen hiba!

SiO₂ és megfelelő dielektromos állandójú rétegek növesztése. A lefelé skálázás egyre vékonyabb szigetelőrétegeket követel a vezérlő elektróda és a tértöltési réteg között, amelynek olyan tökéletesnek kell lennie, hogy a néhány nm-es réteg sérülésmentesen és tartósan elviselje a ráadott néhány volt feszültséget, ami a nm-skálán akár tíz megavolt/cm terhelést, azaz a spontán kisülésközelítő térerősséget is jelenti. Követelmény, hogy ez a dielektrikum az egyetlen beleültetett elektrónt évtizedig tudja tárolni. Emellett ezt az oxidot úgy kell megnövesztetni, hogy egy 300 vagy 450 nm-es szelet minden pontján, hibahatáron belül azonos vastagságú, tökéletességű legyen. A szerkezeti követelményt úgy is fogalmazhatjuk, hogy a Si-oxid határon legfeljebb minden 10 000. atomnál keletkezhet akár csak egyetlen egyatomos lépcső. A lépcső helyén ugyanis telítetlen kémiai kötés keletkezik, ami „csapdába” ejtheti a repülő töltéshordozókat!

Fotolitográfia. Fényelhajlási jelenségek miatt 10 nm-es alakzatok leképezéséhez mintegy 100 nm-es hullámhosszú sugárzás kell. A képalkotáshoz itt már csak nagyméretű tükrök jöhetnek számításba.

Mindezt közel 100%-os kihozatal mellett kell elérni.

Szeretnők hinni, hogy sikerült a T. Olvasót meggyőznünk az informatika „anyaiparának” különleges és más iparágak számára is példát nyújtó teljesítményéről. Pláne ha hozzávesszük, hogy a nanoelektronikába átnőtt ipar számára az elektron is „nagy” és más, bináris számolásra alkalmas fizikai objektumokat keres. Kísérleti állapotban van a spintronika, ahol a spinek forgatása felel meg az elektronáram nyitásának, zárásának. Feltehető, hogy egy évtized múlva már gyökeresen más módon fog az informatika számolni. De már a mai állapot is képes volt a teljes ipari termelést felforgatni, a bioipart is beleértve. Először a szabályozások szoftverbázisa épül be más iparokba, ezt az automatizáció informatikája, gépi megoldásai követik, végül a mai csúcs a robotizációs fázis vagy netán a mesterséges intelligencia elérése.

(100) orientációjú kristály tömeges növesztésére, két eredmény volt döntő: egyik, hogy azon a felületen jobb minőségű oxid növekszik, másrészt az, hogy az implantáció esetében is kritikus az alakristály orientációja. Ezt a Mayer-Gyulai-csapat, Caltech-KFKI, NSF csereprogram fedezte fel (H. Müller, W. K. Chu, J. Gyulai, J. W. Mayer, T. W. Sigmon, T. R. Cass: Crystal orientation dependence of residual disorder in As implanted Si. Appl. Phys. Lett. 26, 292 [1975].)

Az anyagtudomány, -mérnökség: az MS&E formái

Két alaptípusú megoldásról beszélhetünk: a lebontó és az építkező technológiáról. Könnyű belátni, hogy az építkező képes anyag- és energiatakarékosabb lenni. A nanotechnológiánál követelmény is az építkező eljárás követése. Ennek legszebb, de a sebessége miatt ipari termelésre alkalmatlan megoldása a növényi élet [3]. Gyakran idézik a nanotechnológia megálmodásaként R. Feynmannak egy korai előadását [4].

Az MS&E bevonulása az iparba

Az anyagtudomány mint horizontális tudomány talán a legáltalánosabb tudomány, hiszen gyakorlatilag minden tudomány használ vagy kapcsolódik valamilyen, gyakran speciális „anyaghoz”.

Az 1. táblázat iparáganként és anyagcsaládonként összegzi a mai frontvonalakat.

Következtetések a KKE-beli fiatal diákoknak, mérnököknek

A politikai változások pillanatában a KKE-országok iparának szerkezete „különleges” volt. Egy szövetségi rendszer tagjaiként a fontosabb iparuk a hidegháború katonai igényeit szolgálta, némileg követve az egyes országok történelmi sajátosságait. A nehézipar (vas, acél, olaj) volt a súlypont.

Ennek megfelelően témánkban a szovjet-orosz Matyerialovegyenyie (материаловедение), illetve az NDK megörökölte német Werkstoffwissenschaft fejlődött, amely az idős kohász egyáltalán nem lebecsülendő tudására emlékeztetett.

A modern MS&E fejlődése a KKE-országokban csak a politikai felszabadulást követően indulhatott el, amihez az embargós kötöttségek lazulása, részbeni oldódása is kellett.⁴ Ez azzal is súlyos teherre vált, hogy akár a világszínvonalat közelítő korábbi eredmények sem voltak például szabadelmoltiszták. Ennek rendbe hozása sok energiát, tökeimportot, gyárbezárást stb. követelő, sokhibás

⁴ Jómagam a Cornell Egyetem MS&E karán (Ithaca, NY) töltött éveimben, 1982–86 között ismertem fel országainknak ezt a súlyos korlátját: ott találkoztam először ui. az anyagtudományos problémák számítógépes kezelésével, sőt a technológiai szimulációkkal. Hazajőve, MS&E kart szerettem volna a BME-n szervezni, de még nem értek meg a körülmények. A történelmi lemaradást az is tanúsította, hogy az informatika, kibernetika „imperialista áltudomány”-ként szerepelt pl. a *Filozófiai lexikon* utolsó kiadásában is. A hazai zsenialitásra azonban jellemző, hogy a budapesti Vaskutban a néhai Fuchs Erik csapata, Gergely Márton, már a nyolcvanas években készített egy technológiai szimulációt az ausztenit-martenzit átalakulásra!

döntéssel tarkított évtizedeket eredményezett. Mivel a varsói szerződéses időkben nem verseny határozta meg a minőségi termelést, számomra világos volt, hogy a felszabadult rendszerünkben minden ipari fejlesztést, legalábbis a versenyzásosság terén, előlről kell kezdeni. Noha a féllegális fejlesztésekben kiváló mérnökeink teljesítményére akár büszkének is kellene lennünk,⁵ de itt álltunk egy olyan mérnökgenerációval, amely legfeljebb elméletileg ismerte a valódi iparfejlesztést, és – a menedzserekkel együtt – át kellett képeznie magát az új követelményekhez. De: Magyarországon, és gondolom, a többi KKE-országban is, egy nagyszabású tudásprivatizáció lehetősége jött létre mind a nagyvállalatok, mind a kis- és középvállalatok, KKV-k körében. Hol jobban, hol rosszabbul, de nagy lehetőséggé lett ott, ahol a korábbi tudás versenynyerővé is konvertálható lett [5]. Voltak tehát, akik sikerrel vitték saját kisvállalatukba a latens tudást, de közepes vagy nagyiparrá fejlődésük máig is csak kivételes. Megadva a megbecsülést, támogatást az ilyen újtó KKV-knek, országaink valódi érdeke azonban a nagyvállalatok jelenléte, új felfejlődése. Ennek legkézenfekvőbb, de nagy kockázatot jelentő változata a nemzetközi vállalatok idecsábítása. A kockázat abban áll, ha ezeket a KKV-ket nem a tudásukért veszik meg, kiemelt áron, hanem csak piacszerzés, a gyengécske versenytárs eltávolítása céljából. Ha azonban legalább egy színvonalas leányvállalat kialakul itt ebből, lehetőségünk nyílik a kitörésre. Erre alább visszatérünk.

A *fiataljaink számára* izgalmas, de nagyon nehéz tanulsága van mindennek. Egy alkalmazkodási folyamat indult el. Nehezen szoktunk hozzá az önállósághoz, ahhoz, hogy pályázni kell, hogy kapcsolatokat kell építeni. Magyarországról már a nyolcvanas években is sokan utazhattak, és akiket rendszeresen visszahívtak, azok azzal büszkélkedhettek, hogy jó kapcsolatépítők. Mert a tudományos együttműködés *bizalmi kérdés*. Csak véletlen lehet, ha a kapcsolat úgy alakul ki, hogy a weben partnerkeresés közben ráakad az ember. Az első EU-s évtizedben még volt a nyugati part-

nernek finánciális haszna is, ha bevett „keletit”. Később már csak a valódi értéket keresték. A mieinknek ki kellett magukat képezniük, hogy *értéken* vigyék be magukat a kapcsolatokba. Ez nagyon nehéz feladat. Gyakran esünk például abba a súlyos hibába is, hogy lázadozunk, mert a multinacionális cég nem hoz hozzánk csúcscsúcsadatokat. Ezt meg kell értenünk: egy nagyvállalatnak elemei érdeke, hogy a csúcstípusokat az anyacég falain belül tartva dolgozza ki. Más, hosszú távon országépítő stratégiát tanácsolunk e cikkben is. Kiváló embereink odakerülése révén ugyanis elérhető, hogy egyre nagyobb bizalmat építsenek maguk, a „mieink” számára ezen cégek leányvállalatainál. Ha sikeresek leszünk, eljuthatunk odáig, hogy ilyen hazánkfiak akkora tudásra tehetnek szert (mert a már iparrá is vált korszerű tudást ezek a cégek birtokolják), hogy ezek a „*sikereseink*” önállósodva például beszállító cégeket alapíthatnak – persze lehet, hogy csak egy-két évtized múltán. Hogy az anyacéget teljesen lekonkuráló Fairchild-Intel történet – amelynek személyes tanúja lehettem – nálunk is megvalósuljon, az talán túl merész álom. Olyan álom, amire az EU-ban sem tudok példát.

Ehhez azonban valódi versenyben képzett, kiváló, pontos önismerettel, önértékeléssel és nagy-nagy ambícióval rendelkező fiatalokra van szükség, akik haza is tudják hozni a megszerzett tudást, majd képesek *visszavinni a határon túlra* is. Hogy ez programmá érhesen, ahhoz az itthoni környezetnek is alaposan át kell alakulnia. Az újdonság, a versenyképes tudás, a „tudós” befogadása, támogatása terén mutatott hozzáállásnak kell átalakulnia, de ami mentes minden kisebbségi komplexumként értékelhető momentumtól. Büszkéek vagyunk például Jedlik Ányos zsenialitására, arra, hogy elkápráztatta a diákjait a *villámdelejes forgonnyal*, de igazából csak a diákjait – mert a dinamót Werner Siemens nevéhez kapcsolja a világ, sajnos joggal. Egy 1993-as, ébresztő szándékú publicisztikai cikkemben írtam [6]: fontos, hogy Jedlik zsenijét a diákjaink elé példaként állítsuk, az újrászerveződő, az elzártágból kitörő, Európába és a világba integrálódó iparunknak azonban – írhattam volna KKE-ipart is – Siemensekre van, lenne szüksége.

Ma, EU-polgároként, itt a széles, de kemény lehetőség. Vannak, vagyunk sokan, akik hosszú külföldi tartózkodást követően hazajöttünk. Vagyunk sokan, akiknek sikerült kivédeniük, hogy lehúzza őket a helyi konformizmus. Ez sosem volt könnyű, de szerénység dominálta önbizalommal, mértéktartással, az objektív siker birtokában, és

⁵ Pl. a budapesti KFKI-ban egy csapat a Digital Electronics Company, DEC, VAX komputereit másolta, és sorozatban exportálta olyan országokba, ahol a DEC-nek nem volt szabadalmi bejelentése, ami tehát nem volt jogsértő. Jogsértő azért lett, mert a megszerzett szoftvert is vele szállították. A tevékenység azonban 1989-ben, a DEC javaslatára, DEC Hungary néven közös vállalatát szerveződött. Egyébként az intézet kutatói is nagy hasznát látták ennek a tevékenységnek: évente néhány gépet a sikeres kutatóknak juttatott az intézet vezetése. A Tudományos Akadémiának befizetett járulék – emlékeim szerint – a hazai kutatás teljes finanszírozásának 20%-át tette ki!

– ami még nagyon-nagyon fontos! – a külföldről is haza-, visszacsurgó elismerés védernyője mellett mindez elérhető. Miként az is elérhető, hogy eredményeinket el- vagy visszavigyünk a határainkon túlra.

Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Agricola G.: *De re metallica*. Basel, 1556.
<http://www.gutenberg.org/files/38015/38015-h/38015-h.htm>
- [2] Moore G.: *Cramming more components onto integrated circuits*. Electronics, 38/8. (1965).
<http://archive.computerhistory.org/resources/access/text/2017/03/102770822-05-01-acc.pdf>
- [3] Drexler E. K.: *Engines of creation: The coming era of nanotechnology*. Anchor Books, New-York, 1986.
http://e-drexler.com/p/06/00/EOC_Cover.html
- [4] Feynman R. P.: *There's plenty of room at the bottom*. Előadás, American Physical Society, Caltech, Pasadena, 1959. december 29.
Átírata: <http://www.zyvex.com/nanotech/feynman.html> (letöltve: 2018. május 15.)
- [5] Gyulai J.: *Materials science and its importance in middle and central Europe*. In: Physics and industrial development. Bridging the gap. (Chandrasekhar S. (szerk.)), Wiley Eastern Ltd., New Delhi, 1995. 227–232.
- [6] Gyulai J.: *Jedlik vagy Siemens? Új Magyarország*, 3. (1993. június 26.).

Urán-oxid-tartalmú üvegek kémiai stabilitása

Chemical Durability of Uranium Oxide Containing Glasses

Bitay Enikő,¹ Kacsó Irén,² Veress Erzsébet³

¹ Sapiientia Erdélyi Magyar Tudományegyetem, Marosvásárhelyi Kar, Marosvásárhely, Románia, ebitay@ms.sapiientia.ro

² Izotóp és Molekuláris Technológiai Kutatóintézet (INCDTIM), Kolozsvár, Románia, iren.kacso@gmail.com

³ Erdélyi Múzeum-Egyesület, Kolozsvár, Románia, veressrzsabet@gmail.com

Összefoglalás

Nagy aktivitású nukleáris hulladék (HLW) hosszú távú tárolására alkalmas ZrO₂-adalékolt Na-Ba-borosilikát-üvegek korrózióval szembeni ellenállását vizsgáltuk különböző közegekben. Azonos B₂O₃-tartalom mellett a ZrO₂-adalék növelése a vizsgált üvegrendszer hidrolitikus stabilitását jelentősen növeli. A hatás 5 mol % ZrO₂-tartalomnál a legnagyobb, a ZrO₂-tartalom további növelése lényegesen emeli az üvegek kristályosodási hajlamát. Zr-tartalmú nukleáris hulladékok üvegbe tárolásakor figyelembe kell venni, hogy 1M HCl oldatban a ZrO₂-adalékolt borosilikát üvegek korrózióállósága csökken. Kis (1 mol %) ZrO₂-tartalom mellett csökkent korrózióállóságot tapasztalhattunk 1M Na₂CO₃-oldatban is. Szintetikus tengervízben a ZrO₂-adalék hatása elhanyagolható volt. Az UO₃-üvegrácsba való beépülése a hidrolitikus stabilitást jelentősen növeli.

Kulcsszavak: borosilikát-üvegek, HLW hosszú távú tárolás, korrózióállóság.

Abstract

ZrO₂ doped Na-Ba-borosilicate glasses suitable as matrix materials for HLW immobilization were synthesized and corrosion behavior was investigated in different aqueous media. Hydrolytic stability is increased with the doping level until 5 mol%; above this value the glass vitrification tendency is strongly intensified. Unexpectedly, ZrO₂ doping diminished the corrosion stability in 1M HCl solution, and low ZrO₂ content showed a low corrosion resistance in 1M Na₂CO₃ solution also. Doping effect was negligible in case of synthetic seawater. The glass structure is significantly stabilized by the integration of the 30% UO₃ added

Keywords: borosilicate glasses, HLW immobilization, corrosion stability.

1. Bevezető

Az uránüveg, uránium-oxiddal (UO₂, UO₃ vagy U₃O₈) adalékolt oxidüveg piaci megjelenése az 1830-as években történt. Az üvegolvadékhöz kis mennyiségben adott uránium-oxid eleinte csupán színező adalék volt változatos színű, UV sugárzás hatására élénkzöldön fluoreszkáló, egyedi üveg ékszerek, dísz tárgyak és étkezési edények (poharak, palackok) előállításakor (1. ábra), finomkerámia edények, dísz tárgyak zománcában. [1, 2]

Az UV-fluoreszcencia által biztosított kiváló esztétikai hatás adta az 1920–25-ös években

az időtálló, urán-oxid-adalékolt ragyogó fehér fogászati porcelánok kifejlesztésének ötletét (maximális urániumtartalmuk 1960 után 0,05% lehetett, ma már nem használatosak) [3–5].

Az 1930-as évektől a kis mennyiségű uránium-oxid-tartalomnak a szilikátüvegek hidrolitikus stabilitását, illetve a pH-szenzitív membránüvegek elektromos vezetőképességét növelő szerepe miatt az uránüvegek megjelentek az ionszelektív (elsősorban a pH-szenzitív) üvegelektrod-gyártásban, lehetővé téve az első, hosszú élettartamú ipari üvegelektrodok és az in



1. ábra. Szintetikus (üveg) radioaktív ékkövek. Fotó: R. Weldon [2]

vivo mérésekre is alkalmas orvosi biológiai mikroelektrodok előállítását [6–9].

1945-öt követően az atomenergia-ipar fejlődése, a radioaktív anyagok egyéb ipari, mezőgazdasági és gyógyászati felhasználási körének gyorsuló bővülése, nem utolsósorban pedig a nukleáris fegyverkezés növekedő mértéke felvetette, majd akuttá tette a keletkező nukleáris hulladék hosszú távú tárolásának kérdését. Jelenleg a Synroc típusú vegyes oxidok mellett a boroszilikát és Fe-alumínofoszfát üvegek számítanak az elsősorban urán és/vagy plutóniumot, illetve bomlástermékeiket tartalmazó nagy aktivitású radioaktív hulladék (High Level Waste, HLW) környezeti szempontból biztonságos beágyazására legalkalmasabb HLW-tárolóanyagnak [10, 11].

Már az uránüvegek első alkalmazásai esetében fontos követelmény volt az üveg nagy hidrolitikus stabilitása. Idevonatkozó adatok szerint ugyanis az uránüvegből készült poharakból például deionizált vízben átlagosan 0,052 (max. 0,63) $\mu\text{g/L}$ U oldódik ki, híg ecetsavban 5,9 (max. 30,1) $\mu\text{g/L}$, a vizsgált étkezési kerámiaedények urántartalmú zománcából kioldódó U maximális értéke pedig 300 000 $\mu\text{g/L}$ [12].

Érthető tehát, hogy az 1970-es évek után az uránvegyületek kereskedelmi jelentőségű polgári alkalmazásai az uránium radioaktív sugárzásának potenciális egészségkárosító hatása miatt egyre inkább visszaszorultak. Az uránüvegek stabilitásának vizsgálata azonban ma talán még nagyobb jelentőségű, hiszen az atomenergia-iparból és az atomfegyverek megsemmisítéséből egyre több, hosszú távra elszigetelendő, eltárolandó HLW származik.

1.1. Urán-oxid-tartalmú HLW-tároló üvegtípusok

Az első generációs HLW-tárolóüvegek gyakorlati szempontból legfontosabb jellemzői az adott körülmények közötti üvegtípusok tartományuk,

korrozíós viselkedésük, termikus stabilitásuk, devitrifikációs hajlamuk, mechanikai teljesítményük, sugárállóságuk. Figyelembe kell venni ugyanakkor a gazdasági szempontokat (a felmerülő költségeket) is.

1.1.1. Boroszilikátüvegek [13–15]

Az előbbi szempontok szerint máig a boroszilikátüvegek a legjobb nukleáris tárolóanyagok. Alapösszetételük általában Na-boroszilikát. További rácsképző és rácsmódosító oxidok (Al_2O_3 , Li_2O , CaO , BaO , ZnO , ZrO_2 stb.) adagolásával összetételük könnyen módosítható, tulajdonságaik optimalizálása viszonylag egyszerű. Nagy aktinoidamennyiséget (U, Pu) képesek a szerkezetükbe építeni, alkalmasak a nukleáris hulladék széles skálájának gyors feloldására.

Az üveges szerkezetet az összetétel tág határai között megtartják, kémiai (hidrolitikus), termikus és (mind a külső, mind a belső, saját) radioaktív sugárzással szembeni stabilitásuk kiváló.

1.1.2. Foszfátüvegek [16]

A HLW-immobilizálás szempontjából második legfontosabb üvegcsalád számos tulajdonságban különbözik a boroszilikátüvegektől.

Termikusan kevésbé stabilak, mint boroszilikát megfelelőik, a vas-oxid-tartalmú foszfátüvegeket kivéve kémiai tartósságuk sokkal gyengébb, főleg vizes közegben. Olvasztási hőmérsékletük és az olvadék viszkozitása kisebb, de olvadékuk a szilikátokénál sokkal korrozívabb (erősen korlátozzák az olvasztó élettartamát).

Az újabb fejlesztésű Na-Al-foszfát üvegek kémiai tartóssága már megfelelő: az alumínofoszfát-HLW és a boroszilikát-HLW kilúgozási aránya közel azonos. Valós hosszú távú tárolási körülmények között végzett korrozíós tesztek során 28 nap elteltével a kimosódott radioaktív nuklidok átlagos normalizált mennyisége boroszilikát-HLW esetében napi $0,3 \cdot 10^{-6} \text{ g/cm}^2$ Cs és $0,2 \cdot 10^{-6} \text{ g/cm}^2$ Sr volt, alumínofoszfát-HLW esetében pedig $1,1 \cdot 10^{-6} \text{ g/cm}^2$ Cs és $0,4 \cdot 10^{-6} \text{ g/cm}^2$ Sr [11]. Termikus stabilitásuk azonban eléggé kicsi; kristályosodás esetén és 100 °C fölött hidrolitikus stabilitásuk jelentősen csökken, az átmeneti tározókban pedig a hőmérséklet könnyen meghaladhatja ezt az értéket; olvadékuk nagyon korrozív.

A legújabb fejlesztésű Pb-Fe-foszfát üvegek üvegtípusok tulajdonságai sem érik még el a boroszilikátokét, de már jobbak, termikus stabilitásuk elfogadható, kémiai tartósságuk jó. Az új foszfátolvadékok kevésbé korrozívak, a boroszilikátokénál 100–250 °C-kal kisebb hőmérsékleten

olvaszthatók (800-1000 °C), a HLW teljes feloldásához azonban bizonyítottan legalább 1000 °C szükséges.

A Fe_2O_3 -tartalom növelésével és a PbO -tartalom csökkentésével, CaO -adalékolással a kémiai stabilitás növelhető, különösen sóoldatokban.

1.1.3. Ritkaföldfém-oxid üvegek [17, 18]

Az 1930-as években optikai üveggé kifejlesztett Löffler-üveg összetétele 10-70% lantanoida-oxid, 9-20% Al_2O_3 , a fennmaradó rész SiO_2 . A lantanoida-borosilikát-üvegek a Löffler-üveg továbbfejlesztésének tekinthetők. Az U, Pu és Am viszonylag nagy oldékonysága a Löffler-típusú lantanoida-borosilikát üvegeket alkalmas befogadókká teszi ezeknek az elemeknek az ártalmatlanítására, gyakorlati jelentőségük azonban ez idő szerint nincs

1.1.4. Aluminosilikátüvegek [19, 20]

Az aluminosilikátüvegek megfelelő HLW-tárolóanyagok lehet(né)nek (képesek 20 V/V% UO_2 befogadására). Hátrányuk, hogy olvasztási hőmérsékletük nagyobb a borosilikát összetételekénél, és könnyen kristályosodnak.

Mivel azonban az utóbbi években előállított és vizsgált aluminosilikátüvegek olvasztási hőmérséklete már kisebb és olvadáskuk viszkozitása is kisebb, távolilag a borosilikátüvegek után ezek lehetnek az eddigiekhez képest lényegesen meg-növekedett tartósságot biztosító, második generációs nukleáris hulladéktárolóanyag-család.

1.1.5. Szinterüvegek [21]

A nagy SiO_2 -tartalmú (kvarc)üvegek előállításához kapcsolódó gyakorlati problémák miatt újabban kutatják a szinterelés útján való előállításuk lehetőségét. Szinterelés használatával az előállítási és feldolgozási hőmérséklet több száz fokkal csökkenthető, ezáltal nem csak jelentős energiamegtakarítás érhető el, hanem minimálisra csökkenthetne, esetleg teljesen kiküszöbölhető lehetne az illékony hasadási termékek (elsősorban a Cs, Ru, Mo és Tc) párolgási vesztesége is.

Mikroszerkezeti vizsgálatok szerint, bár a Cs és Ba diffúziója és a Ce, Nd és Zr kémiai reakciója kimutatható, a hulladék nagy részének beépülése a szinterüveg szerkezetébe zárványképződés, nem beleoldódás útján történik.

A jelen dolgozat egyes, nukleáris hulladék tárolására alkalmas nátrium-borosilikát üvegek kémiai stabilitásának vizsgálata során nyert eredményeinket mutatja be.

2. Az üvegek előállítása, jellemzése

2.1. Előállítás

A mátrixüvegeket azonos körülmények között, hagyományos olvasztással-dermesztéssel állítottuk elő, utólagos hőkezelésnek nem vetettük alá. A finomra porított, vízmentes, analitikai tisztaságú oxidok, karbonátok és bórsav $\pm 0,001$ g pontossággal bemért kiinduló keverékét zárt rendszerben homogenizáltuk, majd levegő jelenlétében, platinakeverővel végzett ismételt keverés mellett, platinatégelyben olvasztottuk. A szintézis menetét az olvadákból vett cseppmintákkal követtük, végül a homogén olvadékokat rozsdamentes acéllemezre öntve dermesztettük.

Az 1. táblázat a mátrixüvegek kiinduló összetételét foglalja össze.

Minden esetben elkészítettük az üveg 70% mátrix + 30% UO_3 (9 mol % UO_3 -tartalmú) változatát is.

1. táblázat. A mátrixüvegek összetétele

Üveg	Oxidok mennyisége (mol %)				
	SiO_2	B_2O_3	Na_2O	BaO	ZrO_2
B05Ba	65,00	5,00	25,00	5,00	
B05BaZr1	64,00	5,00	25,00	5,00	1,00
B05BaZr2	63,00	5,00	25,00	5,00	2,00
B05BaZr3	62,00	5,00	25,00	5,00	3,00
B05BaZr4	61,00	5,00	25,00	5,00	4,00
B05BaZr5	60,00	5,00	25,00	5,00	5,00
B10Ba	60,00	10,00	25,00	5,00	
B10BaZr5	57,14	9,52	23,80	4,76	4,76
B15Ba	55,00	15,00	25,00	5,00	

2.2. Az üvegek vizsgálata, eredmények

2.2.1. Borosilikátüvegek hidrolízise

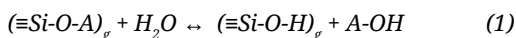
A borosilikátüvegek csak helyi rendezettségű atomráccsal rendelkező szilárd elektrolitok. A rácselemeket Si-, B- és O-atomok alkotják, nagyrészt $[\text{SiO}_{4/2}]$ és $[\text{BO}_{3/2}]$ töltés nélküli csoportokba, illetve $\equiv\text{SiO}^-$ és/vagy $[\equiv\text{SiOB}\equiv]^-$ anioncsoportokba rendeződve. Az anioncsoportok töltését a közeliükben levő, ionkötéssel kapcsolódó, kisebb-nagyobb mobilitású alkálifém- és alkáliföldfém-kationok egyenlítik ki. Az üvegfelület tömörnek tekinthető, csak nagyon kis mértékben engedi behatolni a vele érintkező vizes oldatból a H^+ -ionokat (a kvarcüvegben például a szennyező Na^+ -ionok mobilitása 104-szer nagyobb a H^+ (H_3O^+)-ionokénál) [22].

Baucke [23] a pH-üvegelektrod potenciálképző mechanizmusát vizsgálva szilikátüvegekre a következő, boroszilikátüvegekre is érvényes hipotéziseket fogalmazta meg:

- A vizes elektrolitoldatba merített üvegben található kationokra hat a koncentrációgradiens és az ebből következő potenciálgradiens.
- Az üveg felületén levő $[\text{SiO}]^-$ vagy $[\text{SiOB}]^-$ típusú anionos csoportok egyszerre tartoznak az üvegfázishoz, amelyben kémiaiilag kötöttek, és a vizes elektrolitoldat fázishoz, amellyel az üveg érintkezik. A fenti anionos csoportok az elektrolitoldatban levő ionokkal egyensúlyi reakciókba lépnek.
- Az egyensúlyi reakciók következtében előbb hidratálódik az üvegfelület, majd ezt követi a szilikát- vagy boroszilikátrács hidrolízise (az üveg korróziója).

Vizes elektrolitoldatban tehát a határfelületi folyamatok következtében a boroszilikátüveg felületi rétege megduzzad (hidratálódik), majd oldódni kezd (korrodálódik, hidrolizál).

A korrózió sebességét és mértékét két alapfolyamat határozza meg: a diffúzió által kontrollált ioncsere-reakció [24, 25]



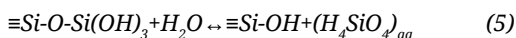
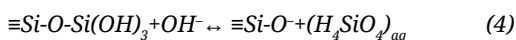
(A – tetszőleges alkálifém-kation)

és a szilikátrács hidrolízise:



Az ioncsere-reakció sebességét az interdiffúziós folyamat pH-függő D_A effektív diffúziós koefficiense és az Arrhenius-típusú, hőmérsékletfüggést mutató E_A^d aktiválási energia határozza meg (a kimosódást lehetővé tevő aktiválási energia tipikusan $\approx 30\text{--}145\text{ kJ/mol}$).

Az alkáli komponens(ek) ioncsere-reakció során bekövetkező szelektív kioldása és hidratált protonokra (H_3O^+) cserélődése az üveg felületén alkálszegény hidratált réteget hoz létre. Az ezt követő hidrolízis során a hidratált felület melletti hidroxilionok ortokovaszav (H_4SiO_4) végtermékké reagálnak a szilikátrácsal, amely folyamat végül az üvegrács teljes oldódásához vezet:



2.2.2. A hidrolitikus stabilitás vizsgálata

A mátrixüvegek és 30% UO_3 -tartalmú megfelelő korrózióállóságát desztillált vízben, savas közegben, lúgos közegben és a tengervíz sótartal-

mának megfelelő sóoldatban határoztuk meg. Az alkalmazott mérési módszer a vízzel szembeni ellenállás vizsgálata esetében az ISO 719 szabvány szerint történt, a többi esetben ezt a módszert módosítva jártunk el.

2.2.2.1. Kísérleti körülmények

Az ismert szemcseméretű üvegdaramintákat kimérés előtt az ISO 719 szabványban előírt eljárásnak megfelelően előbb bidesztillált vízzel, ezt követően p.a. tisztaságú etilalkohollal mostuk, majd szárítottuk. A korrodáló közeg bidesztillált víz, illetve p.a. tisztaságú reagensekből bidesztillált vízben készített 1M HCl, 1M Na_2CO_3 , továbbá a 2. táblázatban megadott összetételű szintetikus tengervíz volt.

A statikus korróziós kísérletekhez az alábbi szemcseméretű, Retsch laboratóriumi szitákon átszitált üvegdara-frakciókat használtuk:

– bidesztillált víz esetében:	0,3–0,5 mm
– 0,1 N HCl-oldathoz:	0,5–1,0 mm
– 0,1 N Na_2CO_3 -oldathoz:	1,0–1,5 mm
– szintetikus tengervízhez:	1,0–1,5 mm

A megfelelő szemcseméretű üvegdara-frakcióból 25 cm³ térfogatú mérőlombikba 0,0001 g pontossággal 0,5 $\pm$ 0,05 g tömegű mintákat mértünk be, majd a lombikot a korrodáló oldattal jelre töltöttük. A feltöltött mérőlombikokat kétórányt termosztátban 98 °C-on tartottuk, majd jelretöltés után az oldatokat dekantáltuk. A továbbiakban a méréseket ezeken az oldatokon végeztük.

Mivel az üvegek víztől különböző korróziós közegekben való oldódására vonatkozó tömegvesztés meghatározást (savállóság: ISO 1776, lúg- és sóállóság: ISO 695) a korlátozott mennyiségben rendelkezésre álló üvegminták nem tették lehetővé, alternatív módszert, a kioldódott elemek induktív csatolású plazma atomemissziós spektrometriás (ICP-AES) meghatározását alkalmaztuk. A módszer helyességének ellenőrzésére a hidrolitikus ellenállásméréseket is megismételtük ICP-AES spektrometriás módszerrel.

2.2.2.2. Az ISO 719 titrálási eljárás

A forróvízes extrakciónak alávetett üvegdara szobahőmérsékletre hűtött, dekantált főzetét potenciometriásan titráltuk 0,01N HCl-oldattal, pH üvegelektrod és Ag/AgCl referenciaelektrod jelenlétében (mérési pontosság: 0,1%). A korrózióállóságot az extrakció során 1 g üvegdarából kioldódott Na_2O μg -ban kifejezett mennyisége, illetve a 25 mL titrálendő oldatra számolt V titráló oldat mL-ben kifejezett fogyasztása jellemzi (3. táblázat).

2. táblázat. Szintetikus tengervíz [26]

Komponens	Oldott anyag (g/L)
NaCl	23,9985
Na ₂ SO ₄	4,0111
KCl	0,6986
NaHCO ₃	0,1722
KBr	0,1000
H ₃ BO ₃	0,0254
NaF	0,0029
MgCl ₂	5,0290
CaCl ₂	1,1409
SrCl ₂	0,0143

3. táblázat. Az üvegek hidrolitikus stabilitás szerinti osztályozása (ISO 719)

V 0,01M HCl mL	Na ₂ O µg	Hidrolitikus osztály
≤ 0,1	≤ 31	1
0,1–0,2	31–62	2
0,2–0,85	62–264	3
0,85–2,0	264–620	4
2,0–3,5	620–1085	5
≥ 3,5	≥ 1085	> 5

2.2.2.3. ICP-AES meghatározások

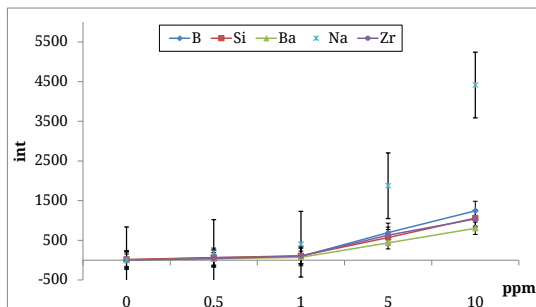
Az ICP-AES méréseket Jobin-Yvon 24 típusú szekvenciális ICP-AES berendezéssel, 45-ös tisztaságú (99,995%) argon plazmában végeztük, elemenként három-három párhuzamos mintán, a **4. táblázat**ban megadott spektrumvonalakon.

Ötpontos, mátrixazonos multielemkalibrációt alkalmaztunk (szórás: 1-2%). A standardok koncentrációsintje a vizes extraktumok esetében minden elemre nézve 0,0; 0,5; 1,0; 5,0 és 10,0 ppm volt (**2. ábra**).

A bidesztillált vizes és savas kalibrálóoldatok közege hasonló volt a mérendő mintákéhoz. Mivel hígítatlan állapotban a tengervizes és lúgos standardokból a mérendő fémek egy része kicsapódott, a kalibrációs oldatokat és a mérendő mintákat ez esetben 1:10 arányban hígítottuk bidesztillált vízzel.

4. táblázat. Az ICP-AES meghatározásokhoz használt spektrumvonalak

Mért elem	Ba	B	Si	Na	Zr
λ (nm)	233,527	208,959	212,412	588,995	257,139

**2. ábra.** ICP-AES kalibráció vizes közegben**2.2.3. Eredmények**

Az előállított boroszilikátüvegeket a következő oxidrendszerből származtattuk: 65SiO₂·5B₂O₃·5BaO·25Na₂O [mol %].

Az üvegek két csoportba rendezhetők:

a) B05Ba (alap); B05BaZr1.....B05Ba5Zr5;

b) B05Ba (alap); B05Ba, B10Ba, B15Ba; ide soroltuk az optimálisnak bizonyult ZrO₂-adalekolt B10BaZr változatot is.

2.2.3.1. Titrálós eljárás (ISO 719)

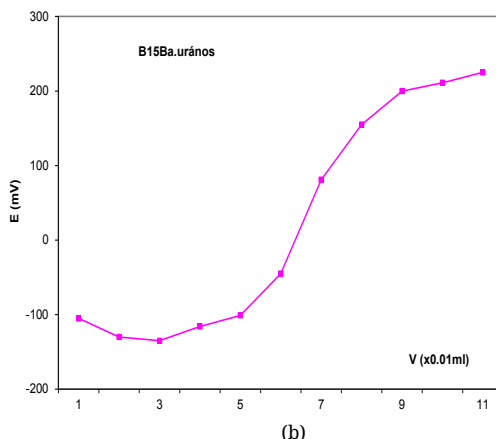
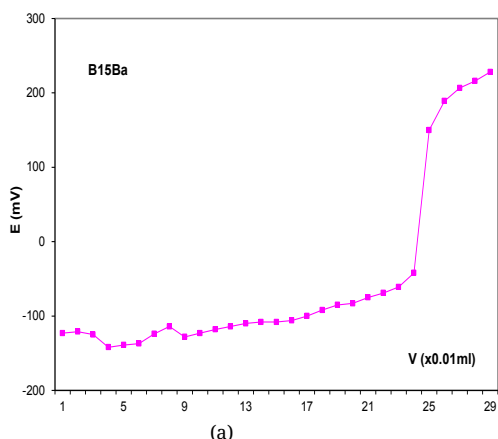
Az ISO 719 szabványnak megfelelő hidrolitikus stabilitási vizsgálatot csak a (b) csoportba tartozó üvegeken és UO₃-adalekolt megfelelőiken végeztük el, a titrálást az egyes extraktiókból vett három-három 5 mL térfogatú mintán megismételve.

A várakozásnak megfelelően, azonos B₂O₃-tartalom esetében a Ba-boroszilikát üvegrendszer hidrolitikus stabilitása ZrO₂-adalek hatására nő.

Ugyanakkor az is megállapítható (**3. ábra**, **5. táblázat**), hogy a vizsgált boroszilikát rendszer esetében az UO₃ üvegrácsba való beépülése [27, 28] a korrózióállóságot jelentősen növeli.

2.2.3.2. ICP-AES meghatározások

Az (a) mátrixüveg csoport savas és lúgos oldatokkal, valamint közepes töménységű sóoldatokkal (szintetikus tengervízzel) szembeni kémiai ellenállására kapott ICP-AES eredményeket a **6. táblázat**ban foglaltuk össze. A táblázat a forró (98 °C) bidesztillált vízben, illetve a korróziós vizsgálat során alkalmazott többi oldatban végzett statikus teszt körülményei között kioldódott teljes fémion-koncentráció értékeket tartalmazza, adatokat szolgáltatva a ZrO₂-adalek 5 mol %-ig növelt mennyiségének az alapösszetételű üveg kémiai stabilitására gyakorolt hatására. Az eredmények szerint a B05Ba alapüveg esetében a rács szerkezetbe épülő ZrO₂ [29, 30] korróziós viselkedést módosító hatása csak 2 mol % fölött, és nem teljesen egyértelműen nyilvánul meg.



3. ábra. B15Ba (a) és (70%) B15Ba-(30%) UO_3 (b) extrakciójának titrálása

3. Következtetések

A Ba-boroszilikát üvegek hidrolitikus stabilitása a B_2O_3 -tartalmat 10 mol %-ig növelve nő, majd csökken.

Azonos B_2O_3 -tartalom mellett a ZrO_2 -adalék a hidrolitikus stabilitást növeli. A stabilizáló hatás 5 mol %-nál tetőzik, a további ZrO_2 -adagolás lényegesen emeli az üvegek kristályosodási hajlamát.

5. táblázat. A hidrolitikus stabilitás változása az UO_3 -beépülés következtében

Üveg	Hidrolitikus stabilitás (0,01N HCl fogyasztás, mL)		Sűrűség (g/cm ³)	
	Mátrix	Urános	Mátrix	Urános
B05Ba	2,25		1,857	
B10Ba	4,50	0,44	2,014	2,183
B10BaZr	2,87	0,14	2,307	2,484
B15Ba	2,35	0,56	2,208	2,424

6. táblázat. A kioldódott anyag normalizált össz-mennyisége a ZrO_2 -beépülés és a korrozív közeg függvényében

Mátrixüveg	Kioldott oxidmennyiség µg/g üveg			
	H ₂ O	0,1N HCl	Na ₂ CO ₃	Tengervíz
B05Ba	8,88	1,99	3,37	0,69
B05BaZr1	30,15	29,67	9,92	0,42
B05BaZr2	27,66	24,67	2,33	0,31
B05BaZr3	19,98	18,63	3,55	0,47
B05BaZr4	14,93	14,93	5,83	0,36
B05BaZr5	10,91	13,39	2,93	0,42

Zr-tartalmú nukleáris hulladék üvegbe tárolásakor figyelembe kell venni, hogy savas közegben a ZrO_2 -tartalmú boroszilikátüvegek korrózióállósága csökken.

Az UO_3 üvegrácsba való beépülése a hidrolitikus stabilitást jelentősen növeli.

Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Skelcher B. W.: *The big book of vaseline glass*. Schiffer Publishing Ltd., 2002.
- [2] Nassau K., Lewand E. A.: *Mildly radioactive rhinestones and synthetic spinel-and-glass triplets*. *Gems & Gemology*, 25/4. (1989) 232–235. <https://www.gia.edu/gems-gemology/winter-1989-radioactive-synthetic-spinel>
- [3] El-Meliegy E., van Noort R.: *Development of colour and fluorescence in medical glass ceramics*. In: *Glasses and glass ceramics for medical applications*. Springer, New York, NY, 2011. 149–164. <https://doi.org/10.1007/978-1-4614-1228-1>
- [4] Thompson D. L.: *Uranium in dental porcelain*. U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Public Health Service, Food and Drug Administration, Bureau of Radiological Health, Rockville, MD, 1976. <https://www.nrc.gov/docs/ML0322/ML032230109.pdf>
- [5] Ceylan G., Köprülü H., Kurt M., Basoglu T., Güler A. U., Yapici O.: *Uranium in dental porcelain*. *Atatürk Üniversitesi Dis Hekimligi Fakültesi Dergisi*, 13/3–14/1. (2003-2004) 18–22. <http://dergipark.gov.tr/download/article-file/27627>
- [6] Trietley H. L.: *Electrochemical transducers*. In *Transducers in mechanical and electronic design*. CRC Press Marcel Dekker, 1986. 162–175.
- [7] Pradel A., Saint Aman E.: *Potentiometric sensors (Ions and dissolved gases)*. In: *Chemical and biological microsensors. Applications in liquid me-*

- dia (Szerk.: Fabry P., Fouletier J.), Wiley Online Library, 2013. 81–113.
<https://doi.org/10.1002/9781118603871.ch4>
- [8] Koryta J.: *Ion-selective electrodes*. Annual review of materials science, 16/1. (1986) 13–27.
<https://doi.org/10.1146/annurev.ms.16.080186.000305>
- [9] Kurzweil P.: *Metal oxides and ion-exchanging surfaces as pH sensors in liquids. State-of-the-art and outlook*. Sensors, 9/6. (2009) 4955–4985.
<https://doi.org/10.3390/s90604955>
- [10] Donald I. W., Metcalfe B. L., Taylor R. N. J.: *The immobilization of high level radioactive wastes using ceramics and glasses*. Journal of Materials Science, 32/22. (1997) 5851–5887.
<https://doi.org/10.1023/A:1018646507438>
- [11] Ojovan M. I., Lee W. E.: *Glassy wasteforms for nuclear waste immobilization*. Metallurgical and Materials Transactions A, 42/4. (2011) 837–851.
<https://doi.org/10.1007/s11661-010-0525-7>
- [12] Landa E. R., Councell T. B.: *Leaching of uranium from glass and ceramic foodware and decorative items*. Health Physics, 63/3. (1992) 343–348.
<https://doi.org/10.1097/00004032-199209000-00012>
- [13] Hench L. L., Clark D. E., Campbell J.: *High level waste immobilization forms*. Nuclear and Chemical Waste Management, 5/2. (1984) 149–173.
[https://doi.org/10.1016/0191-815X\(84\)90045-7](https://doi.org/10.1016/0191-815X(84)90045-7)
- [14] Plodinec M. J.: *Borosilicate glasses for nuclear waste immobilisation*. Glass Technology, 41/6. (2000) 186–192.
<https://www.ingentaconnect.com/content/sgt/gt/2000/00000041/00000006/4106186>
- [15] Sengupta P., Kaushik C. P., Dey G. K.: *Immobilization of high level nuclear wastes. The indian scenario*. In: On a sustainable future of the earth's natural resources. (Szerk.: Ramkumar M.), Springer Earth System Sciences, Springer, Berlin, Heidelberg, 2013. 25–51.
https://doi.org/10.1007/978-3-642-32917-3_2
- [16] Ray D. E., Ray C. S.: *A review of iron phosphate glasses and recommendations for vitrifying Hanford waste* (No. INL/EXT-13-30839). Idaho National Laboratory, Idaho Falls, 2013.
<https://inldigitallibrary.inl.gov/sites/sti/sti/6013244.pdf> (letöltve: 2018. május 15.)
- [17] Plodinec M. J.: *Development of glass compositions for immobilization of Savannah river plant waste*. In: Scientific basis for nuclear waste management (Szerk.: McCarthy G.J.), Springer, 1979. 31–35.
<https://www.osti.gov/servlets/purl/6227870>
- [18] Wicks G. G., McKibben J. M., Plodinec M. J., Ramsey W. G.: *SRS vitrification studies in support of the US program for disposition of excess plutonium*. In: Disposal of weapon plutonium—Approaches and prospects. NATO Advanced Science Institute Series, Subseries, 1, (Szerk.: Merz E. R., Walter C. E.), Kluwer Academic Publishers, Dordrecht/Boston/London, 1996. 143–154.
- [19] Tan S., Ojovan M. I., Hyatt N. C., Hand R. J.: *MoO₃ incorporation in magnesium aluminosilicate glasses*. Journal of Nuclear Materials, 458. (2015) 335–342.
<https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2014.11.069>
- [20] Ahmadzadeh M., Marcial J., McCloy J.: *Crystallization of ironcontaining sodium aluminosilicate glasses in the NaAlSiO₄–NaFeSiO₄ join*. Journal of Geophysical Research: Solid Earth, 122/4. (2017) 2504–2524.
<https://doi.org/10.1002/2016JB013661>
- [21] Woignier T., Primera J., Reynes J.: *Nanoporous glasses for nuclear waste containment*. Journal of Nanomaterials, 2016. (2016) 1–10.
<https://doi.org/10.1155/2016/4043632>
- [22] Doremus R.H.: *Diffusion of reactive molecules in solids and melts*. Wiley, 2002.
- [23] Baucke F. G. K.: *The origin of the glass electrode response*. In: Glass... Current Issues (Szerk.: Wright A.F., Dupuy J.) NATO ASI Series (Series E: Applied Sciences), 92. Springer, Dordrecht, 1985. 481–505.
https://doi.org/10.1007/978-94-009-5107-5_40
- [24] Veress E., Hopârtean E., Savici C., Bokor A.: *Sticle electrodice de pH. I. Elaborarea și caracterizarea fizică a unor sticle litice*. Revista de Chimie, (București), 38. (1987) 495–499.
- [25] Moimas L., De Rosa G., Sergo V., Schmid C.: *Bioactive porous scaffolds for tissue engineering applications: Investigation on the degradation process by Raman spectroscopy and scanning electron microscopy*. Journal of Applied Biomaterials and Biomechanics, 4/2. (2006) 102–109.
<https://doi.org/10.1177/228080000600400205>
- [26] Millero F. J.: *Chemical oceanography*, CRC Press, 1996.
- [27] Collier N., Harrison M., Brogden M., Hanson B.: *Release of uranium from candidate wasteforms*. Mineralogical Magazine, 76/8. (2012) 2939–2948.
<https://doi.org/10.1180/minmag.2012.076.8.09>
- [28] Fábrián M., Sváb E., Zimmermann M.: *Structure study of new uranium loaded borosilicate glasses*. Journal of Non-Crystalline Solids, 380. (2013) 71–77.
<https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2013.09.004>
- [29] Calas G., Galois L., Cormier L., Ferlat G., Lelong G.: *The structural properties of cations in nuclear glasses*. Procedia Materials Science, 7. (2014) 23–31.
<https://doi.org/10.1016/j.mspro.2014.10.005>
- [30] Hopf J., Kerisit S. N., Angeli F., Charpentier T., Icenhower J. P., McGrail B. P., Windisch C. F., Burton S. D., Pierce E. M.: *Glass–water interaction: Effect of high-valence cations on glass structure and chemical durability*. Geochimica et Cosmochimica Acta, 181. (2016) 54–71.
<https://doi.org/10.1016/j.gca.2016.02.023>

Új módszer a kompoziterősítő kerámiaszálak áthúzhatóságának meghatározására

A New Method for Determining the Pullability of Composite Reinforcing Ceramic Fibres

Dobránszky János,¹ Bitay Enikő²

¹ MTA–BME Kompozittechnológiai Kutatócsoport, Budapest, Magyarország; Dobranszky.Janos@eik.bme.hu

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

Összefoglalás

Az alumíniummátrixú kompozithuzalok előállításának egyedi módszere a Blücher-eljárás, vagyis a folyamatos, gáznyomásos infiltráció. Az eljárás alapvető fontosságú feltétele az, hogy az erősítőszálak kötegeit minél kisebb károsodással lehessen áthúzni a gáznyomásos rendszer kapuin. A cikk egy új vizsgálati eljárást ismertet, amely arra alkalmas, hogy a kerámiaszálaknak ezt a funkcionális tulajdonságát – az áthúzhatóságot – összehasonlításra alkalmas módon, számszerűen is jellemezze.

Kulcsszavak: fémmátrixú kompozit, erősítőszál, folyamatos nyomásos infiltráció.

Abstract

A unique method for producing aluminum matrix composite wires is the Blücher process, i.e. continuous gas-pressure infiltration. An essential condition of the process is that the fibre roving of the reinforcing fibres can be pulled across the orifices of the gas-pressure system with the least damage. The article describes a new test procedure that is capable of characterizing this essential functional property of the ceramic reinforcing fibres in a manner comparable and quantitative.

Keywords: metal matrix composite, reinforcing fibre, continuous gas-pressure infiltration

1. Bevezetés

A villamos távvezetési sodronyokban az acél-mag helyett kompozitmagot alkalmaznak a 2000-es évek elejétől. Ezek előnye a kisebb hőátadási együttható és a nagyobb fajlagos szilárdság. A kompozitmagos villamos távvezetékek a nagy hőmérsékletre melegedve is kis belógású vezetékek körében nyertek teret. A kompozitmagos távvezetékek vezető típusa az ún. ACCC-kábel. A kis belógású kábelek másik fontos típusában (jele: ACCR) az acél maghuzalokat alumíniummátrixú, kerámiaszállal erősített kompozithuzalok helyettesítik. Ennek a megengedhető maximális hőmérséklete felülmúlja az ACCC-kábelekét. Az alumíniummátrixú kompozithuzalok gyártására valójában csak két megoldás bizonyult sikeres-

nek: a folyamatos, nyomásos infiltráció, azaz a Blücher-eljárás [1] és az ipari méretekben is alkalmazott, ultrahanggal segített infiltráció [2]. A Blücher-eljárás kulcsfontosságú műveleteként az erősítőszálakat át kell húzni az olvadékot tartalmazó, gáznyomásos rendszeren [3].

Az erősítőszálak áthúzhatósága mint funkcionális tulajdonság eddig nem volt ismert. Ennek az oka, hogy folyamatos, gáznyomásos infiltrációval csak a Blücher-eljárás képes kompozithuzalok előállítására, és az ezt az eljárást alkalmazó kutatások tudomásul vették, hogy az erősítőszálak egyes fajtái nem alkalmazhatók. Csaknem 15 éven át nem sikerült megismételni a szénszál erősítésű kompozithuzalok gyártásának sikeres kísérletsorozatát [4], és a tisztán alumínium-oxid

kerámiaszálakra (Nextel 610) is úgy tekintettünk, hogy nem alkalmasak a folyamatos nyomásos infiltrálásra.

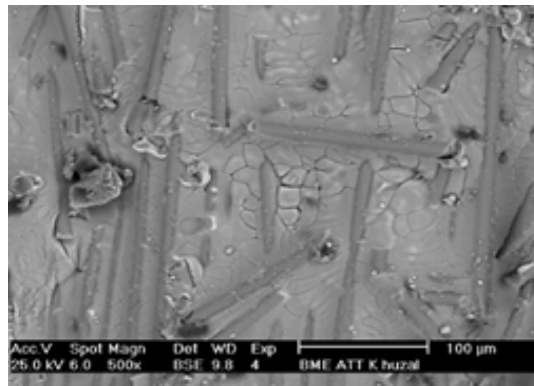
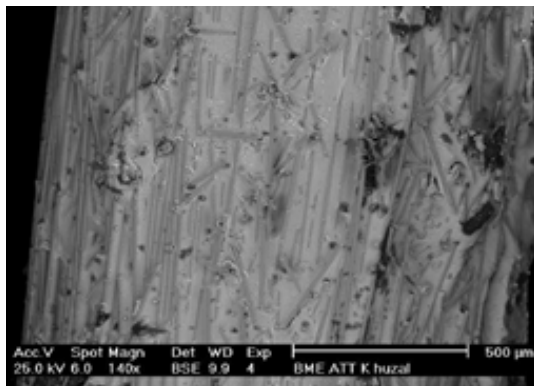
Az áthúzhatóság, mint a szálakkal szembeni követelmény, akkor kapott fontosságot, amikor belekezdünk a Dialed szénszál és a CeraFib 99 kerámiaszál kompozithuzal-erősítőanyagként való alkalmazhatóságának kutatásába. A cikkben az erősítőszálak áthúzhatóságának meghatározására kidolgozott módszert ismertetjük.

2. A kompozithuzal erősítőszálai

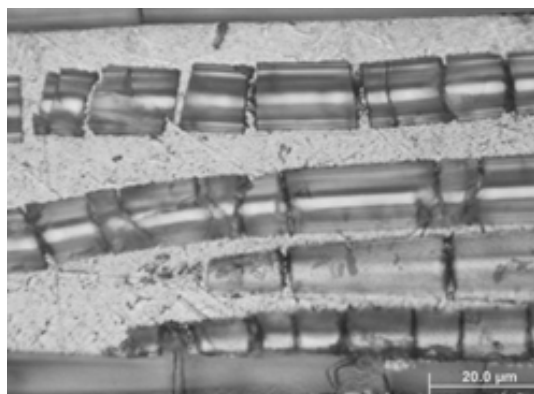
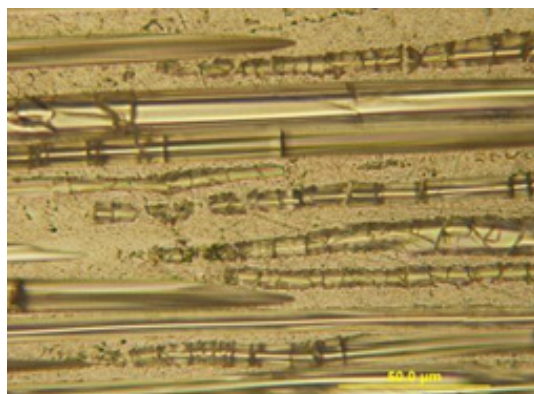
Azokat – és csak azokat – az anyagokat nevezzük fémmátrixú kompozitoknak, amelyekben az erősítőanyag és a fémes mátrix a teljes gyártási folyamat során elkülönül [5, 6]. Egybevág ezzel Ashby meghatározása: a kompozitok – vagyis az össze- (egymáshoz) tett anyagok – két, önmagában is szilárd anyag társításával jönnek létre, és ha az összetartó anyag fémes, akkor fémmátrixú kompozitról beszélünk [7].

Az alumíniummátrixú kompozithuzalok folyamatos infiltrációval történő gyártása során a szálköteget teljes keresztmetszetben át kell itatni (infiltrálni) a megolvasztott fémmeel [8]. A spontán infiltráció feltételeinek kialakítására irányuló kutatások [9] a gyakorlati alkalmazhatóság szempontjából sikertelenek voltak, és bár több ezer méter kompozithuzal készült a laboratóriumi be rendezésen, az ipari alkalmazásig a Blücher-eljárás sem jutott el; ez csak a jóval lassabb, ultrahangos eljárásnak [2] sikerült.

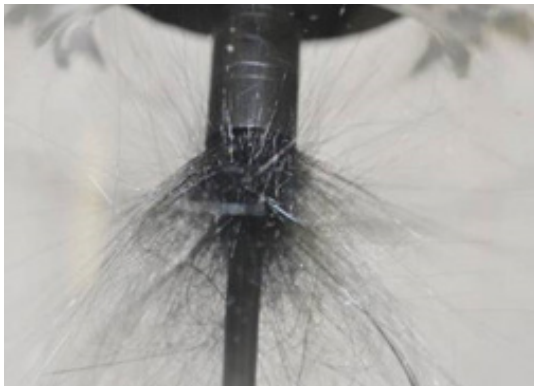
Az alumíniummátrixú kompozithuzalok gyártása a Blücher-eljárással egy különleges, három elemből álló kapurendszeren való áthúzással valósul meg. A kapuk átmérője gondosan illeszkedik a szénszálköteg és a gyártandó kompozithuzal átmérőjéhez. Az erősítőszálak kötege a bemeneti kapun érkezik a nyomás alatt lévő és az olvadékok is tartalmazó kamrába, és itt kezdődik el az átítatódásuk az olvadt fémmeel.



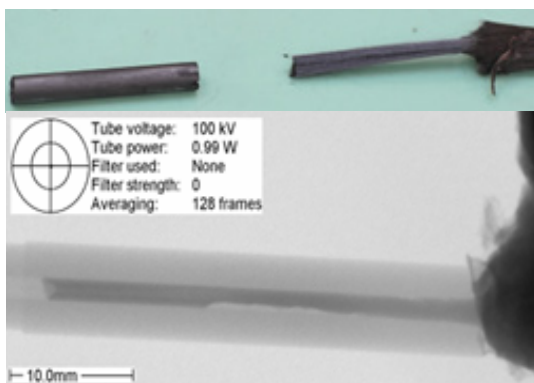
1. ábra. Alumíniummátrixú kompozithuzal felületének teljes szélessége (fent) és egy részlete (lent); jól látható, miként töredezték össze a felületre került szálak



2. ábra. A kompozithuzal belsejében végbement szálszakadás a huzal hosszmetzeti csiszolatán optikai mikroszkópi képen



3. ábra. A szénszálköteg bolyhozódása a grafitból készült bemeneti kapu bejáratánál



4. ábra. A kapuba beszakadt szénszálköteg optikai és röntgenmikroszkópi képe



5. ábra. A bemeneti kapuba befűzött, áthúzásra előkészített CeraFib 99 szálköteg

Az áthúzás közben a szálköteg összepréselődik a bemeneti kapu bejáratánál, a kapu falával érintkező elemi szálak erősen súrlódnak a falhoz, és a köteg belsejében lévő szálak között is kialakulhatnak különféle mechanikai hatások, amelyek a szálak töredezését vonják maguk után (**1. ábra**).

A tapasztalat szerint még a jól kezelhető oxidkerámia szálkötegek elemi szálai is töredeznek belül (**2. ábra**). A szálköteg bolyhozódik, eltömíti a kapu bejáratát (**3. ábra**), s végül kitépi a kaput a helyéről vagy elszakad. A **3. ábrán** Dialed K63712 szénszálköteg áthúzásakor, a bevonat leégetése után, az 1,6 mm átmérőjű grafitkapuhoz érve kialakult bolyhozódás látható. A besodródó száldarabok fennakadnak a középső kapun, amelynek bemeneti nyílása belemerül az olvadékba, és fokozatosan eltömítve a bejáratot (**4. ábra**), a szálköteg szakadására vezet.

A szénszálakra főleg a bolyhozódás jellemző, az oxidkerámia szálak áthúzásakor (**5. ábra**) az elemi szálaknak a kötegről való csoportos leválása és a bemeneti kapuba való beszakadása jellemző (**6. ábra**).

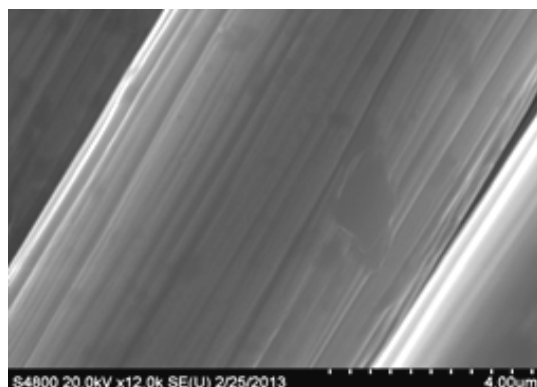
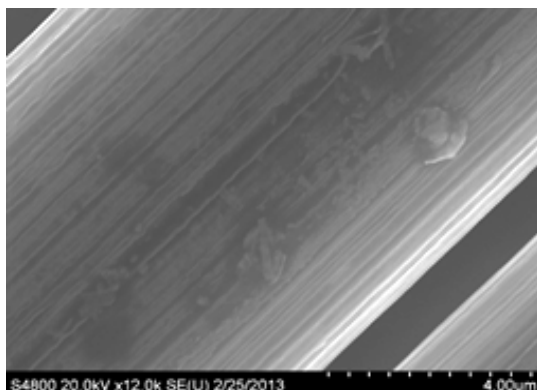
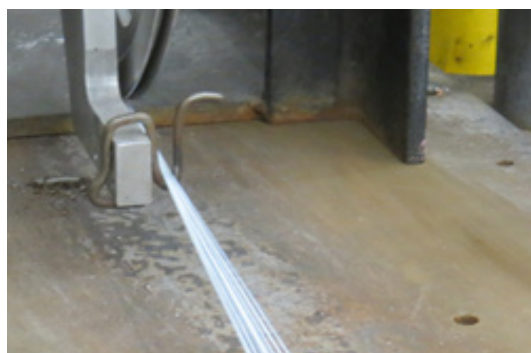


6. ábra. A már a bemeneti kapu előtt szakadozó, majd elszakadt CeraFib 99 szálköteg

3. A kísérletek és a vizsgálatok

Az eddigiekből világosan kitűnik, hogy a kompozithuzalok folyamatos, gáznyomásos infiltrálással történő előállításának sarkalatos pontját képezik a szálköteg áthúzásának feltételei, amelyeket együttesen nevezhetünk áthúzhatóságnak. Mivel a nem megfelelő áthúzhatóság minden esetben a szálköteg szakadásával végződik, ezért talán kézenfekvőnek tűnne az áthúzhatóságot a kerámia-szálak valamilyen szilárdsági jellemzőjével jellemezni. Ám sem a gyártók által közölt szilárdság, sem a fajlagos modulus [10–11] erre nem megfelelők, ugyanis nem mondanak semmit a kerámia-szálak nyírás vagy hajlítás hatására bekövetkező törési viselkedéséről. Az elemi szálakra nézve a felületi érdesség (7. ábra) sem jó jellemző, mivel az áthúzás egyszerre több ezer elemi szálból álló kötegeket mozgat. Az Al99,5+Cerafib kompozithuzal gyártási folyamatában 5 db tekercsből egyesített, kb. 4000 elemi szálat tartalmazó köteg áthúzását végeztük (8. ábra).

A korábbi kutatásaink során azt tapasztaltuk, hogy az egykomponensű, tehát pl. csak Al_2O_3 -t



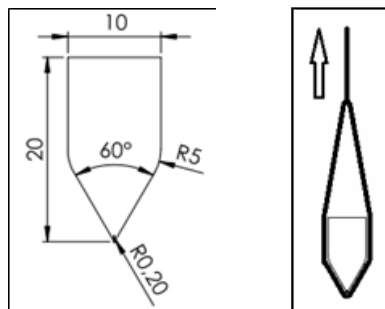
7. ábra. Elemi szál felülete; fent: Dialed K6372 szén-szál, lent: Zoltek-szén-szál

8. ábra. A szálköteg áthúása a kompozithuzal gyártási folyamatában

tartalmazó oxidkerámia szálak vagy a szénszálak kötegei nagyon törékenyek. Az egykomponensű szálak áthúzóhatósága olyan rossz, hogy a Blücher-eljárás aktív alkalmazásának 20 éve során (2014 végéig) egyszer sem sikerült számottevő mennyiségű kompozithuzalt előállítani tiszta oxidkerámia szálból (pl. Nextel 610), és szénszálból is csak egy kísérletsorozat volt igazán eredményes. Ezzel szemben a mullitot és amorf szilícium-dioxidot tartalmazó erősítőszálakból (pl. Nextel 440) a gyártás az ipari követelményeket is kielégítő stabilitással működött.

Sokáig mindezt a nedvesítési problémákkal magyarázta mindenki, ezért a kutatási erőfeszítések is a nedvesítés javítására irányultak. Amikor azonban a Dialed szénszállal erősített kompozithuzalok előállításába belekezdünk, a bemeneti kapu fejlesztése során végzett „száraz” (fémoldadék nélkül, szobahőmérsékleten végzett) áthúzási kísérletek eredményeiből felismertük, hogy a legnagyobb akadály nem a gyenge nedvesítés, hanem a szálköteg töredezése és bolyhozódása. Ennek a felismerésnek a nyomán a gáznyomásos rendszer egészét teljesen átalakítottuk. Ebben a jelentős tervezési, gyártási, kísérleti és anyagvizsgálati munkában a több évtizedes tanári és kutatói munkánk legjobbjai közé tartozó diákjaink játszottak kulcsszerepet: Törzsök Péter és Tihanyi Károly. Az ő rendkívüli munkájuknak köszönhetően sikerült megoldani az alumíniummátrixú, szénszál erősítésű kompozit huzalok előállításának problémáját, és 15 évvel a Northeastern University Metal Matrix Composit Laboratory-jában (Boston, MA, USA) végzett sikeres kísérletsorozat után [4] azt megismételni Budapesten [12].

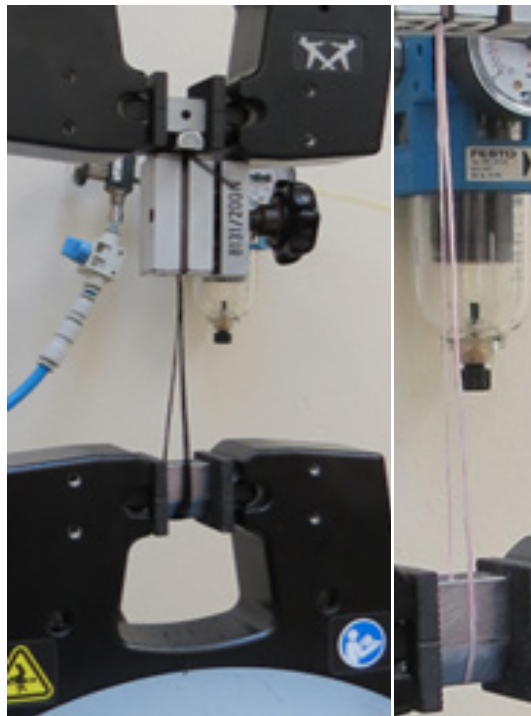
A megoldás fontos eleme volt a szálkötegek áthúzóhatósági sajátosságainak megismerése és a megfelelő áthúzóhatóságot biztosító fejlesztések végigvitele (ezeket az eredményeket még nem publikáltuk).



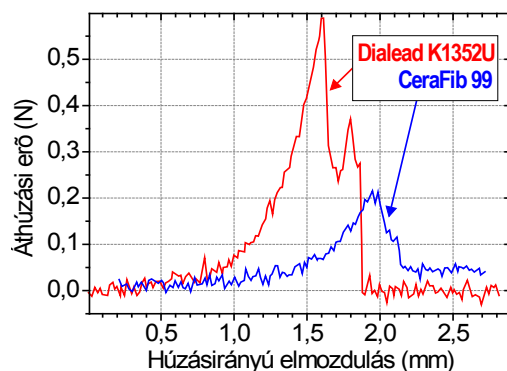
9. ábra. Az áthúzóhatóság vizsgálatára kifejlesztett szerszám és a TPTK-teszt vázlata

A szálkötegek áthúzóhatóságának jellemzésére kifejlesztettünk egy vizsgálati eljárást: az ún. TPTK-tesztet. Ennek lényege az, hogy a szálkötegből képzett hurkot a két ágának egyenletes húzásával ráfeszítjük egy polírozott felületű szerszám élére; a szerszám jellemző méretei a 9. ábrán, a vizsgálati elrendezés pedig a 10. ábrán látható.

A 11. ábra – a TPTK-diagram – kétféle szálkötegre mutatja a húzóerő változását. A húzás közben



10. ábra. Az áthúzóhatóság vizsgálatára kifejlesztett szerszám befogása a szakítógépbe különböző szálkötegek példáján



11. ábra. Kétféle erősítőszál TPTK-diagramja

az elemi szálak és a szálköteg maga is a rákényszerített hajlítási szögben és hajlítási sugáron eltörik. A legnagyobb erőt keressük; ez az áthúzóhatóságot számszerűen is jellemző TPTK-tényező.

Az **1. táblázat** hat különböző erősítőszálra vonatkozóan mutatja az áthúzóhatóságot jellemző maximális erőt.

1. táblázat. Hat erősítőszál vizsgálati adatai

Szálfajta	Elemi szál	F _{max} (N)
Tyranno TY-S1A04PX	400	5,11
Tyranno TY-S1A04PX	400	5,05
Tyranno TY-S1A04PX	400	4,06
Dialead K1352U	2000	0,59
Dialead K1352U	2000	0,50
Dialead K1352U	2000	0,59
Dialead K63712	12 000	1,93
Dialead K63712	12 000	1,31
Dialead K63712	12 000	1,85
CeraFib99	468	0,21
CeraFib99	468	0,21
CeraFib99	468	0,17
CeraFib99	468	0,22
Nextel 440	750	2,49
Nextel 440	750	3,51
Nextel 440	750	2,49
Nextel 610	400	0,91
Nextel 610	400	0,83
Nextel 610	400	0,97

4. Az eredmények mérlegelése

A TPTK-diagram természetesen sokféle rendezelv mentén kiértékelhető, amelyekbe a szálkötegek különféle jellemzőit – pl. az elemi szálak számát és keresztmetszetét, a szálköteg felületi bevonatának állapotát stb. – is be lehet építeni, de tapasztalatunk szerint az áthúzóhatóság jellemzésére tökéletesen megfelel a TPTK-teszt során mért húzóerő legnagyobb értéke.

Ámde úgy véljük, hogy a TPTK-teszt alkalmazásával érdemi információkat lehetne nyerni nem csak egyre, hanem egyesített vagy megosztott szálkötegekre is, de akár az egyes elemi szálakra nézve is. Ez utóbbihoz olyan mérőrendszer szükséges, mint amilyen a elemi szálak három pontos hajlítóvizsgálatát végzik [13] vagy a csúszással és könyökösödéssel végbemenő elemi szálkárosodást vizsgálják [14, 15].

A kompozithuzalok gyártása során általában – a huzalátmérőtől és a tekercsek elemi szál számától

függően – 5–20 száltekercs pásmáit kell egyesítve bevezetni a bemeneti kapun keresztül a gáznyomásos rendszerbe.

A sokéves kutatómunka során azt tapasztaltuk, hogy a jól áthúzóható erősítőszálakra nézve (pl. Nextel 440) az egyesített pásmák száma növekedésének nincs érdemleges hatása az áthúzóhatóságra. Ugyanakkor a nagyon törekeny szálak esetén az áthúzóhatóságot jelentősen rontja a pásmák számának növekedése. A szénszáltekercsek felhasználásakor is romlik a szálköteg áthúzóhatósága, ha egynél több tekercs bevezetését és áthúzását igényli a kompozithuzal átmérője.

Éppen ezért értékeltük úgy a szálhurkok szakításán alapuló TPTK-tesztek eredményeit, hogy az áthúzóhatóság jellemzésére nagyon is megfelelő lesz a vizsgálat közben mért erő. Így nem okoz zavart a több tekercs egyesítésekor szükségszerűen eltérő megfeszítettség sem.

5. Következtetések

A fentiekben ismertetett kutatómunka eredményei és azok értékelése alapján az alábbi következtetéseket tartjuk lényegesnek kiemelni.

Az alumíniummátrixú kompozithuzalok Blücher-eljárással való előállításában alapvető funkcionális tulajdonságként kell tekinteni az erősítőszálak áthúzóhatóságát. Az áthúzóhatóság műszaki tartalma abban áll, hogy a szálköteg bolyhozódás és szakadásra vezető száltozredezés nélkül áthúzóható a gáznyomásos rendszer kapuin, különösen a bemeneti kapun.

Az áthúzóhatóság jellemzésére új vizsgálati eljárást ismertettünk, amely a szálköteg egy darabjából képzett zárt huroknak a kényszerített feltételek közötti, teljes szakadásig tartó, hajlító-húzó-nyíró terhelésén alapul. Az áthúzóhatóság számszerű jellemzésére bevezettük a TPTK-tényezőt, amely a vizsgálat során mérhető legnagyobb erővel azonos.

A különféle erősítőszálakkal végzett áthúzási kísérletek és a kompozithuzalok gyártási kísérleteinek tapasztalatai, valamint a TPTK-tesztek alapján megállapítható, hogy a kompozithuzalok előállítása a Blücher-eljárással csak abban az esetben lehet eredményes, ha a kiválasztott erősítőszál TPTK-tényezője nagyobb 1-nél. Ez alapján a tiszta oxidkerámia-szálakat és a kis elemiszálszámú szénszálkötegeket nem célszerű használni.

Köszönetnyilvánítás

A szerzők közül Bitay Enikőt a kutatómunkájában az MTA Domus Hungarica ösztöndíjprogram támogatta.

Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Blucher J.T., Narusawa U., Katsumata M., Nemeth A.: *Continuous manufacturing of fiber-reinforced metal matrix composite wires – technology and product characteristics*. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 32/12. (2001) 1759–1766.
[https://doi.org/10.1016/S1359-835X\(01\)00024-0](https://doi.org/10.1016/S1359-835X(01)00024-0)
- [2] Matsunaga T., Ogata K., Hatayama T., Shinozaki K., Yoshida M.: *Effect of acoustic cavitation on ease of infiltration of molten aluminum alloys into carbon fiber bundles using ultrasonic infiltration method*. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 38/3. (2007) 771–778.
<https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2006.09.003>
- [3] Nadler J. H., Isaacs J. A., Kowalski G. J.: *Hydrodynamic modeling of a continuous metal matrix composite fabrication process as a cylindrical array*. Materials Science & Engineering: A, 297/1–2. (2001) 132–137.
[https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(00\)01266-1](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(00)01266-1)
- [4] Doktor M.: *Production and characterization of continuous fiber reinforced aluminum wires*. PhD-értekezés, Technische Universität Wien, Institut für Werkstoffkunde und Materialprüfung (2000).
- [5] Miracle D. B.: *Metal matrix composites – From science to technological significance*. Composite Science and Technology, 65/15–16. (2005) 2526–2540.
<https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2005.05.027>
- [6] Evans A, Marchi CS, Mortensen A: *Metal matrix composites in industry: an introduction and a survey*. Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, 2003.
- [7] Ashby M., Sherdiff H., Cebon D.: *Materials, engineering, science, processing and design*. Butterworth-Heinemann, Oxford, 2007.
- [8] Michaud V., Mortensen A.: *Infiltration processing of fibre reinforced composites: governing phenomena*. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 32/8. (2001) 981–996.
[https://doi.org/10.1016/S1359-835X\(01\)00015-X](https://doi.org/10.1016/S1359-835X(01)00015-X)
- [9] Margueritat-Regenet C.: *Elaboration et caractérisation de fils composites C/Al. Infiltration spontanée et continue par activation chimique du mouillage*. Thèse de doctorat, Ecole nationale supérieure des mines, Paris, 2002.
<https://hal.archives-ouvertes.fr/tel-00005642/>
- [10] *High-Performance structural fibers for advanced polymer matrix composites*. National Research Council, The National Academies Press, Washington, D.C., 2005.
<https://doi.org/10.17226/11268>
- [11] Ashbee K. H. G.: *Fundamental principles of fiber reinforced composites*. Second Edition. Technomic Publishing Company, Lancaster, 1993.
- [12] Tihanyi K.: *Fémmtárixú hibrid anyagok gyártása*. Diplomamunka. BME Anyagtudomány és Technológia Tanszék, 2013.
- [13] Steinmann W., Saelhoff A. K.: *Essential properties of fibres for composite applications*. In: Fibrous and textile materials for composite applications. Textile Science and Clothing Technology (Szerk: Rana, S., Figueiro, R.), Springer, Singapore, 2016. 39–73.
https://doi.org/10.1007/978-981-10-0234-2_2
- [14] Clawson J. K.: *Structure and defects in high-performance aramid fibers*. Master Thesis, University of Illinois, Urbana, 2013.
<http://hdl.handle.net/2142/46888>
- [15] Leal A. A., Deitzel J. M., Gillespie J. W.: *Compressive strength analysis for high performance fibers with different modulus in tension and compression*. Journal of Composite Materials, 43/6. (2009) 661–674.
<https://doi.org/10.1177/0021998308088589>

A léces martenzit viselkedése hőkezelés hatására

Heat Treatment Effect on Lath Martensite

Fábián Enikő Réka,¹ Kótai Áron²

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

² Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Anyagtudomány és Technológia Tanszék, Budapest, Magyarország, aron.kotai@gmail.com

Összefoglalás

Kis karbontartalmú acélmintákban lécesmartenzites szövetszerkezetet hoztunk létre, amelyeket különböző hőmérsékleteken megeresztve vizsgáltuk az anyag szövetszerkezetét és mechanikai tulajdonságait. Vizsgálatainkat kiegészítve tanulmányoztuk a különböző hőmérsékleteken való hőkezelés hatását az alakított LM-anyagon is. Az alakított mintákban az újrakristályosodási folyamatot 600–700 °C-on való hőntartás során értük el.

Kulcsszavak: kis karbontartalmú acél, lécesmartenzit, hőkezelés, hőállóság.

Abstract

During our investigation lath martensite was produced in low carbon steels by austenitization at 1200 °C/20 min, and the cooling of samples in ice water. The samples were tempered at a range of temperatures. The tempering effects on microstructure and on mechanical proprieties were investigated. Some samples with lath martensite microstructure were cold rolled and heat treated at different temperatures. Recrystallization was observed after heat treatment at 600–700 °C.

Keywords: low carbon steel, lath martensite, heat treatment.

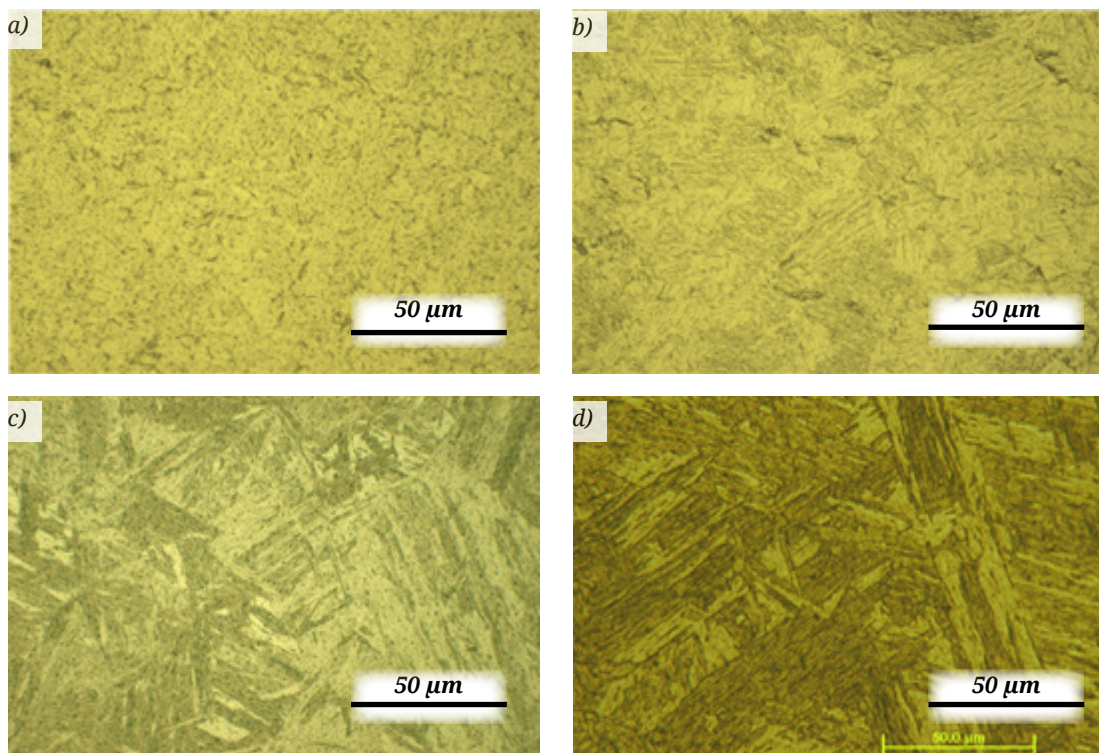
1. Bevezetés

A lécesmartenzit jellegzetes többszintű mikro-szerkezettel rendelkezik. A primer ausztenit néhány köteget (packets) tartalmaz. Az egyes kötegek nagyszögű szemcsehatárokkal határolt blokkokból állnak, a blokkokat pedig gyakorlatilag azonos orientációjú lécek alkotják. A lécesmartenzit (LM) kis széntartalmú acélokban is kialakul jól kivitelezett edzéskor. Irodalmi adatok [1] azt mutatják, hogy 0,3% C alatt jelenik meg tisztán ez a szerkezet [2]. A kis karbontartalmú ötvözetlen vagy gyengén ötvözött acélokban kialakuló LM-szövetszerkezetek kristálytani vizsgálatával kapcsolatban számos cikk jelent meg az utóbbi években [3–5].

2. Kísérleti anyagok és eszközök

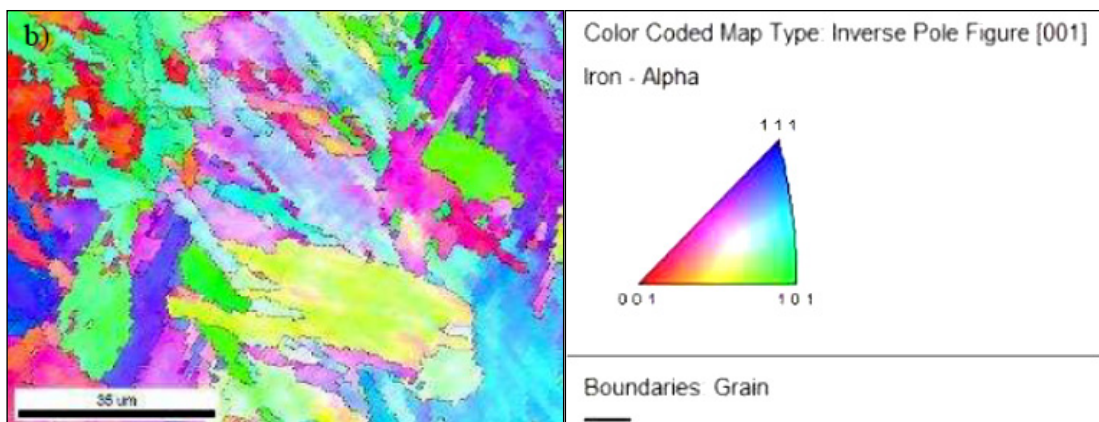
Kísérletünk első lépéseként ötvözetlen acélban (C=0,15%, Mn=1,43%, Si=0,29%) hoztuk létre a LM-szövetszerkezetet. A szakirodalomban azt találtuk, hogy kis karbontartalmú acélokban lécesmartenzit nagy hőmérsékletről gyors hűtéssel hozható létre. Kísérleteink azt mutatták, hogy minél nagyobb az ausztenitesítési hőmérséklet, annál biztonságosabban hozható létre a LM-szövetszerkezet (1–2. ábra).

Kísérleteinkhez a mintákat 1200 °C-os kimenő hőmérsékletre helyeztük 20 percre, majd jeges vízben hűtöttük. Az ötvözetlen acélban gyártott lécesmartenzites anyag megeresztés-állóságát különböző hőmérsékleteken való hőkezelések után vizsgál-



1. ábra. Az ausztenítés hőmérséklet hatása a kialakuló szövetszerkezetre.

a) $T_{\text{auszt}} = 900\text{ °C}$; b) $T_{\text{auszt}} = 1000\text{ °C}$; c) $T_{\text{auszt}} = 1100\text{ °C}$ d) $T_{\text{auszt}} = 1200\text{ °C}$



2. ábra. EBSD-technikával felvett orientációs térkép és annak jelmagyarázata

tuk. Az MSZ EN ISO 148-3:2009 szerinti ütővizsgálatokat Charpy-féle ütőművön, a szakítóvizsgálatokat MSZ EN ISO 6892-1:2016 szerint Heckert Tiratest 2300 szakítógéppel végeztük, 1,5 mm/perces keresztfej-elmozdulási sebességgel. Kísérleteinket kiterjesztettük az alakíthatóság és az ezt követő hőkezelések hatásának vizsgálatára. Ezért 10×10×55 mm-es mintákat hengereltünk duó hen-

gerállványon, majd minden egyes alakíthatóság után tanulmányoztuk az utóhőkezelési hőmérsékletek hatását. Mind az alakítatlan, mind az alakított mintákat 200 °C, 300 °C, 400 °C, 500 °C, 600 °C, illetve 700 °C-on 20-20 percig hőn tartottuk, majd ezt az állapotot vízhűtéssel befagyasztottuk. A minták keménységét KB Prüftechnik 250 BVRZ típusú univerzális keménységmérőgépen, Vickers

keménységmérési eljárással mértük. A kialakult anyag szövetszerkezetét Olympus PMG3 típusú fénymikroszkóppal vizsgáltuk. A ferritszemcsék orientációjának, a kis- és nagyszögű szemcsehatároknak a vizsgálata visszaszórt elektron-diffrakcióval (EBSD) történt Philips XL 30 típusú elektronmikroszkópon.

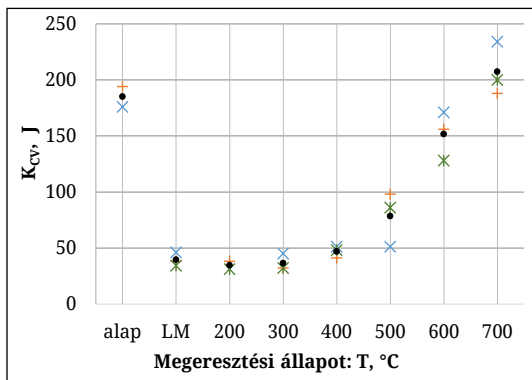
3. Vizsgálati eredmények

Ahogy azt a Charpy-féle ütővizsgálatokból láthatjuk, hogy az LM-es anyag 200–400 °C közötti megeresztés után ridegen viselkedik. A megeresztési hőmérsékletet növelve a szívósság is nő. 700 °C-on való megeresztés után az anyag szívóssága jobb lett, mint a normalizált állapotú alapanyagé (3. ábra).

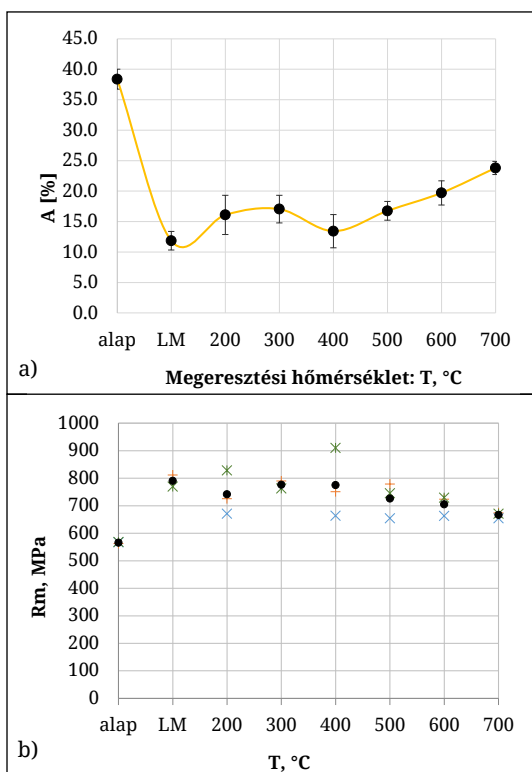
A szakítóvizsgálatok (4. ábra) azt mutatták, hogy a LM-re történő edzés után a minták szakadáshoz tartozó nyúlása alig haladta meg a 10%-ot. Ámbár a megeresztés hőmérsékletének emelésével a szakadási nyúlás jellemzően nőtt, 400 °C-on való megeresztésnél lokális minimumot mutatott, de 700 °C-on való megeresztés után is jelentősen elmarad a normalizált állapotétól. A megeresztési hőmérséklet szakítószilárdságra gyakorolt hatása a többi vizsgálattal egybevág. Az edzéssel elért 800 MPa-os szakítószilárdság csak 500 °C fölötti megeresztés után kezdett csökkenni.

A lécesmartenzitesre edzett anyag 700 °C-on 20 percig tartó hőkezelése után is felfedezhetőek a martenzites struktúra nyomai. Egyenlőtengelyű ferrit csak a primer ausztenit szemcsehatárokon alakult ki (5. ábra). A LM-anyag hideghengerlésekor azt tapasztaltuk, hogy az anyag keményedik az alakítás során (6. ábra), de még 86%-os fogyás (535HV10) után sem szakadt fel. A további alakításoknak a hengerfejek 55HRC keménysége és a közöttük beállítható távolság szabott határt.

Az egyes alakváltozások után elvégzett, különböző hőfokokon 20–20 percig tartó hőkezelések utáni vizsgálatok azt mutatják, hogy az újrakristályosodás lejátszódásához még nagymértékű alakváltozás után is jelentős mennyiségű hőre van szükség ötvözetlen, kis karbontartalmú LM-szövetszerkezetű acélnál. Miközben a 62%-os alakítás és 500 °C-os hőkezelés után a mikroszkópon nem tűnnek fel az újrakristályosodás jelei (7. ábra), EBSD eljárással nagy felbontás mellett vizsgálva a mintában megkülönböztethetőek a diszlokációmentes szubszemcsebensők és a diszlokációkkal sűrűn behálózott és ezáltal nagy képmínőségromlást okozó szemcsehatárok (8. ábra).



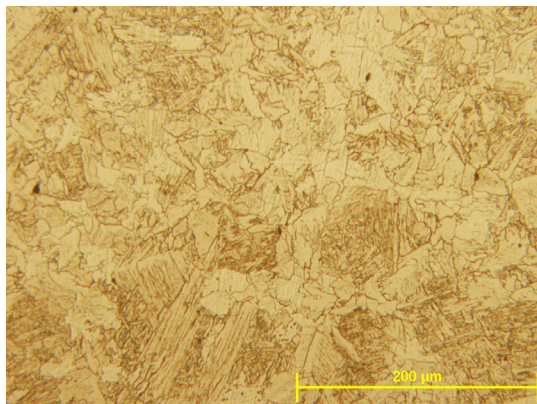
3. ábra. A megeresztési hőmérséklet hatása a fajlagos ütőmunkára (alap = normalizált állapot, LM = lécesmartenzitesre edzett állapot)



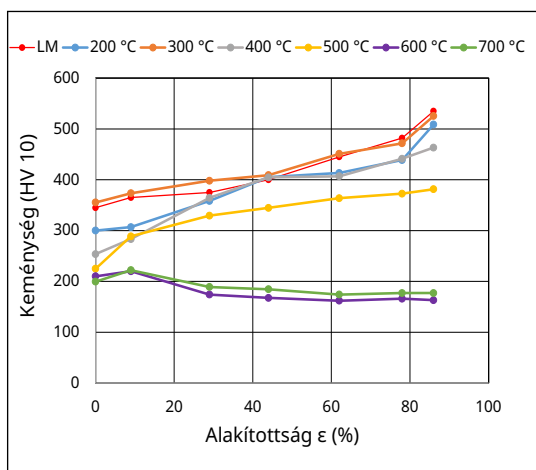
4. ábra. A megeresztési hőmérsékletek hatása a szakadási nyúlásra (a), illetve a szakítószilárdságra (b)

A 30%-nál jobban alakított minták keménysége 600–700 °C-on való utóhőkezelések után 200HV10 alá esett.

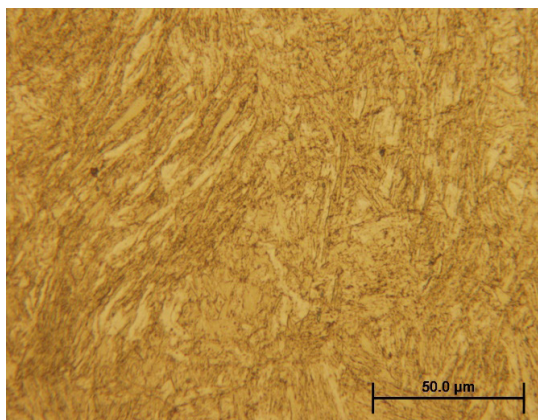
A legintenzívebben alakított minták vizsgálatakor az EBSD képmínőség-térképen nagyon szépen látszik, hogy a diszlokációk mennyisége a szemcsehatárokra korlátozódik (9. ábra).



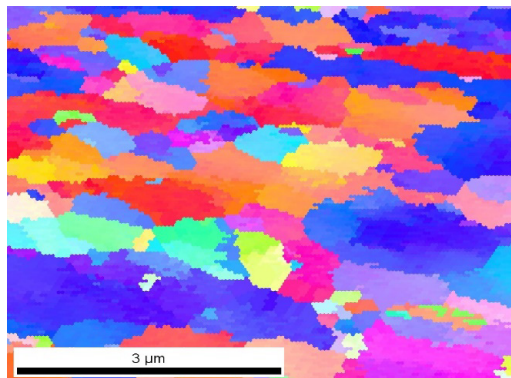
5. ábra. 700 °C-on megeresztett lécesmartenzites minta szövetszerkezete



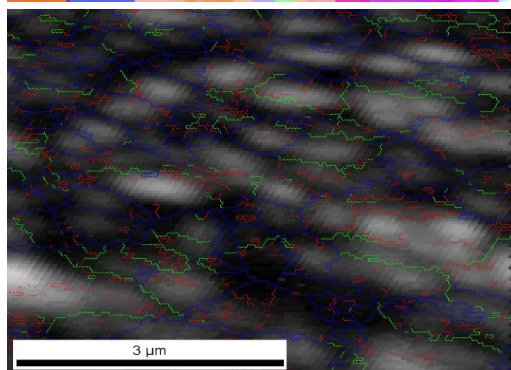
6. ábra. A hidegalakítás mértékének és az utólagos hőkezelés hőmérsékletének hatása az LM-acél keménységére



7. ábra. 62%-os fogyással hengerelt és 500 °C-on hőkezelt minta fénymikroszkópos felvétele

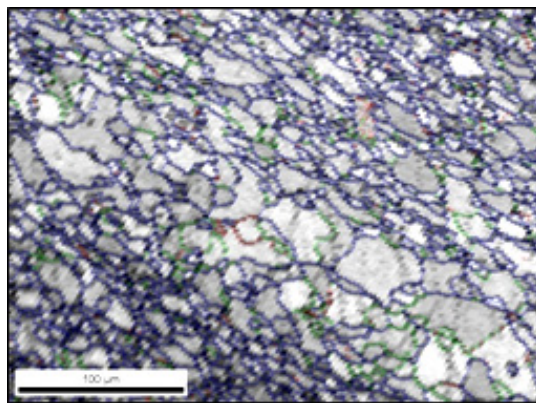


a



b

8. ábra. EBSD-felvételek, $\epsilon = 44\%$, $T = 500$ °C, $N = 10000\times$. a) pólusábra térkép, b) képmínőség térkép



9. ábra. A minta szövetszerkezete $\epsilon = 86\%$, $T = 700$ °C képmínőség térkép

4. Következtetések

C15-ös anyagban az 1200 °C-ról jeges vízben létrehozott LM-szövetszerkezetű acél alakváltozó képessége és megeresztés-állósága rendkívül jó.

Köszönetnyilvánítás

A szerzők ezúton kívánnak köszönetet mondani a munkánkhoz nyújtott anyagi támogatásért – az

EFOP-3.6.1-16-2016-00010. számú projekt keretében – a magyar államnak és az Európai Uniónak.

Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Stormvinter A., Hedström P., Borgenstam A.: *Investigation of lath and plate martensite in a carbon steel*. Solid State Phenomena, 172–174. (2011) 61–66.
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/SSP.172-174.61>
- [2] Sandvik B. P. J., Wayman C. M.: *Crystallography and substructure of lath martensite formed in carbon steels*. Metallography, 16/2. (1983) 199–227.
[https://doi.org/10.1016/0026-0800\(83\)90005-8](https://doi.org/10.1016/0026-0800(83)90005-8)
- [3] Kelly P. M.: *Crystallography of lath martensite in steels*. Materials Transactions, JIM (Japan), 33/3. (1992) 235–242.
<https://doi.org/10.2320/matertrans1989.33.235>
- [4] Morito S., Tanaka H., Konishi R., Furuhashi T., Maki T.: *The morphology and crystallography of lath martensite in Fe-C alloys*. Acta Materialia, 51/6. (2003) 1789–1799.
[https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(02\)00577-3](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(02)00577-3)
- [5] Morito S., Adachi Y., Ohba T.: *Morphology and crystallography of sub-blocks*. Materials Transactions, 50/8. (2009) 1919–1923.
<https://doi.org/10.2320/matertrans.MRA2008409>

Módszer a fémek emisszivitásának becslésére

Method for Emissivity Estimation of Metals

Filep Emőd,¹ Kutasi Dénes Nimród,² Kenéz Lajos³

Sapientia Erdélyi Magyar Tudományegyetem, Marosvásárhelyi Kar, Marosvásárhely, Románia

¹ efilep@ms.sapientia.ro

² kutasi@ms.sapientia.ro

³ _kenez@yahoo.com

Összefoglalás

A fémek emisszivitásának ismerete egyre fontosabb anyagtudományi és folyamatmodellezési szempontból. Az eddigi vizsgálatok megmutatták, hogy a legtöbb anyag emisszivitása hőmérsékletfüggő, és a legérdekesebb a 300-1000 K hőmérséklettartomány, ahol a változás a legintenzívebb és a folyamatszabályozás szempontjából a leglényegesebb [1]. Hőmérsékletfüggő emisszivitást észleltünk az alacsonyán ötvözött acélok plazmanitridálása során [2], és egy most futó téma kapcsán az alacsonyán ötvözött alumínium (AlMg1, AlMg3) emisszivitását kell vizsgálnunk. A dolgozatban bemutatjuk az általunk kifejlesztett módszert, részletesen tárgyaljuk az alumíniumötvözetekre kapott mérési és számítási eredményeket, és összehasonlítjuk a szakirodalomban található eredményekkel.

Kulcsszavak: *fémek emisszivitása, alumínium, acél, folyamatirányítás, plazmanitridálás.*

Abstract

Knowledge of the surface emissivity of metals is becoming more and more important both from the material science, process modelling and control point of view. Previous research results have shown that the emissivity of most metals depends on the temperature of the surface. It has also been reported that the most important temperature region is between 300 – 1000 K degrees, where the change of the emissivity is the most intense, which is also the most significant from a process control point of view [1]. We also report temperature dependent emissivity observed during plasma nitriding of low alloy steels [2]. Related to one of our present research topics the study of low alloy Aluminum (AlMg1, AlMg3) emissivity has proven relevant. In this article the developed emissivity estimation model is presented. In the first part a literature overview and the theoretical approach of the new method is discussed, followed by the experimental results for low alloy Aluminum emissivity determination and a comparison with the results available in the literature.

Keywords: *emissivity of metals, aluminum, steel, process control, plasma nitriding.*

1. Emisszivitásmérési módszerek

Az emisszivitás mérésének egyik módja a radiometrikus módszer, amely jól felszerelt laboratóriumot igényel [3]. Az ismeretlen emisszivitású anyagot és egy laboratóriumi fekete testet egymás mellé helyezve azonos stacionárius hőmérsékletre hevítik és egy össz sugármérővel felváltva figyelik. Az emisszivitás a mért értékek átlagának aránya.

A VTT (Valtion Teknillinen Tutkimuskeskus) [1] által előnyösebbnek, könnyebben megvalósíthatónak tekintett módszer szerint a jól meghatározott méretű, téglalap alakú mintát egy 1000 K-re melegített kemencébe helyezik, regisztrálva a hőmérséklet növekedését az egyensúly beálltáig. Matematikailag modellezve a radiatív, konduktív és konvektív hőátadást, a radiatív részt elkülönítik és meghatározzák az emisszivitást. Az

eredmények szórása 20% nagyságrendű, ezt elfogadhatónak tekintik. Ötvözetlen acél esetében hőmérsékletfüggő, rozsdamentes acél esetében nagyjából állandó emisszivitást észleltek. A különböző alumíniumötvözetek emisszivitásának a részletes vizsgálatát végezték a [4]-ben. Radiometrikus módszert kombináltak hőelemes méréssel, vizsgálták az emisszivitást különböző hullámhosszokon, széles hőmérséklet-tartományon és változó felületi tulajdonságokra. A dolgozat rámutat arra, hogy az emisszivitás mennyire függ a fent említett tényezőktől, ezáltal a pirométeres hőmérsékletmérés nehézségeire is, ahol általában csak egy hullámhosszon méri a hősugárzást és nem veszik figyelembe a többi tényezőt.

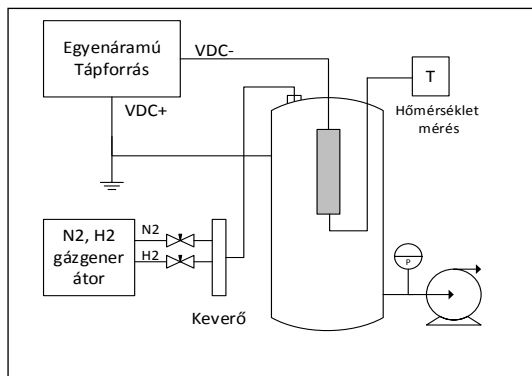
A következőkben bemutatunk egy módszert, amellyel egyszerűen mérhető a különböző fémek emisszivitása, a hőmérséklet-függőséget polinomiális közelítéssel jól modellezhetjük, tehát a kapott függvény alkalmazható a vizsgált darabok hőmérséklet-változásának matematikai modellezésére. A módszert egy alumínium hengerrúd emisszivitásának a mérésén keresztül szemléltetjük.

2. A módszer

Az általunk javasolt módszer a plazmareaktor működési tulajdonságain alapszik. A hosszú, henger alakú mintát koncentrikusan helyezük a plazmareaktorba, a henger alján a tengely mentén mérjük a hőmérsékletet. Előkészítés után, 300 Pa nyomáson a hengert 900 K körüli hőmérsékletre melegítjük abnormális gázkiszűléssel tiszta nitrogénben, majd a beömlő gáz szelepet lezárjuk. Az állandóan működő szivattyú a nyomást gyorsan csökkenti, a sötét katódtér megnő, eléri az anódot, ami a reaktor fala, és emiatt a kislés kialszik. Ettől kezdve a minta 1 Pa-nál kisebb nyomáson hűl, a hőmérsékletet a folyamatvezérlő számítógép rögzíti. Az alacsony nyomás és a nitrogén alacsony hővezető képessége miatt a konvektív hőátadás teljesen kizárt, a konduktív hőátadás erősen lecsökken, a minta sugárzásos hőleadással hűl. A matematikai modellt tovább egyszerűsíti az a tény, hogy a minta felülete nagyságrenddel kisebb, mint a reaktor belső felülete. A kísérleti berendezés elvi rajza az 1. ábrán látható, részletes leírása a [5]-ben.

2.1. A módszer elméleti alapozása

A fenti feltételeket figyelembe véve, a minta által leadott sugárzott hőteljesítmény [6]:



1. ábra. A plazmareaktor elvi rajza

$$P = \sigma \cdot S \cdot (e_1 \cdot T^4 - e_2 \cdot T_2^4) \quad (1)$$

ahol:

$\sigma = 5,67 \cdot 10^{-8} \text{ W / m}^2 \text{ K}^4$ a Stefan-Boltzmann-állandó;

S: a minta felülete, $d=0,06 \text{ m}$; $h=0,24 \text{ m}$; $S=0,05 \text{ m}^2$;

T: a minta hőmérséklete;

e_1 : a minta általában hőmérsékletfüggő emisszivitása;

$T_2 = 300 \text{ K}$ a reaktor vízhűtött falának hőmérséklete;

$e_2 = 0,3$ a reaktor belső falának (anód) emisszivitása.

A reaktor belső fala is alumíniumból készült, de figyelembe vettük, hogy a több száz órás nitridálási kísérletek során a felületet porlasztott vasatomok és vasnitridekből alkotott réteg borította. Így a fal emisszivitására adott érték előző vizsgálataink alapján [4] indokolt.

A gázkiszűlés kialakása után a mintából kiáramló hőteljesítményt a minta belső energiájának csökkenése fedezi, ez

$$\begin{aligned} \frac{dQ}{dt} &= m \cdot c_{Al}(T) \cdot \frac{dT}{dt} = \\ &= \rho \cdot \frac{\pi \cdot d^2}{4} \cdot h \cdot c_{Al}(T) \cdot \frac{dT}{dt}, \end{aligned} \quad (2)$$

ahol:

$$m = \rho \cdot \frac{\pi \cdot d^2}{4} \cdot h = 1,832 \text{ kg} \text{ , a minta tömege;}$$

$$\rho = 2700 \text{ kg / m}^3 \text{ az alumínium sűrűsége;}$$

$$c_{Al}(T_0) = 910 \text{ J / kgK} \text{ az alumínium fajhője normál hőmérsékleten, a fajhő változását a hőmérséklet függvényében a 6. ábra mutatja.}$$

$$\frac{dT}{dt} \text{ a hűlési sebesség.}$$

A modell tovább finomítható, ha figyelembe vesszük a katódáram átvezetésén fellépő hőteljesítményt. Az áramátvezető egy 12 mm átmérőjű,

120 mm hosszú, kerámia szigetelésű refraktár acélrúd, amely a vízűtött reaktorfedélnek adja át a vezetett hőt. Ez a P_{cd} konduktív hőteljesítmény a katód szárán keresztül:

$$P_{cd} = \lambda_{rf} \cdot \pi \cdot R_{rf}^2 \cdot (T - T_2) / l_{rf} \quad (3)$$

ahol:

$\lambda_{rf} = 16 \text{ W/mK}$ a refraktár acél katódszár hővezető képessége;

$R_{rf} = 6 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ a refraktár acél katódszár sugara;

$l_{rf} = 0,12 \text{ m}$ a refraktár acél katódszár hossza.

P_{cd} konduktív hőteljesítmény maximális értéke az egyensúlyi állapot és a kisülés kialakulásának pillanatában a (900 K-300 K) hőmérséklet különbségnek felel meg, a számítások szerint:

$$P_{cd}(\max) = 9,06 \text{ W}, \quad (4)$$

ami kevesebb, mint a mért összteljesítmény 2%-a. Az (1), (2) és (3) alapján számolt hőegyensúly a minta hűlése során:

$$\frac{dQ}{dt} = P_{rad} + P_{cd}, \quad (5)$$

ahonnan behelyettesítés, rendezés és kifejtés után:

$$e_1 = \frac{m \cdot c_{Al}(T) \cdot \frac{dT}{dt} + e_2 \cdot \sigma \cdot S \cdot T_2^4}{\sigma \cdot S \cdot T^4} - \frac{\lambda_{rf} \cdot \pi \cdot R_{rf}^2 \cdot (T - T_2)}{l_{rf} \cdot \sigma \cdot S \cdot T^4}. \quad (6)$$

A (6) kifejezésbe a hűlésgörbéből meghatározott T hőmérsékletet és a hozzá tartozó dT/dt hűlési sebességet kell behelyettesíteni. Így megkapjuk az $e_1(T)$ függvényt az egész vizsgált hőmérséklet-tartományra.

2.2. Mérések, eredmények

Az extrudált alumínium rúdból készült mintát forró vízzel, detergenssel, desztillált vízzel és abszolút alkohollal mostuk, majd koaxiálisan felfogtuk a katódra M12-es menettel. A hőmérséklet mérésére a minta aljába fűrtünk egy 4 mm átmérőjű koaxiális lyukat. A hőmérsékletet 2 mm átmérőjű, köszörült alumínium-oxid tokkal szigetelt Cromel-Alumel hőelemmel mértük, galvanikus leválasztón keresztül. Az abnormális gázkiszűlést tiszta hidrogénben gyűjtöttuk meg 50 Pa nyomáson, hogy a felület megtisztuljon a szennyeződésektől.

A **2. ábra** feszültség- és áramgörbéje mutatja, hogy a tisztítás állandó ívképződés mellett háromnegyed órát tartott. Ezután a kisülés stabilizálódott és beindult a melegedés. Nitrogénadagolással a nyomást 220 Pa-ra növelve a melegedés felgyorsult, ugyanakkor újabb szikrák jelentkeztek, amíg a hőmérséklet a 300 °C-t meg nem haladta. 1200 W teljesítmény mellett (600 V, 2 A) a gázadagolást megszüntettük, az elektromos táp a feszültséget 1000 V-ra növelte, a szivattyú a nyomást 1 Pa-ra csökkentette (**2. és 3. ábra**). Látható az áram gyors csökkenése és megszakadása. Észleltük a sötét katódtér növekedését, az 1000 V-nál a tápot kikapcsoltuk.

A kikapcsolás után rögzített $T=f_1(t)$ hűlésgörbe (**4. ábra**) és az annak alapján meghatározott $dT/dt = f_2(t)$ derivált (**5. ábra**) összetartozó értékeit a (6) kifejezésbe helyettesítve meghatároztuk a minta emisszivitását.

A számításnál figyelembe kell vegyük a fajhő hőmérséklet szerinti változását, az általunk vizsgált hőmérséklet-tartományban a fajhő változása a **6. ábrán** látható.

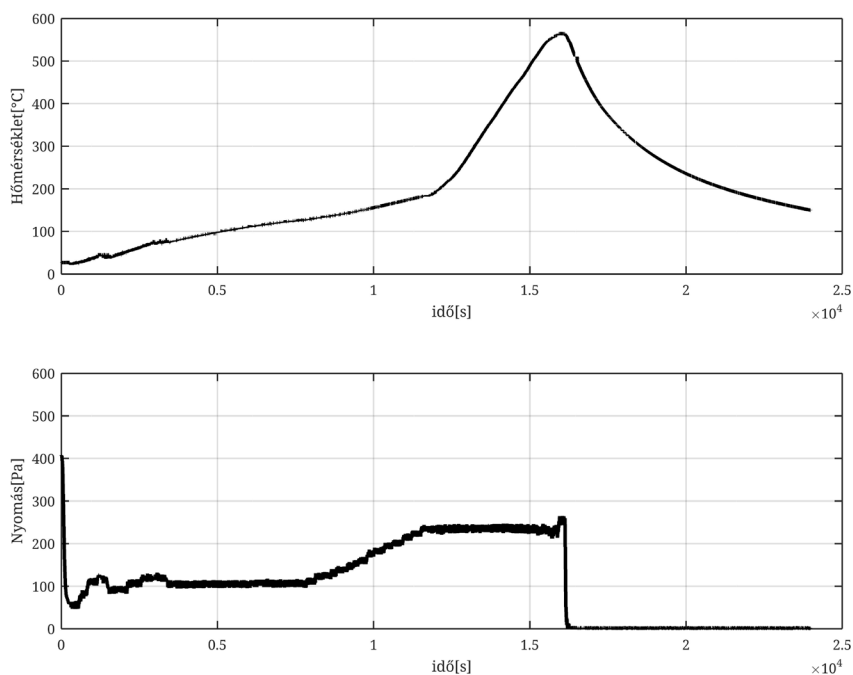
Az emisszivitátszámítás eredményét a **7. és 8. ábra** mutatja. A leírt körülmények között vizsgált alumínium emisszivitása 0,34 és 0,39 között változik, nő a hőmérséklet növekedésével. Az eredmények szórása nagy, 10% körüli, de ez nem nagyobb az [1] irodalomban közölt értéknél.

Az emisszivitátszámításban a hűlésgörbe deriváltja nem sima, ugyanis a mérési zajok felerősödnek a deriválás során. Elvégeztük a számításokat a kisimított derivált görbével is (**9. ábra**). Az eredmények a **10. és 11. ábrán** láthatók. A kapott eredmények nem térnek el számottevően az előző eredményektől, a számított emisszivitás itt is hullámzik a derivált görbén látható enyhe hullámzásokat követve.

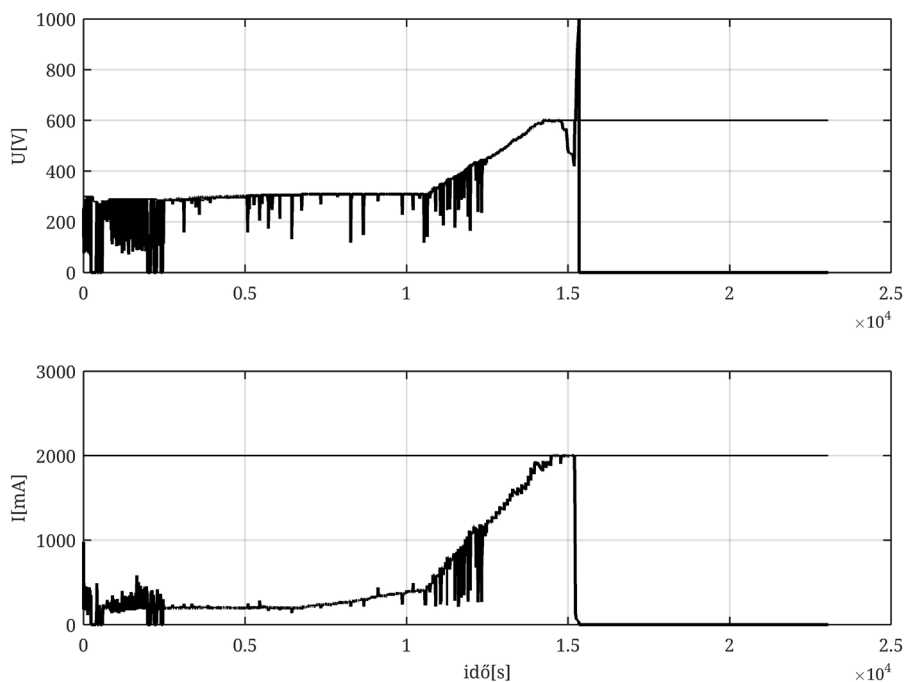
Megvizsgáltuk, hogy a mérés folyamán mennyire egyenletes a radiális hőmérséklet-eloszlás a végtelen hosszú rúdnak tekintett mintában. Az alumínium különösen jó hővezető képessége miatt a sugármenti hőmérséklet-gradiens kicsi, a hőmérséklet sugármenti eloszlását a **12. ábra** mutatja.

3. Következtetések

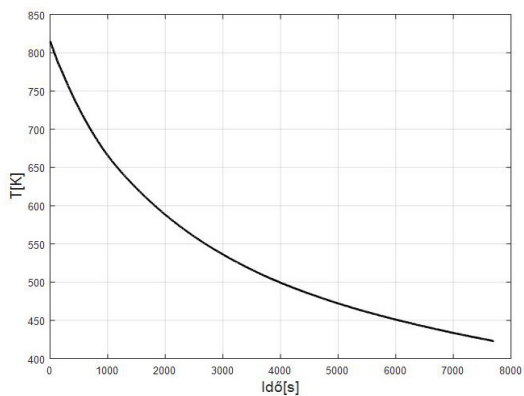
A dolgozatban bemutattunk egy emisszivitásmérési eljárást, amit egyszerűen elvégezhetünk a rendelkezésünkre álló plazmareaktorban. Az eredmények jól használhatók a plazmanitridálási folyamatok modellezésében, ahol a mintadarab hőmérséklet-változását modellezzük, használha-



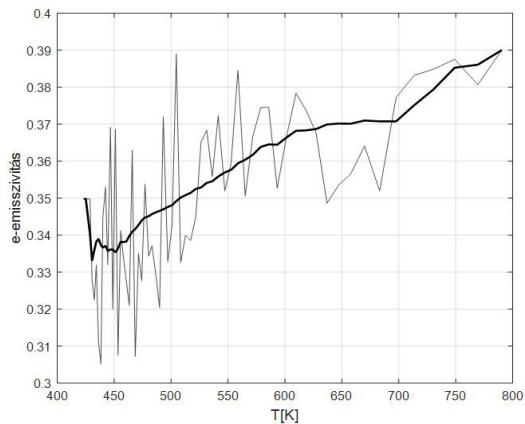
2. ábra. Hőmérséklet és gáznymás a reaktorban



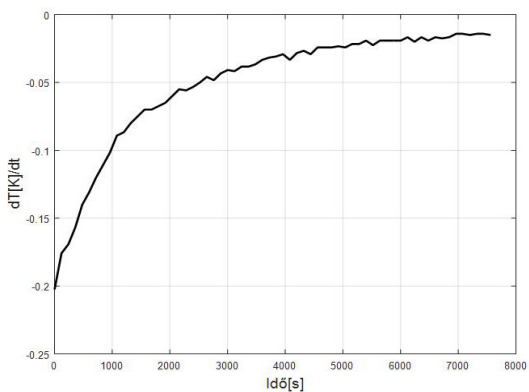
3. ábra. Az elektródák közti feszültség és áram a reaktorban



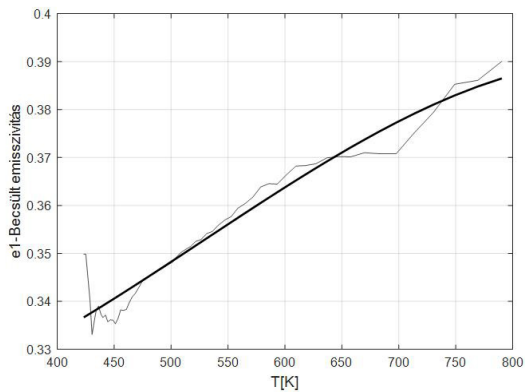
4. ábra. $T=f(t)$ hűlésgörbe



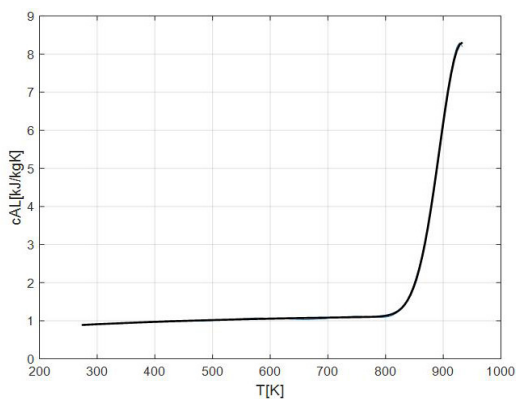
7. ábra. Az alumínium emisszivitása a hőmérséklet függvényében. Az ábrán látható a számolt emisszivitás, valamint a középértéke



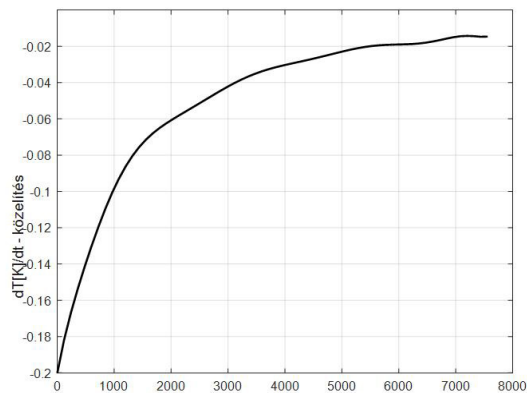
5. ábra. A hűlésgörbe idő szerinti deriváltja az idő függvényében



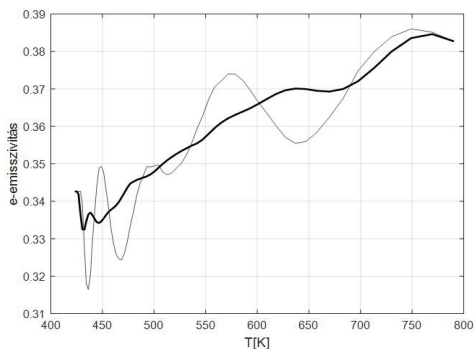
8. ábra. Az alumínium emisszivitásának közelítése egy harmadfokú polinommal



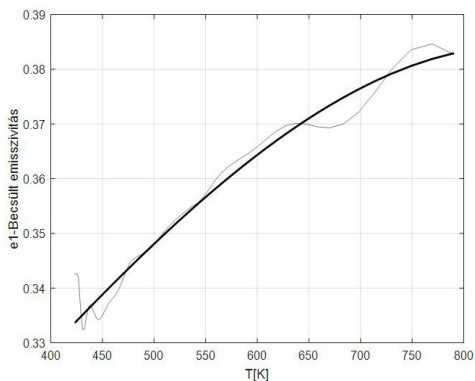
6. ábra. Az alumínium fajlagos hőkapacitása a hőmérséklet függvényében



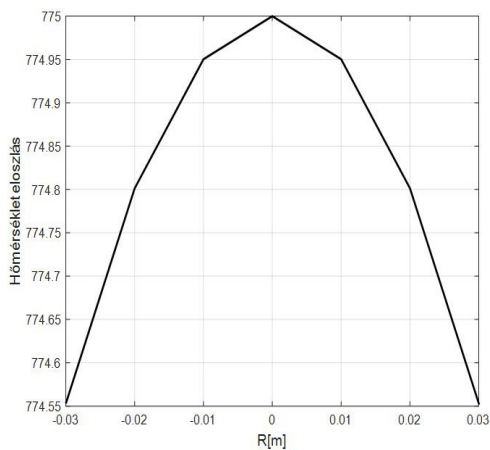
9. ábra. A hűlésgörbe idő szerinti deriváltjának a szűrés után kapott értékei



10. ábra. Az alumínium emisszivitása a szűrt derivált görbével számítva



11. ábra. Az emisszivitás polinomiális közelítése



12. ábra. Sugármenti hőmérséklet-eloszlás a mintában

tó nitridált felületű darabok emisszivitásának a mérésére, vagy bármilyen esetben, ahol a katódporlasztás és az ívkisülés hatása a felületre nem zavaró tényező. Következésképpen fényes felületek emisszivitásának a számítására nem alkalmas a módszer. Előbbi kutatásaink eredményeképpen

elmondhatjuk, hogy a mért emisszivitással pontosan modellezhető a mintadarab hőmérséklet-változása, és vannak olyan alacsonyán ötvöztött acélok, ahol az emisszivitás jelentősen változik a hőmérséklettel, ebben az esetben nagyon fontos a bemutatott módszerrel való mérés. A jelen dolgozatban vizsgált alumíniumötvözet emisszivitása majdnem állandónak tekinthető a hőmérséklet függvényében.

Köszönetnyilvánítás

A munkánkat a Sapientia Alapítvány Kutatási Programok Intézete (KPI) támogatta. Köszönjük Kelemen András kollégánknak a lektorálás során tett javaslatait, nagyon fontos észrevétel volt az, hogy az alumínium hőkapacitása nem tekinthető állandónak, erősen hőmérsékletfüggő, ennek figyelembevételével az eredményeink is sokkal pontosabbak lettek.

Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Paloposki T., Liedquist L.: *Steel emissivity at high temperatures*. VTT Research Notes 2299, Otamedia Oy, Espoo, 2005.
<https://www.vtt.fi/inf/pdf/tiedotteet/2005/T2299.pdf>
- [2] Kutasi N., Filep E., Kenéz L.: *Heat transport modelling and adaptive model predictive temperature control of the direct current plasma nitriding process performed in a linear non-isotherm plasma reactor*. Journal of Control Engineering and Applied Informatics, 19/4. (2017) 52–60.
<http://www.ceai.srait.ro/index.php?journal=ceai&page=article&op=view&path%5B%5D=4468&path%5B%5D=1466>
- [3] Liedquist L.: *A radiometric method for measurement of emissivity of metallic surfaces*. Non Nuclear Energies Workshop on Optical Property Measurement Techniques, Ispra, 1987. 277–280.
- [4] Wen C. D., Mudawar I.: *Experimental investigation of emissivity of aluminum alloys and temperature determination using multispectral radiation thermometry (MRT) algorithms*. Journal of Materials Engineering and Performance, 11/5. (2002) 551–562.
<https://doi.org/10.1361/105994902770343818>
- [5] Filep E., Kutasi N., Kenéz L.: *A Sapientia EMTE marosvásárhelyi karának plazmareaktora*. Műzeumi Füzetek – Acta Scientiarum Transylvanica, Chimica, 25/3. (2017) 69–76.
<http://hdl.handle.net/10598/30171>
- [6] Siegel R., Howell J. R.: *Thermal radiation heat transfer*. McGraw–Hill, New York, 1972.

A tágitási nyomás hatása a koszorúérsztentek bevonatára és korróziós tulajdonságaira

Effect of Expansion Pressure on the Drug Eluting Coating and the Corrosion Characteristics of Coronary Stents

Horicsányi Krisztina,¹ Asztalos Lilla,² Károly Dóra,³ Fazakas Éva⁴

^{1,2,3} BME, Anyagtudomány és Technológia Tanszék, Budapest, Magyarország

¹ horicsanyi.krisztina@gmail.com

² lilla@eik.bme.hu

³ kdora@eik.bme.hu

⁴ Bay Zoltán Alkalmazott Kutatási Közhasznú Nonprofit Kft., Budapest, Magyarország, eva.fazakas@bayzoltan.hu

Összefoglalás

A sztenteket a műtéti beavatkozás során ballonra krimpelt állapotban juttatják el a szűkület helyére, ahol azt a ballon segítségével a kívánt méretre tágitják. A nem megfelelő méretválasztás vagy a plakkk nagy ellenállása miatt gyakran tágitják a sztentet a gyártó által megadott névleges nyomási értéknél nagyobb tágitási nyomással. A túlnyomás mértékétől függően a sztent névleges átmérője több tized milliméterrel is megváltozhat. Számos kutatás foglalkozott már a túltágítás élettani hatásaival, valamint a sztentben kialakuló feszültségállapottal, de ez idáig nem találtunk olyan tanulmányt, amiben a túltágítás függvényében a sztent bevonatát és korróziós tulajdonságait vizsgálták. Kutatásunkban egy gyakran alkalmazott, platina-króm acél alapanyagú, hatóanyag-kibocsátó bevonatos sztenttípust vizsgáltunk 12 és 18 bar tágitási nyomással tágitva. Pásztázó elektronmikroszkóppal a bevonat sérüléseit térképeztük fel, majd potenciodynamikus vizsgálatokat végeztünk a korróziósebesség megállapítására.

Kulcsszavak: koszorúérsztent, korrózió, tágitási nyomás, platina-króm ötvöztetett acél, hatóanyag-kibocsátó sztent.

Abstract

During implantation, stents are delivered in crimped state to the narrowed lesion, where they are expanded to the desired size by the balloon. Due to insufficient size selection or high resistance to plaque, the stent is often widened by the expansion pressure to a level greater than the nominal pressure specified by the manufacturer. Depending on the degree of overpressure, the nominal diameter of the stent may change by several tenths of a millimetre. Numerous studies have dealt with the physiological effects of overexposure and stenogenic stress, but so far no studies have been carried out to investigate the stent coating and corrosion properties of the stent. In our research a widely used drug-eluting, platinum-chromium alloyed steel stent was observed with an inflation pressure of 12 and 18 bar. Scanning electron microscopy revealed lesions of the coating and potentiodynamic tests were performed to determine the corrosion rate.

Keywords: coronary stent, corrosion, expansion pressure, platinum-chromium alloyed steel, drug eluting stent.

1. A sztentek túltágítása

A nem megfelelő méretválasztás vagy a plakk nagy ellenállása miatt, annak érdekében, hogy a sztent átmérője a kívánt mértékű legyen, a beavatkozás során gyakran tágitják a sztenteket a névlegesnél nagyobb nyomásra. A sztentek beültetése során az érfal károsodik, emiatt nem képesek a sztentek teljes mértékben csökkenteni az implantálás során keletkezett, érrendszeri sérülés indukálta, neointimális proliferációt [1]. A névlegesnél nagyobbra történő tágitást a Palmaz-Schatz-sztentek esetében ajánlották először, a sztenttágítás mértékének optimalizálása és a szubakut, sztent okozta trombózis csökkentése érdekében [2].

A túltágítást nem minden esetben végzik el azonnal, hanem az érszakasz állapotának vizsgálatával utólag is dönthetnek az eredetileg névleges nyomásra feltágított sztent további tágitásáról [3].

A sztentek túltágításának élettani hatásáról több kutatás is szól [1, 2, 4], viszont a funkcionális tulajdonságaira gyakorolt hatásairól kevés irodalom áll rendelkezésre [3].

2. A kutatómunka bemutatása

Kutatásunk célja két azonos gyártmányú és méretű, különböző tágitási nyomással tágitott koszorúersztent bevonata károsodásának vizsgálata és a tágitási nyomás korróziósebességre gyakorolt hatásának megfigyelése volt.

A sztentekről a tágitás előtt, valamint a tágitás után a ballonon és a ballonról levéve sztereomikroszkópos felvételeket készítettünk, hogy a radiális visszarugózás mértékét meghatározzuk. A ballonról levett sztentek bevonatának állapotát pásztázó elektronmikroszkóppal vizsgáltuk. A korróziósebesség meghatározásához az MSZ EN ISO 10993-15:2009 szabványnak megfelelő, háromelektrodos cellában végeztünk potenciodinamikusan méréseket, 37 ± 1 °C hőmérsékleten, 0,9 m/m%-os, izotóniás sóoldatban. Segédelektrodnak platínahálót, referenciaelektrodnak pedig Hg/Hg₂Cl₂ KCl kalomelektrodot alkalmaztunk. A mérési tartományt ± 250 mV között határoztuk meg.

3. Eredmények

3.1. Sztereomikroszkópos vizsgálatok

A két darab, 2,25×32 mm névleges méretű, platina-króm ötvöztetésű acél alapanyagú, Everolimus hatóanyagú bevonatot tartalmazó sztentet 12

(névleges) és 18 (maximális) bar nyomással tágitottuk fel. A sztentekről a tágitás előtt, valamint a tágitás után még a ballonon és a ballonról levett állapotában is készítettünk felvételeket, hogy a radiális visszarugózás mértékét meg tudjuk határozni. A radiális visszarugózás (recoil) az az érték, amellyel az implantátum átmérője változik a kezdeti átmérőről – amikor a teljesen felfújott ballonon van – a végső, nyugalmi átmérőig, százalékban kifejezve. A két sztent mért és számított értékeit az 1. táblázat tartalmazza. A 32 mm-es sztent 38 gyűrűből áll, a táblázatban látható értékek az egyes gyűrűkön mért átmérők átlaga.

1. táblázat. A mintadarabokon mért átlagos átmérő és a radiális visszarugózás (recoil) mértéke

	12 bar	18 bar
Ballonon	2,380 mm	2,610 mm
Ballon nélkül	2,304 mm	2,585 mm
Gyártói adatok	2,25 mm	2,5 mm
Recoil	3,16%	0,97%

Az adatokból látható, hogy a sztent névleges és túltágított állapotában is nagyobb átmérőjű, mint amit a gyártó a sztent adatlapján feltüntet. Megállapítható, hogy a táglulási nyomás növelésével a radiális visszarugózás mértéke csökkent, valamint a sztent átmérője több mint 10%-kal növelhető a névleges adathoz képest.

3.2. Pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálatok

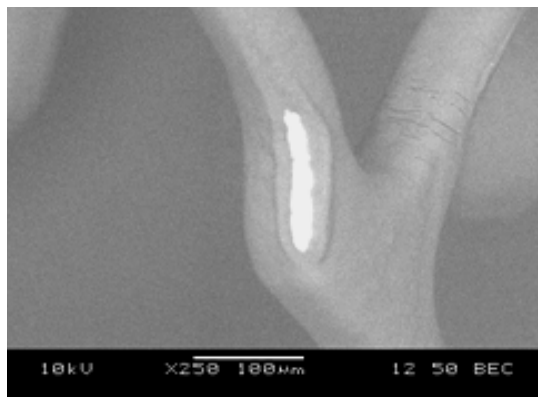
A pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálatok célja a sztentbevonat sérüléseinek feltárása volt. Mivel a sztent bevonata a hatóanyagból és egy polimer mátrixból áll, ezért a sérülések könnyebb észrevehetősége érdekében visszaszórt elektronképeket (azaz rendszám-kontrasztos képeket) készítettünk a két sztentről.

A túlnyomással tágitott sztenten szinte minden gyűrűn találtunk kisebb-nagyobb sérülést, ezzel szemben a névleges nyomással tágitott sztenten minden 4-5. gyűrűn találtunk olyan mértékű bevonatsérülést, ahol már a fémes felület is közvetlenül látható volt.

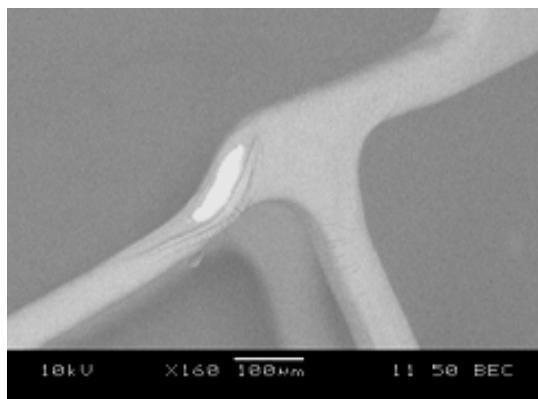
A dokumentált sérülések mennyiségén túl a méretük is a túltágított sztent esetében jelentősen nagyobb: akár 100-120 µm kiterjedésű (1-2. ábra), míg a névleges nyomással tágitott minta esetében a sérülések átlagos mérete 20-30 µm (3-4. ábra).

Az 1. ábrán bekarikázott területen a bevonat felszakadozásán túl a bevonat gyűrődése is látha-

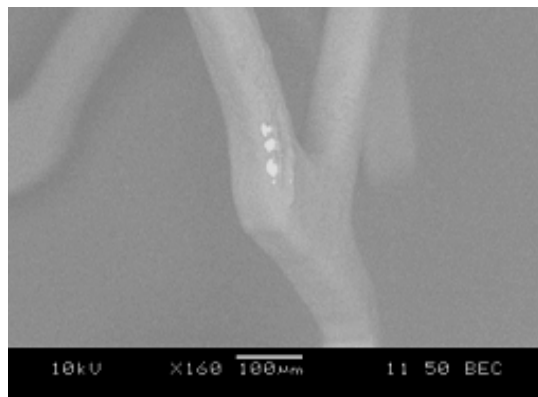
tó. A bevonat ilyen jellegű gyűrődését a névleges nyomással tágitott sztenten is több helyen figyeltük meg. A túltágított minta esetében több helyen is nem csak önálló sérüléseket, hanem több, apróbb sérülésből álló csoportokat is megfigyeltünk (5. ábra).



1. ábra. Bevonatsérülés a 18 barral tágitott sztent bordáján



2. ábra. Bevonatsérülés a 18 barral tágitott sztent bordáján



3. ábra. Bevonatsérülés a 12 barral tágitott sztent bordáján

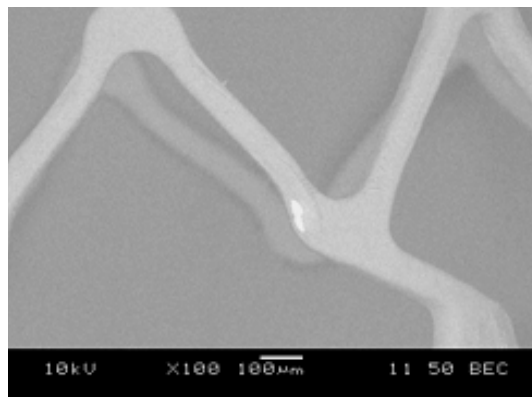
3.3. Korróziós mérések

A korróziósebesség meghatározásához potenciodynamikus méréseket végeztük el az MSZ EN ISO 10993-15:2009 szabványnak megfelelően. A korrózióvizsgálat előtt és után a sztentek tömegét is mértük.

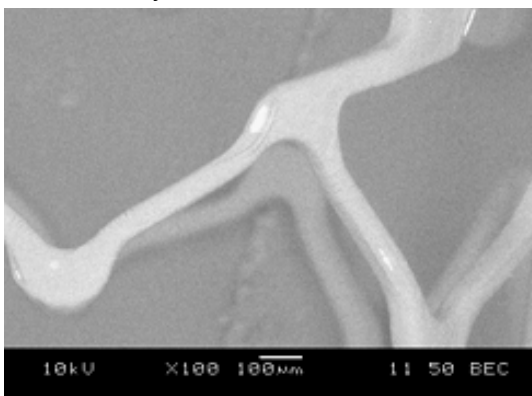
Ahogy az a 2. táblázatban is látszik, a mérés kezdetén és 2 órával később is a túltágított sztent korróziósebessége volt a kedvezőbb, de a névleges tágitású sztent korróziósebessége is nagyon jó korróziós tulajdonságokra utal. A két sztent tömege a mérések során változatlan maradt.

2. táblázat. A mintadarabokra számított korróziósebesség a mérés kezdetekor és 2 óra elteltével $\mu\text{m}/\text{év}$ mértékegységben

12 bar		18 bar	
0 óra	2 óra	0 óra	2 óra
0,0154	0,0096	0,0118	0,0090



4. ábra. Bevonatsérülés a 12 barral tágitott sztent bordáján



5. ábra. Bevonatsérülések csoportja a 18 barral tágitott sztent bordáján

4. Következtetések

A sztentek túltágításának hatása a funkcionális tulajdonságokra egy keveset vizsgált terület annak ellenére, hogy a klinikai gyakorlatban a névleges nyomásnál nagyobb történő tágítás gyakran fordul elő. Kutatásunkban vizsgáltuk a radiális visszarugózás mértékét, a bevonatsérüléseket, valamint a korróziósebességet két azonos gyártmányú és méretű koszorúerszent esetében.

Megállapíthatjuk, hogy a tágítási nyomás növelésével jelentős (több mint 10%-os) átmérőnövekedést érhetünk el, de a névleges nyomásnál is nagyobb tágulást értünk el, mint ahogyan az a gyártói adatlapon szerepel. A radiális visszarugózás a túltágítás hatására a harmadára csökkent, 18 bar tágítási nyomás esetén mindössze 0,97% a recoil mértéke.

A túltágított sztentek bevonata jelentősen sérült, szinte minden gyűrűn találhatóak kisebb-nagyobb felszakadozások, szemben a 12 barral tágított esetben, ahol csupán minden 4-5. gyűrűn látható sérülés. A bevonat „felgyűrődése” mindkét sztenten több helyen megfigyelhető.

A korróziósebesség mind a kezdeti, mind a 2 órás mérés végeztével a túltágított sztent esetében kedvezőbb.

Köszönetnyilvánítás

Jelen tanulmány az Emberi Erőforrások Minisztériuma ÚNKP-17-3-II kódszámú Új Nemzeti Kiválóság Program-jának támogatásával készült.

Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Berrocal D. H., González G. E., Fernández A., Perez S., Wilensky L., Morales C., Grinfeld L., Gelpi R.J.: *Effects of overexpansion on stents' recoil, symmetry/asymmetry, and neointimal hyperplasia in aortas of hypercholesterolemic rabbits*. Cardiovascular Pathology, 17/5. (2008) 289–296.
<https://doi.org/10.1016/j.carpath.2007.10.005>
- [2] Hoffmann R., Haager P., Mintz G.S., Kerckhoff G., Schwarz R., Franke A., Vom Dahl J., Hanrath P.: *The impact of high pressure vs low pressure stent implantation on intimal hyperplasia and follow-up lumen dimensions*. European Heart Journal, 22/21. (2001) 2015–2024.
<https://doi.org/10.1053/euhj.2001.2609>
- [3] Jaryl N., Foin N., Hui Ying Ang, Jiang Ming Fam, Sayan Sen, Sukhjinder Nijjer, Petraco R., Di Mario C., Davies J., Wong P.: *Over-expansion capacity and stent design model: An update with contemporary DES platforms*. International Journal of Cardiology, 221. (2016) 171–179.
<https://doi.org/10.1016/j.ijcard.2016.06.097>
- [4] Kuriyama N., Yoshio Kobayashi, Nakabumi Kuroda, Kartik Desai, Yutaka Yamamoto, Nobuyuki Komiyama, Issei Komuro, Fitzgerald P. J.: *Effect of coronary stent overexpansion on lumen size and intimal hyperplasia at follow-up*. The American Journal of Cardiology, 89/11. (2002) 1297–1299.
[https://doi.org/10.1016/S0002-9149\(02\)02330-5](https://doi.org/10.1016/S0002-9149(02)02330-5)

Cone-beam CT-képek alapján tervezett 3D-s albuminozott allograft kivitelezése

Construction of Albumin-Coated 3D Allograft Based on Cone-beam CT Images

Kónya János,¹ Kulcsár Klaudia²

Dent-Art-Technik Kft., Győr, Magyarország

¹ labor@dentarttechnik.hu

² kulcsar.klaudia@dentarttechnik.hu

Összefoglalás

A tanulmányban bemutatott 3D blokk termékek a szájsebészetben alkalmazott csonthiány pótlására szolgálnak ahhoz, hogy a szükséges csontalappal nem rendelkező páciensek számára lehetővé váljon az implantáció, amelyek kellő számú beültetésével rögzített fogpótlással akár a rágóképesség teljes helyreállítása lehetséges. A fogászati implantátumok beültetéséhez szükséges hiányzó csontszövet pótlása alveoláris és mandibuláris szájsebészeti albuminnal kezelt liofilizált humán csontszövet használatával történő rekonstrukció. A tanulmány hangsúlyt fektet a Cone-beam CT-felvétel (CBCT) elemzésére, tervezésére, feldolgozására, valamint a 3D-s albuminozott allograft megmunkálására, kivitelezésére. Emellett kiterjed a korábban és jelenleg használt csontpótló eljárásokra, valamint a BoneAlbumin és a megfelelő alapanyag ismertetésére és kiválasztására, a csonttömegpótlás hazai és külpiazi helyzetére, de ezek mellett tartalmaz esetbemutatót, illetve következtetéseket is.

Kulcsszavak: 3D blokk, allograft, BoneAlbumin, 3D bonegraft, humáncsont.

Abstract

The 3D block products presented in this study are used in dental surgery to provide bone replacement for patients who do not possess a sufficient amount of bone tissue for implantation. If dental implants are supported by a proper amount of allografts, the mastication ability of the patient can be totally restored. The required bone replacement for the insertion of dental implants is a reconstruction utilising lyophilized human bone tissue treated with alveolar and mandibular odontological albumin. This study puts emphasis on the analysis, planning and processing of Cone Beam CT images (CBCT), and on the machining and production three-dimensional albumin-coated allograft. The study also extends to former and current bone grafting techniques, and provides a review on BoneAlbumin and the selection of suitable materials. This paper also investigates the domestic and international bone grafting market. Furthermore, it contains a case study and conclusions.

Keywords: 3D block, allograft, BoneAlbumin, 3D bonegraft, human bone.

1. Bevezetés

A tanulmányban bemutatott 3D-s csont-blokk termékek a szájsebészetben alkalmazott csonthiány pótlására szolgálnak ahhoz, hogy a szükséges csontalappal nem rendelkező páciensek számára lehetővé tegyék a hagyományosnak nevezett körszimmetrikus implantátumok használatát,

amelyek kellő számú beültetésével rögzített fogpótlással a rágóképesség teljes helyreállítása lehetséges. A csontblokkok segítségével előre tervezett módon tudjuk helyreállítani a maxilla és a mandibula hiányzó anatómiai részleteit, amelyek csont elvesztésből, csontleépülésből vagy balesetből származnak.

A gyártás folyamata azzal kezdődik, hogy a megrendelő szájszészettől beérkezik laborunkba az adott páciensről egy Cone-beam CT-felvétel (CBCT). Ezt követi a CBCT-felvétel elemzése, majd meghatározásra kerül a pótlendő csonthiány és az elhelyezendő implantátumok száma, típusa és mérete. A megvalósításban a következő lépés a modellezés, ahol a CBCT-felvétel virtuális feldolgozása, a hiányzó csont modellezése, az implantátumok és végső fogmű tervezése történik.

Ezt követi a tervezés, ami után a tervek szakorvosi ellenőrzése történik. A konzultációt követően az esetleges módosítások elvégzése után a csontalapanyag kiválasztása történik.

Ez tulajdonképpen a gyártás előkészítését foglalja magába. Majd az egyik legfontosabb és legmeghatározóbb lépés, a megmunkálás következik. Erre úgynevezett tiszta körülmények között kerül sor, majd a megmunkált csontszövet a szövetbankba visszaszállításra kerül a megfelelő utókezelésre. A folyamat legutolsó lépése a műtét, amikor szájszészeti beavatkozás során az egyéni szabott csontblokk beültetésre kerül.

A tanulmányban részletesen bemutatott csontelemek egyediségét a műtétet megelőző virtuális tervezés, az egyedi megmunkálás, az albuminos kezelés adja, mely csökkenti a beavatkozás traumáját, elősegíti és felgyorsítja a gyógyulást, valamint lerövidíti az átépülés időtartamát. Ezek összességének köszönhetően megvalósul az implantációs területen a tervezett csontvolumen, így a csontblokkok segítségével előre tervezett módon tudjuk helyreállítani a maxilla és a mandibula hiányzó anatómiai részleteit.

2. Korábbi, illetve jelenleg ismert módszerek rövid bemutatása

A csonthiányok pótlására, feltöltésére különböző emberi vagy állati eredetű, illetve szintetikus anyagok alkalmazása vált gyakorlattá. A csonthiányos állapot megváltoztatására négy lehetséges módszer áll rendelkezésre.

Az első módszer, amikor a csontot csontmegmunkálással tesszük alkalmassá. Ilyenkor a páciens meglévő állcsontgerincének plasztikus átalakítása történik, azzal a céllal, hogy lehetővé tegyék a kívánt implantátum behelyezését.

A második módszer a csontpótlás (graft) alkalmazása. A csontpótláskor alkalmazott anyagok a származásuk szerint négy különböző csoportra oszthatók:

Autograft – A graft ugyanabból a személyből származik;

Allograft – A donor és a recipiens ugyanazon faj két, genetikailag nem megegyező egyede;

Xenograft – A graft más fajból származik, mint amelybe beültetésre kerül;

Szintetikus anyagok – Hydroxiapatit, biokerámia, béta-tricalcium-foszfát, kalcium-szulfát.

A harmadik módszer az, amikor a csontmegmunkálást és a csontpótlást együttesen alkalmazzák és használják. Ilyenkor a szájszészettek a műteti technikát illetően laterális augmentációt, sinus liftinget, illetve bone splittinget (csonthasítás) alkalmaznak. A felhasználható csontpótló anyagok lehetnek autograft, allograft, xenograft, illetve szintetikus anyagok.

A negyedik módszer az úgynevezett irányított csontregenerációs (GBR) technika használata. Ennek a módszernek a keretében felszívódó és a nem felszívódó membránokat használnak [1].

A szájszészeti gyakorlatban korábban, illetve jelenleg a legelterjedtebb a saját csont (forgács vagy csontblokk), a szintetikus kalcium-foszfát alapú, illetve az állati eredetű granulátumos csontpótló.

Az eddigi alkalmazások során a legjobb minőségű csontpótló anyagnak a saját csont, azaz autograft bizonyult. Azonban ennek a lehetősége nagyon korlátozott, hiszen a csontpótlásra olyan pácienseknél van szükség, akiknél csonthiány áll fent. Ezáltal nem áll rendelkezésre kellő mennyiségű csontvolumen, így általában a saját csont más csontpótló anyagok kiegészítésével kerül beültetésre.

Ebben az esetben a saját csontot több vagy másik területről szokták kinyerni. A kis mennyiségű csonttól egészen a nagy csontmennyiség szükségletéig általában a beültetés műteti területéről vagy annak környezetéből kerül kivételre az autograft.

Azonban ha rendkívül nagy mennyiségű saját csontra van szükség, akkor a páciens csípőcsontjából való csontforgácsot, vagy csontblokkot alkalmaznak a beültetés során.

Emellett napjainkban az egyszerű használat, a gyakorlati tapasztalat és a műteti sikeresség miatt kezd a gyakorlatban ismertté, valamint alkalmazottá válni az albuminozott allograft csontpótló anyag.

A tanulmány a következő pontokban főként ennek megvalósítására és lehetőségeire tér ki.

3. A megfelelő alapanyag kiválasztásának részletes bemutatása

3.1. BoneAlbumin

A BoneAlbumin humáncsont allograft kutatásával Dr. Lacza Zsombor PhD ortopédsebész, kutatóorvos, illetve az új eljárást kidolgozó munkacsoport vezetője foglalkozik. A kutatások 2006 óta folynak, kezdetben állatkísérletekkel, illetve anyagvizsgálattal kezdődtek. Ezt követték a megfelelő engedélyek megszerzése után az első humán beültetések. A sikeres laboratóriumi, klinikai és szövettani eredmények után megalapításra került az OrtoSera Dental cég. 2015-ben indultak el a fogászati, szájsebészeti, illetve implantológiai vizsgálatok [1].

„A hagyományos allograftok, xenograftok, szintetikus anyagok, tulajdonságaikat tekintve, mind csökkentebb értékűek, mint a saját csont, emiatt mindkét eljárási tendencia (a saját és a nem saját csont) rendelkezik előnyökkel és hátrányokkal.” [2]

„Ezen két eljárási lehetőség előnyeit igyekszik ötvözni az az új eljárás, melynek során élő, egyébként kivizsgált emberből, ortopédiai műtét során kivett csontból állítanak elő alloplastikus anyagot, melyet megfelelő eljárásokat követően albuminnal kezelnek. Az így létrehozott BoneAlbumin egy, az előzőektől jelentősen különböző tulajdonságú anyagként került a fogászati implantológia eszköztárába (Skaliczki G. és mtsai – 2013, Klára T. és mtsai – 2014, Horváthy D. és mtsai – 2016, Schandl K. és mtsai – 2016)” [1].

A kutatásoknak, illetve vizsgálatoknak köszönhetően megállapításra került, hogy a BoneAlbumin számos pozitív tulajdonsággal, illetve előnnyel rendelkezik. Aktív hatóanyagnak bizonyult, jelentős szerepe van a regenerációban, gyorsítja a csontosodást, kedvező felületet biztosít a progenitor sejtek kitapadásához, további albumintermelést indukál, valamint csökkenti és gátolja a baktériumok és kórokozók elszaporodását.

3.2. Alapanyag

„A győri megyei kórházban tevékenykedő Nyugat-magyarországi Regionális Szövetbank szakemberei dr. Csöngé Lajos vezetésével csontélettani, csontszövetetani vizsgálatokon és eljárásokon keresztül tanulmányozták az albuminnal kezelt humán allograft tulajdonságait, viselkedését, az egyes csontpótló fajták előállításának fontosabb lépéseit. Megállapításuk szerint az ideális csontdonor nem idősebb 40 évnél, az előállításához pedig spongiosa vagy corticospongiosa részre van

szükség. A csontörlemény, granulátum szemcsemérete különböző lehet, 0,5 mm-nél kisebb, 1,5 mm – 2 mm közötti, illetve 2 mm-nél nagyobb. A csontblokkokat pedig az előre megadott méretben lehetséges előállítani. A csontpótlógyártás során – Urist protokoll szerint – az emberi preparátumból nyert csontot dezantigenizálják, részlegesen dekalcinálják, önmésztésen, majd kémiai sterilizáláson vezetik keresztül. Ezt követően történik az albumin hozzáadása a preparátumhoz. A csontgraft beépülését segíti a BoneAlbumin graft összeokondukciós, oszeoindukciós és osteogenezist indukáló hatása” [1].

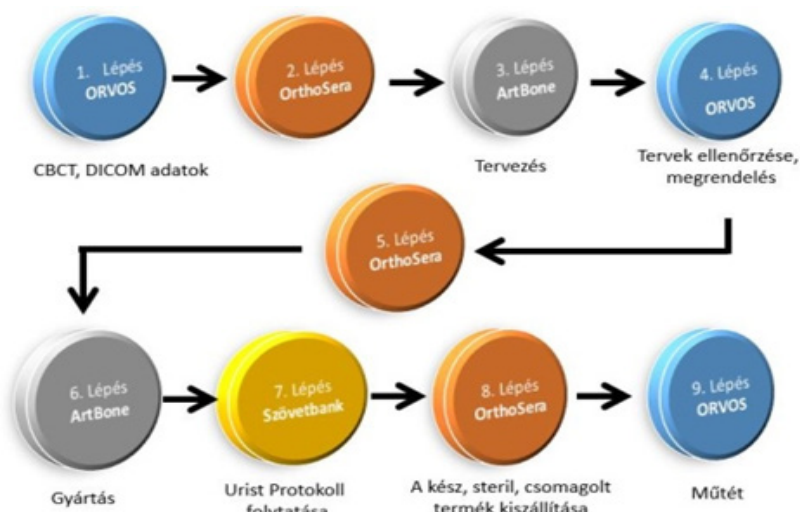
Ami a felhasználás liberalizációját illeti, a BoneAlbumint 2010 óta alkalmazzák sikeresen az ortopédiai területen, a szájsebészeti alkalmazása, felhasználása 2015. március óta, a sikeres fogászati vizsgálatokat követően egyre gyorsabb ütemben terjed.

3.2.1. A megfelelő alapanyag kiválasztása a CBCT alapján tervezett 3D-s kivitelezésű albuminozott allografthoz

A fogászati implantátumok beültetéséhez szükséges hiányzó csontszövet pótlása, alveoláris és mandibuláris szájsebészeti felületrekonstrukció albuminnal kezelt liofilizált humán csontszövet használatával történik. A traumatológiai sebeszet, az ortopéd sebeszet a humáncsontszövetet több évtizede sikeresen használja különböző csontszerkezet-hiányossággal rendelkező rekonstrukciós műtéteknél.



1. ábra. Jelöléssel ellátott csontszövet megmunkálás előtt



2. ábra. Tervezési és kivitelezési folyamatára

A csontblokk-előkészítés és végső sterilizálás fiziológias módja szabályozott körülmények között történik a Petz Aladár Megyei Oktató Kórház szövetbankjában, ahol a liofilizált csontszöveteket egy, a csomagoláson feltüntetett anatómiai dokumentációval látják el. Ezen jelölik a csontszövet előkészítési állapotát, a struktúráját, valamint a donációs csontelem anatómiai részét.

A győri Petz Aladár Megyei Oktató Kórház rendelkezik a termék előállításához szükséges ISO- és MEES-tanúsítványokkal, mely a csontszövet előkészítését, valamint a steril csomagolását jelenti. Az alapanyagként szolgáló humán csontszövet az 1. ábrán látható csomagolásban érkezik meg a laborba megmunkálásra.

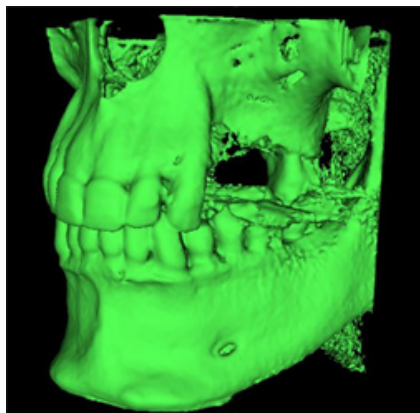
4. A szájsebészetben alkalmazott csontblokk megvalósítási lépéseinek részletes bemutatása folyamatára segítségével a kivitelezést végző fogtechnikai labor szemszögéből

A tervezési és kivitelezési folyamatot részletesen a 2. ábra mutatja be.

4.1. Elemzés

A gyártás folyamata azzal kezdődik, hogy a megrendelő szájsebésztől beérkezik laborunkba online, e-mailen, CD-n vagy egyéb elektronikus adathordozón, illetve elektronikus formában az adott páciensről egy CBCT-felvétel. Egy CT-elemző szoftverben, előzetes tanulmányozás után, kinyerjük azokat a rétegeket, azt a csontfelszínt,

amire a csontpótlás tervezéséhez szükségünk van (3. ábra). Ezt a folyamatot a legjobb eredmény érdekében két különböző szoftverben is elvégezzük. Ezt követi az elemzés, amelynek keretében megvizsgáljuk a kinyert csontfelszínt, majd meghatározásra kerül a pótlandó csonthiány és az

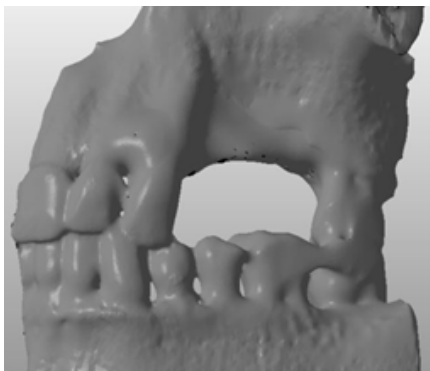


3. ábra. A CBCT felvételtől kinyert STL csontfelszín

elhelyezendő implantátumok száma, típusa és mérete. [3, 4]

4.2. Virtuális modellezés

A modellezés során egy fogászati tervező szoftverben a CBCT-felvétel felhasználásával készült csontfelszínre elkészítjük az ideális fogművet, figyelembe véve az esztétikai, mechanikai, funkcionális és antagonista viszonyokat (4. ábra). Az elkészült ideális fogmű felhasználásával pozicio-

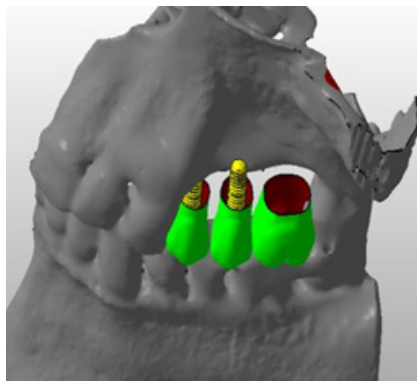


4. ábra. Virtuálisan korrigált STL-csontfelszín

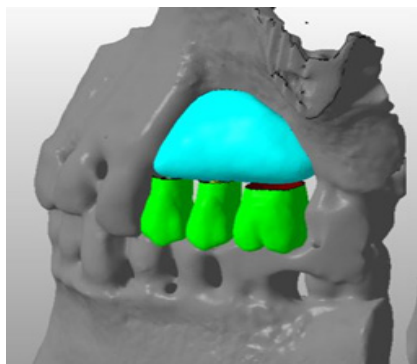
náljuk a csontban a korábban a szájbélsz fogorvos által meghatározott számú és típusú implantátumot (5. ábra) [5, 6].

4.3. Tervezés

A korábban kinyert csontfelszín és az általunk készített ideális fogmű komplex 3D-s virtuális modelljét egy újabb tervező szoftver felhasználásával készítjük el (6. ábra). Ezen tervek elkészítése-



5. ábra. Fogmű és implantátumok helyzetének tervezése

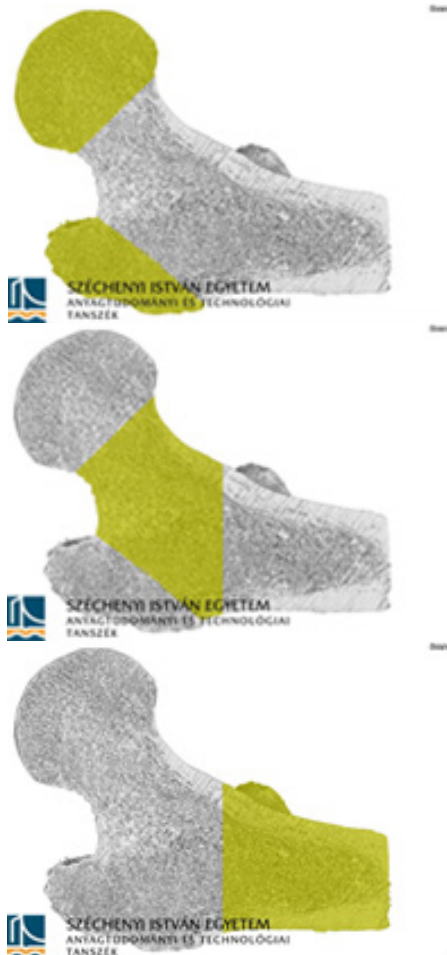


6. ábra. A tervezett csontpótlás

kor számos tényezőt figyelembe kell venni. Egyik legfontosabb és legmeghatározóbb a pótlandó csontmennyiség, a csontblokk mérete. A tökéletes integráció teljes mértékben befolyásolja a tervezést, hiszen a méretek kialakításakor számolni kell az esetleges csontvesztéssel. Ezek mellett a második fontos tényező a csontblokk határvonalainak meghatározása. A tökéletes határok megállapításához az úgynevezett „nil nocere” elvet alkalmazzuk. Emiatt a tervezéskor figyelembe vesszük a szomszédos fogakat, a meglévő csontdimenziókat, az ideg- és nyálkahártya-viszonyokat. [7-9]

A fent említett tényezők mellett ebben a szakaszban kerül sor a tervek szakorvosi ellenőrzésére, kiegészülve a megrendelő szájbélszrel folytatott konzultációval.

4.4. A csontblokk megmunkálása



7. ábra. A trabecularis szerkezet osztályozása

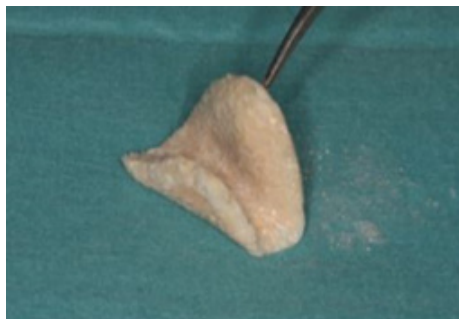
A megmunkálás úgy kezdődik, hogy az elfogadásra került, tervezett geometriájú és volumenű csontelem gyártás-előkészítésre kerül, a gyártáshoz szükséges méretű és trabecularis szerkezetű (7. ábra) csontblokk kiválasztásával. A kivitelezés a Dent-Art Technik által kifejlesztett speciális microretenciós felületrögzítéssel, segédanyag használata nélkül valósul meg. A virtuális orientáció meghatározása után a 3D-s megmunkáló központ nullponti befogásához illesztjük (8. ábra).

A megmunkálás „tisztá” körülmények között történik. Az implantációhoz szükséges csontblokk kialakítása tisztított, vizes csiszolással, összetett él geometriájú, gyémánt bevonatú szerszámokkal történik. Ez az eljárás a legjobb és legmegfelelőbb, hiszen ha faragással, marással, szárazon történne a megmunkálás, akkor nagymértékben sérülne a csont szerkezete. A csiszolás által elkerüljük a trabecularis szerkezet túlzott erózióját. Ennek a folyamatnak az időtartama 25-45 perc.

A megmunkálás után a rögzítőcsap helye eltávolításra kerül a formázott csontelemről, majd az illeszkedést és behelyezhetőséget vizsgálattal végezzük el valós körülmények között, a csontfelületről készült 3D-s nyomtatott, sterilizálható modell segítségével (9. ábra).



8. ábra. Megmunkálásra előkészített csontblokk a gépbe helyezésre



9. ábra. A megmunkált csontblokk

A csontblokk ezek után csomagolásra kerül a szükséges dokumentációval, és visszakerül a szövetbankba utókezelésre, azaz tisztításra, sterilizálásra, liofilizálásra és diffúziós albuminos bevonásra.

4.5. Műtét

A tanulmányban részletesen bemutatott 3D-s tervezésű és megmunkálású csontblokk használata esetén a műtétkor nincs szükség jelentősebb csontfelületi korrekciókra, hiszen a virtuális modellezésnek köszönhetően olyan pontos az előállított csontblokk, hogy azonnal tökéletesen a helyére illeszthető. A recipiens, azaz a csontpótlandó felületen a rögzítés titán mikrocavákkal történik, amelyek a későbbi implantátumok beültetésekor eltávolításra kerülnek (10. és 11. ábra).

A csontblokk vaszkularizációját, beépülését nagymértékben meggyorsítja és biztonságosabbá teszi az, hogy nagy felületen történik az illeszkedés, illetve érintkezés. Az ilyen szájszöveti műtétek esetében, amikor a tanulmányban bemutatott allograftot alkalmazzák, nem szükséges a csonthiány megszüntetésére szolgáló pótlást granulátummal kiegészíteni, hiszen ez az eljárás biztonságosabb és gyorsabb, mint amikor a páciensnél a saját csontblokkból nyert pótlást alkalmazzák. Azonban ennél az eljárásnál rendkívül fontos, hogy a műtét végén a seb feszülésmentes



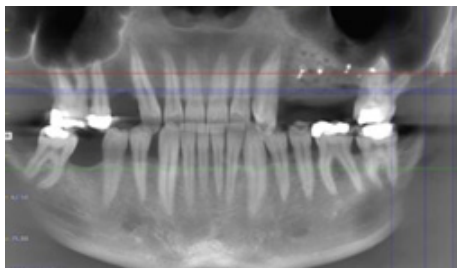
10. ábra. Recipiens terület beültetés előtt, perforálva (Dr. Csák Csaba)



11. ábra. A behelyezett, rögzített csontblokk (Dr. Csák Csaba)



12. ábra. Feszmentes lebennnyel zárt műtési terület (Dr. Csák Csaba)



13. ábra. Műtét utáni CBCT-kontroll (Dr. Csák Csaba)

lebennnyel, nyálkahártyával legyen zárva, valamint másik fontos műtési tényező, hogy antibiotikumos védelem szükséges (12. és 13. ábra).

5. A tanulmányban bemutatott eljárás, illetve csontelemek hazai és külpiaci helyzete

A termékünk speciális helyzetben van, nemzetközi piacon való megjelenése az adott ország egészségügyi és donációs törvényeit figyelembe véve lehet forgalomba hozni, mivel a mi termékünk emberi donorból származó csontszövet feldolgozásából jött létre, ezért nem csupán az előzőekben megfogalmazott, hanem vallási értelmezés is gátat szabhat neki.

Magyarországon elsők között liberalizálták a csontszövet ilyen jellegű felhasználását.

Külpiaci terméként német cég gyárt hasonló terméket (Botiss), amely élő donorokból származó csontalapanyaggal dolgozik (comb-csontműtéknél felszabaduló alapanyagot használ fel). Ez a cég nem alkalmaz a csonton semmilyen szövetnövekedést, befogadást serkentő, beépülést generáló segédanyagot. A serkentő segédanyagok használata mellett az általunk megformált csontblokk klinikai beépülése gyorsabb és hatékonyabb.

A csontblokk alapanyagát több külföldi cég is előállítja, de a megfelelő 3D-s megmunkálását európai szinten csak egy cég végzi.

Elsődleges célunk a hazai piac kielégítése. Magyarország nagyon jó helyet foglal el a fogászati turizmusban, ebből kifolyólag a beültetett implantátumok száma magas. Az általunk készített műtési csontpótló segédlet tovább tudja fokozni az implantátumok beültetésének, helyben maradásának vagy tartósságának az esélyeit.

A termék forgalmazását az albuminos kezelést szabadalmaztatott cég végzi. Külpiaci megjelenése, széles körű reklámja, a termékben rejlő lehetőségek megismertetése egész Európában megkezdődött. A törvényi előírásokat, illetve a szkeptikus véleményeket a szaporodó műtési beavatkozások sikere fogja megváltoztatni.

A termék kutatási és kísérleti fázisban van, melynek pozitív eredményei további fejlesztésre és technológiai tökéletesítésre köteleznek minket. Többek között a termék továbbfejlesztését, a tervezett implantátumok későbbi behelyezését segítő műtési sablonok készítésével, valamint az ehhez kapcsolódó azonnali ideiglenes pótlások elkészítésével kívánjuk bővíteni. A piaci bevezetés kezdetén vagyunk, viszont óriási érdeklődés kíséri a témában történő kutatásainkat, műtési eredményeinket.

6. Következtetések

Ahogy a tanulmányból kiderül, egy sok lehetőséget magában hordozó új csontpótlási eljárásról van szó. Mivel nagyon korszerű és innovatív technológiáról beszélünk, rendkívül sok előnnyel rendelkezik a többi csontpótlási eljárással szemben. A CBCT-felvétel alapján tervezett 3D-s albuminózott allograft kivitelezésének előnyei a BoneAlbumin pozitív tulajdonságaiból, illetve a 3D-s virtuális tervezés által biztosított széles spektrumú megoldásokból származik.

A humán allograft egyik legfontosabb előnye, hogy tökéletes szöveti integrációval rendelkezik. Ennek következtében gyorsabban indul meg a csont beépülése és regenerációja. Ez a kedvező folyamat azt eredményezi, hogy akár 3 hónap alatt megtörténhet az átépülés, így a megalkotott csontpótló terület teljes mértékben alkalmas lesz az implantátum befogadására. A csontpótló anyag beépülése során az eredeti szövetstruktúrával csaknem megegyező csontszerkezet alakul ki, amely ideális értékeket mutat a denzitásban, a keménységben és a szilárdságában.

További előnye, hogy a graft-host határon kisebb a demarkáció. A páciens szempontjából nagyon fontos, hogy műtét után enyhébb a posztoperatív fájdalom. Azonban ezek mellett nem elhanyagolható az sem, hogy az operáció során könnyebb és gyorsabb az applikáció.

Mivel a blokkot nem kell műtét közben a fogadó felülethez alakítani, valamint nem szükséges pinnel rögzíteni a membránt, ezáltal lényegesen rövidül a műteti idő. A donor és a recipiens csontfelszín szoros és nagy felületű találkozásának köszönhetően gyorsabban és biztonságosabban megy végbe a vaszkularizáció.

Valamint nem utolsósorban szintén kedvező tulajdonság és fontos szempont, hogy nem kell második műtétet végezni a donorterületen, így rövidebb a kezelési idő is.

Az előnyök másik részét a 3D-s virtuális tervezés által biztosított széles körű megoldási lehetőségek adják. Maga a virtuális tervezés a többféle fogászati, általános alkalmazású és ipari felhasználású szoftver segítségével biztosítja a tökéletes modellt, az implantátum tervezését és az ideális fogmű elkészítését. A CBCT-felvételek szolgálnak a virtuális tervezés, valamint modellezés alapjaként.

A szoftveres tervezés egyik legfontosabb előnye, hogy lehetőség van a CBCT-készülék által generált zajok, árnyékok, képzavarok és artifaktok szűrésére, ezáltal biztosítva a pontosabb illeszkedési felszínt a tervezni kívánt csontpótláshoz. A virtuális tervezésben rejlő szinte végtelen opcióval ideálisan, a páciens számára a legtökéletesebben meg tudjuk tervezni a beültetett csontblokkok pontos méretét és helyzetét. A szoftverek által nyújtott mobilitás azért is előny, mert különböző szimulációkat lehet végezni, ezzel megakadályozva az esetleges nem várt következményeket. Továbbá lehetővé teszi több jó megoldás esetén az összehasonlítást és segít megtalálni az ideált.

Összességében elmondhatjuk, hogy a BoneAlbumin forradalmian új biológiai technológiájának, valamint a 3D-s virtuális tervezésnek köszönhetően az általunk a páciens számára létrehozott egyedi geometriával rendelkező csontblokk lehetőséget ad a rágóképeség helyreállítására. Ezáltal a páciens rendezett, funkcionális protetikai helyreállítása valósul meg, amely teljes közérzetjavulást eredményez.

Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Gáspár L.: *Csontmegmunkálás és csontpótlás az implantológiában*. Dental Press Hungary Kft., Budapest, 2016.
- [2] Gáspár L.: *BoneAlbumin human allograft alkalmazásának tapasztalatai*. Implantológia, 14/1. (2017) 46–56.
- [3] Aranyarachkul P., Caruso J., Gantes B., Schulz E., Riggs M., Dus I., Yamada J. M., Crigger M.: *Bone density assessments of dental implant sites: 2. Quantitative conebeam computerized tomography*. International Journal of Oral & Maxillofacial Implants, 20/3. (2005) 416–424.
<https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/15973953>
- [4] Shahlaie M., Gantes B., Schulz E., Riggs M., Crigger M.: *Bone density assessments of dental implant sites: 1. Quantitative computed tomography*. International Journal of Oral & Maxillofacial Implants, 18/2. (2003) 224–231.
<https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/12705300>
- [5] Gonda T., Kamei K., Maeda Y.: *Determining favorable maxillary implant locations using three-dimensional simulation software and computed tomography data*. International Journal Prosthodontics, 30/1. (2017) 58–61.
<https://doi.org/10.11607/ijp.4972>
- [6] Moriawaki H., Yamaguchi S., Nakano T., Yamanishi Y., Imazato S., Yatani H.: *Influence of implant length and diameter, bicortical anchorage, and sinus augmentation on bone stress distribution. Three-dimensional finite element analysis*. International Journal of Oral & Maxillofacial Implants, 31/4. (2016) 84–91.
<https://doi.org/10.11607/jomi.4217>
- [7] Kober C., Hellmich C., Stübinger S., Zeilhofer H. F., Sader R.: *„Anatomical simulation” of the biomechanical behavior of the human mandible*. International Journal of Computerized Dentistry, 18/4. (2015) 333–342.
<https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/26734667>
- [8] Oh T. S., Park J. S., Choi J. W., Kwon S. M., Koh K. S.: *Risk factor analysis of bone resorption following secondary alveolar bone grafting using three-dimensional computed tomography*. JPRAS 69/4. (2016) 487–492.
<https://doi.org/10.1016/j.bjps.2015.11.002>
- [9] Kiling, Y., Erkmén E., Kurt A.: *Biomechanical evaluation of different fixation methods for mandibular anterior segmental osteotomy using finite element analysis, Part two: Superior repositioning surgery with bone allograft*. Journal of Craniofacial Surgery, 27/1. (2016) 36–40.
<https://doi.org/10.1097/SCS.0000000000002173>

Az ultrahangos hegesztés hatásának elemzése a szövetszerkezetre

Analysis of the Effect of Ultrasonic Welding on Microstructure

Kovács Tünde,¹ Pinke Péter²

^{1,2} Óbudai Egyetem, Bánki Donát Gépész és Biztonságtechnikai Mérnöki Kar, Anyag és Gyártástudományi Intézet, Anyagtechnológiai Intézeti Tanszék, Budapest, Magyarország

¹ kovacs.tunde@bgk.uni-obuda.hu

Összefoglalás

Az ultrahangos hegesztés szövetszerkezetre gyakorolt hatásának vizsgálatával már foglalkoztak, mivel ez a szövetszerkezeti változás számos tényezőtől, a hegesztési paraméterektől és az alapanyagtól is függ [1, 2]. A vékony lemezeket hideghengerléssel gyártják, mely rendezettséget okoz a szemcseszerkezetben. A hegesztés során keletkező hő újrakristályosodást okozhat a hőhatásövezetben. Az újrakristályosodás különböző mechanikaitulajdonság-változást eredményez a hőhatásövezetben. A hegesztett szerkezet mechanikai tulajdonságai függenek a szövetszerkezettől. Ebben a munkában elemezni kívántuk az ultrahangos hegesztés hatását a kötésben és a hőhatásövezetben (HHÖ) [3, 4].

Kulcsszavak: ultrahangos hegesztés, hőhatásövezet (HHÖ), újrakristályosodás, varrat.

Abstract

Ultrasonic welding is very useful for joining thin metal sheets [1, 2]. The ultrasound effect on microstructure is currently not well understood because the changes produced depend very much on the welding parameters and the properties of the metal being considered. Thin sheets formed by cold rolling acquire a special grain structure. During the welding process the heat produced causes recrystallization; even where heat is not applied in the joining process the recrystallization process alters the mechanical properties within the heat affected zone (HAZ). The mechanical properties of the welded samples depend on the microstructure. In this work we analyse the ultrasonic welding effect on the joint and the HAZ [3, 4].

Keywords: ultrasonic welding, heat affected zone (HAZ), recrystallization, joint.

1. Bevezetés

A hegesztés napjaink egyik leggyakrabban alkalmazott kötéstechnológiája. A hegesztésre különböző eljárások ismertek, melyek két fő csoportra oszthatók. Az ömlesztőhegesztés során a hegesztendő anyag megolvad, így olvadék állapot jön létre, amely kristályosodással létrehozza a kötést. A másik a sajtolóhegesztések csoportja, melyen belül számos eljárásváltozat ismert. Ezeknél az eljárásoknál sajtolóerő alkalmazásával történik a kötés létrehozása, miközben hő közlünk, esetleg

a folyamat során hő keletkezik. Ez a hő sok esetben nem okozza az alapanyag megolvadását, de segít a kötés kialakításában. Ultrahangos hegesztés során a hő a nagyfrekvenciás ultrahang és a szorítóerő alkalmazásának hatására keletkezik.

2. Ultrahangos hegesztés

Rövidítése az angol Ultrasonic Welding kifejezésből származik (USW). Olyan hideghegesztési eljárás, mely helyi, nagy frekvenciájú rezgési energiából keletkezett súrlódással hoz létre kötést

két összeszorított munkadarab között. Amennyiben a kötést két fém között hozzuk létre, az eljárás elnevezésének rövidítése UMW-re vagy USMW-re (az angol Ultrasonic Metal Welding kifejezés után) változik. Az ultrahangos hegesztés magába foglal egy komplex kapcsolatot a hegesztési területen létrehozandó statikus nyomóerővel, az oszcilláló nyíróerővel és a közepes hőmérséklet-emelkedéssel. Ezen hatások együttes fellépése és természetesen a hegesztendő anyagok minőségének, felületének és vastagságának megfelelő összessége szükséges az ultrahanggal történő hegesztett kötés kialakításához [3, 4].

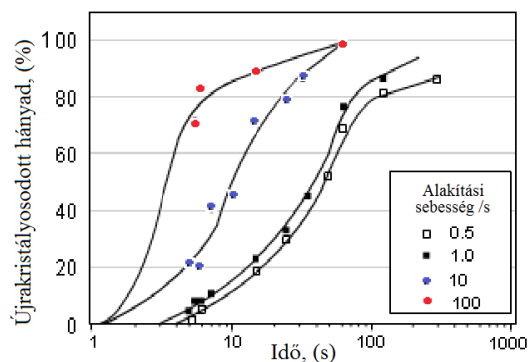
3. Újrakristályosodás

Az ultrahangos hegesztés általában vékony lemezek esetén alkalmazott kötéstechnológiai eljárás. A folyamat során igen nagy hőmérséklet keletkezhet, mely újrakristályosodást okozhat.

Az újrakristályosodást befolyásoló tényezők a következők lehetnek:

- hőmérséklet (termikusan aktivált folyamat);
- hevítés sebessége;
- hevítés ideje;
- alakváltozás mértéke;
- alakváltozás sebessége;
- kezdeti szemcse nagyság;
- második fázisú részecskék;
- oldott anyagok mennyisége és minősége;
- alakítás előtti és utáni textúra.

Az alkalmazott hegesztési eljárás során igen nagy sebességű alakítás jön létre, hiszen a kötést nagyfrekvenciás hangrezgással hozzuk létre. Az alkalmazott frekvencia (20 000 Hz) súrlódást okoz és nagysebességű alakváltozást. Az alakváltozási sebesség növelése a rekristallizáció sebességének növelését eredményezi (1. ábra).



1. ábra. Az alakítási sebesség és az újrakristályosodás kapcsolata [5]

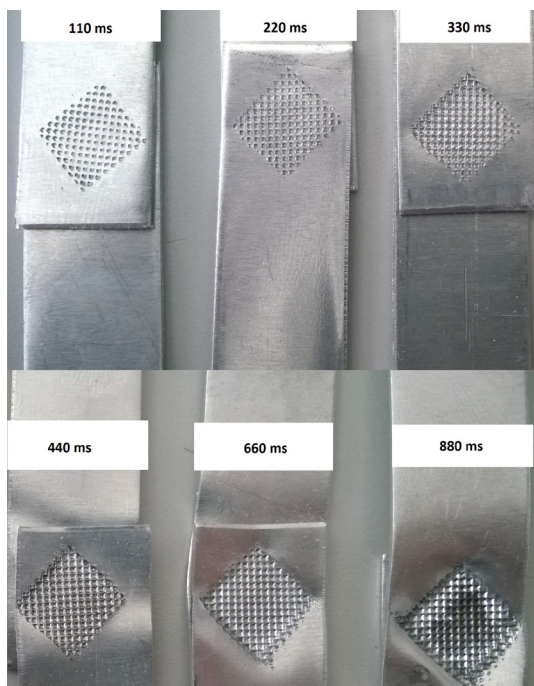
Ismert, hogy az újrakristályosodást főként a hőmérséklet és a hőtartás ideje befolyásolja. Kísérleteink során sem nagy hőmérsékletet, sem hosszú hőtartási időt nem értünk el, mégis azt tapasztaltuk, hogy a szövetszerkezetben a szemcsék mérete és alakja megváltozott az alapanyag szemcse szerkezetéhez képest [6, 7].

4. Kísérletek

A kísérleteket különböző idejű hegesztési idők alkalmazása mellett végeztük. Az elkészült darabok a 2. ábrán láthatóak. A hegesztési időket az 1. táblázatban foglaltuk össze.

Az alkalmazott alapanyag alumíniumötvözet (EN AW 1050A H24). A hegesztés során alkalmazott többi paramétert (2. táblázat) nem változtattuk.

A különböző hegesztési idővel készített kötések vizuális vizsgálata során látjuk, hogy jelentős deformációk is felléptek (2. ábra). Az 1–3. jelű darabok szemrevételezéssel elfogadhatóak voltak, míg a 4–6. jelűek már a deformáció mértéke miatt eltérést mutattak. A 6-os jelű darab felületén égési foltokat látni, mely a darab túlmelegedésére utal. A szemrevételezés eredményeként megfelelőnek tartott darabokon nyíró-szakító vizsgálatot, majd a varrat keresztmetszet makrovizsgálatát végeztük.



2. ábra. Különböző hegesztési idővel végzett kísérletek eredményei

tük el. A makrovizsgálata során észrevettük, hogy a szemcsék mérete és alakja igen sok eltérést mutatott az eredeti alapanyag szerkezetéhez képest.

A 3. ábra mutatja a hegesztés hatására létrejött mikroszerkezeti változásokat. A hosszabb hegesztési idő és az ezzel együtt járó nagyobb hőmérséklet hatására a varratban és hőhatásövezetben egyrészt a szemcsék deformációja, másrészt újrakristályosodás és szemcsedurvulás jött létre.

5. Eredmények és következtetések

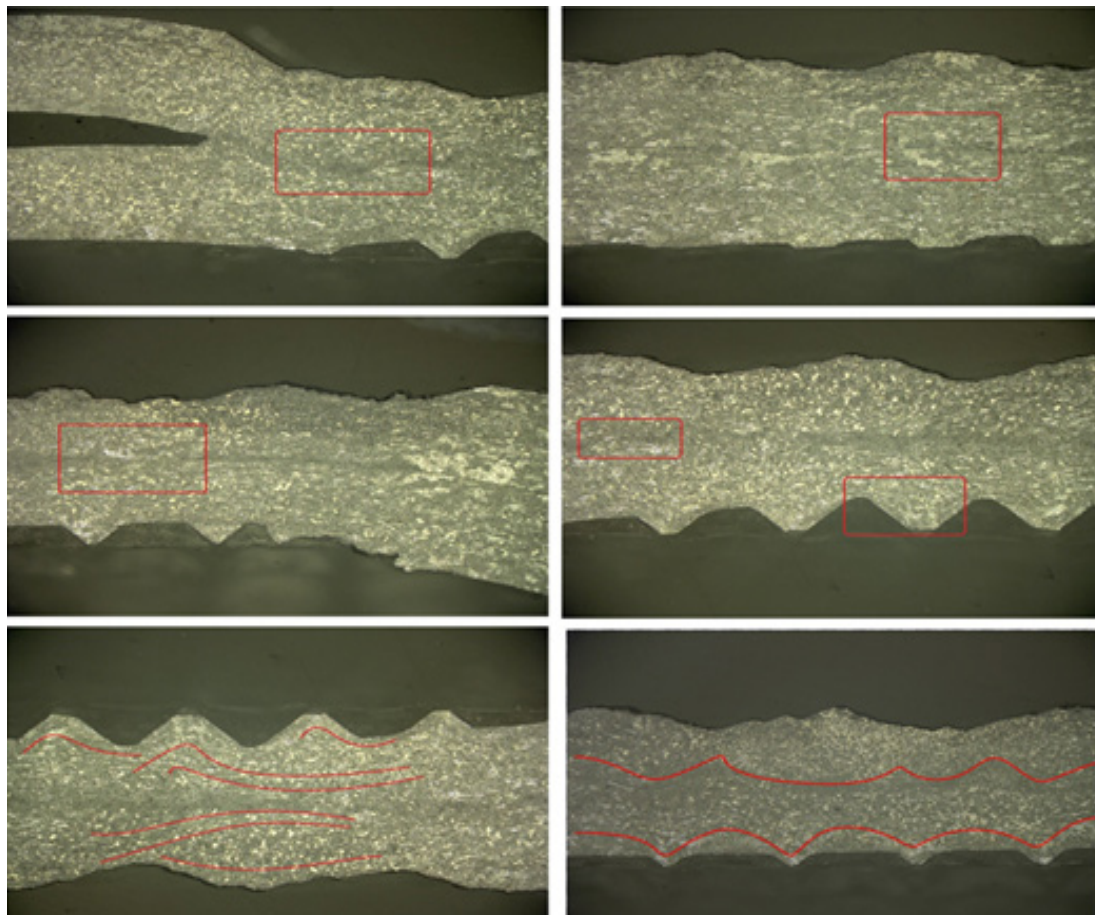
A nagyfrekvenciás ultrahangos hegesztés során a keletkező hő és képlékenyalakítás hatására a mikroszerkezet megváltozik. Az alakítás sebessége a nagyfrekvenciájú súrlódás miatt nehezen meghatározható, mivel egyértelmű az újrakristályosodás létrejötte és a szemcsedurvulás a kötés egyes részein, ami a hagyományos újrakristályosodási elmélettel nem magyarázható, mivel az ultrahangos hegesztésnél alkalmazott hegesztési idő csupán 110–880 ms.

1. táblázat. Hegesztési idő

Hegesztési sorrend	Hegesztési idő (ms)
1	110
2	220
3	330
4	440
5	660
6	880

2. táblázat. Hegesztési paraméterek

Trigger Force	400 N
Nyomáson tartás	400 ms
Amplitúdó	86%
Kezdeti nyomás	0,3 bar
Hegesztő nyomás	5 bar



3. ábra. Ultrahangos hegesztett kötések mikroszerkezete

A kialakult mikroszerkezet okainak további elemzése szükséges. Feltehető, hogy a hegesztési idő nem csupán hőmérséklet-emelkedést, de nagyobb mértékű alakítást is okoz, ebben az esetben előfordulhat az is, hogy nem csak hideg-, de melegsajtolás is bekövetkezik az eljárás során.

Köszönetnyilvánítás

A szerzők ezúton kívánnak köszönetet mondani a munkánkhoz nyújtott anyagi támogatásért az EFOP-3.6.1-16-2016-00010. számú projekt keretében a magyar államnak és az Európai Uniónak.

Továbbá köszönetet kívánunk mondani Szilágyi Mihálynak a hegesztési kísérletek elvégzésében nyújtott munkájáért.

Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Bagyinszki Gy., Bitay E.: *Hegesztéstechnika II. Berendezések és mérések*. EME, Kolozsvár/Cluj, 2010.
<http://hdl.handle.net/10598/15438>
- [2] Bagyinszki Gy., Bitay E.: *Hegesztéstechnika I. Eljárások és gépesítés*. EME, Kolozsvár/Cluj, 2010.
<http://hdl.handle.net/10598/15437>
- [3] Kovács T.: *Investigation of the ultrasound welded aluminium joint microstructure*. Lecture Notes in Mechanical Engineering 49. (2018) 735–741.
https://doi.org/10.1007/978-3-319-75677-6_62
- [4] Szilágyi M., Kovács T.: *Ultrahang hegesztés alkalmazása alumínium lemeznél*. In: Proceedings of 8th International Engineering Symposium at Bánki. Budapest, Magyarország, 2016.
<http://bgk.uni-obuda.hu/iesb/2016/publication/55.pdf>
- [5] Callister Jr. W. D., Rethwisch D. G.: *Materials science and engineering. An introduction*. 8th ed., John Wiley & Sons Inc., USA, 2000.
- [6] Astashev V. K., Babitsky V. I.: *Ultrasonic processes and machines, dynamics, control and applications*. Springer-Verlag, Berlin–Heidelberg, 2007.
- [7] Chen K., Zhang Y.: *Mechanical analysis of ultrasonic welding considering knurl pattern of sonotrode tip*. Materials&Design, 87. (2015) 393–404.
<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.08.042>

A felületi érdesség hatása a hegesztett rozsdamentes acél korróziós ellenállására

Surface Roughness Effect in the Case of Welded Stainless Steel Corrosion Resistance

Tóth László,¹ Haraszti Ferenc,² Kovács Tünde³

^{1,3} Óbudai Egyetem, Bánki Donát Gépész és Biztonságtechnikai Mérnöki Kar, Anyag és Gyártástudományi Intézet, Anyagtechnológiai Intézeti Tanszék, Budapest, Magyarország

² Óbudai Egyetem, Bánki Donát Gépész és Biztonságtechnikai Mérnöki Kar, Anyag és Gyártástudományi Intézet, Biztonságtudományi Doktori Iskola, Budapest, Magyarország, haraszti.ferenc@bgk.uni-obuda.hu

³ kovacs.tunde@bgk.uni-obuda.hu

Összefoglalás

Ismert, hogy az ömlesztőhegesztéssel közölt hő a stabilizálatlan korrózióálló acélok esetében a hőhatásövezetben korróziós ellenállásromlást okozhat. Ennek a problémának az az oka, hogy a hegesztési hő (a hőhatásövezetben (HHÖ)) hatására krómkarbid (Cr_{23}C_6) kiválások jönnek létre, miközben a helyi szemcsehatárokon a krómtartalom lecsökken. A korrózióállósági szintet a krómtartalom biztosítja. Szintén ismert a felületi érdesség és a korrózióállóság közötti kapcsolat. Összefüggést akartunk találni a korrózióállóság és a felületi érdesség között hidegen hengerelt és hőkezelt (hegesztési hő hatásának szimulációjával) korrózióálló acélnál [1–3].

Kulcsszavak: korrózió, kiválás, korróziós ellenállás, felületi érdesség, hőhatásövezet (HHÖ).

Abstract

It is known that fusion welding can cause a decrease in the corrosion resistance of the heat affected zone of unstabilized stainless steels. The reason for this problem is that the welding heat (in the heat affected zone (HAZ)) can cause chromium-carbide (Cr_{23}C_6) precipitation with the simultaneously reduction of chromium content at the local grain boundaries. The chromium content dictates the corrosion resistance level. The relationship between surface roughness and corrosion behaviour is well known. We sought to find the difference between corrosion resistance and surface roughness relationship in the case of cold rolled stainless steel, and in the case of heat treated (welding heat effect simulated) stainless steel [1–3].

Keywords: corrosion, precipitation, corrosion resistance, surface roughness, heat affected zone (HAZ).

1. Bevezetés

A rozsdamentes acélokat széles körben alkalmazják, az ipari és mindennapi ipari gyakorlatban egyaránt. A rozsdamentes acélok széles választéka ismert, melyek eltérő tulajdonságokkal és kémiai összetétellel rendelkeznek. Az ausztenites rozsdamentes acélok jó alakíthatósággal és magas korróziós ellenállással rendelkeznek, melyet az ötvözők biztosítanak. Hő hatására azon-

ban a fémtani törvényeket követve kiválások képződhetnek, melyek megkötve a passzíváló ötvözőket ronthatják a korrózióval szembeni ellenálló képességet [4, 5].

Másik jól ismert törvényszerűség, hogy a felületi érdesség befolyásolja az acélok korrózióval szembeni viselkedését. Érdes felületű acélok esetében agresszívebben jelentkezik a korrózió, mint a finom felületűek esetében [6, 7]. Az acéllemezek gyártása hideghengerléssel történik, miközben a

felületen passzív réteg képződik az ötvözők hatására. Esztétikai okok miatt, főként építőipari alkalmazások esetében, a felület csiszolását kéri a megrendelő. A felület esztétikai megjelenése ennek hatására javul, de a passzív réteg eltávolításra kerül, valamint a felületi érdesség is megváltozik.

Elméletileg a rozsdamentes acéllemez felületén a passzív réteg rövid időn belül ismét kialakul. A réteg felépülését azonban a felületcsiszolással megváltoztatott felületi érdesség ronthatja [8].

2. A vizsgált acéllemez

2.1. Ausztenites acél (1.4307)

Az alkalmazott ausztenites acél kémiai összetételét az **1. táblázat** mutatja be. A kémiai összetétele szerint ez az acéltípus nem tartalmaz stabilizáló ötvözőket (pl. Ti, Ta, Nb), bár a széntartalma igen kicsi.

1. táblázat. A vizsgált acéllemez vas melletti összetétele tömegszázalékban (%)

C	Mn	S	P
0,026	1,71	0,004	0,004
Si	Ni	Cr	N
0,23	8,15	18,3	0,09

Az alkalmazott acél magas korróziós ellenállással rendelkezik. A pittink korróziós index értéke (angolul: pitting resistance equivalent numbers, PREN) a következő összefüggéssel számítható, a kémiai elemek tömegszázalékából:

$$PREN = Cr + 3,3 Mo + 16 N \quad (1)$$

$$PREN = 19,74 \quad (2)$$

2.2. A próbatetek felületének előkészítése

A próbatetek felületét különböző finomságú és anyagú csiszolópapírral tisztították és készítették elő. Az alkalmazott csiszolóanyagok jellemzőit a **2. táblázat**ban foglaltuk össze.

2. táblázat. A vizsgált próbatetek felület-előkészítése alumínium-oxid szemcséjű csiszolópapírral

	1	2	5	6
Szemcse-szám	P120	P180	P320	P400
Átlagos felületi érdesség Ra (µm)	2,353	1,412	0,677	0,54

2.3. A próbatetek hőkezelése

A rozsdamentes acélok esetében is jellemző, hogy az egyes elemeket ömlesztő hegesztési eljárással kapcsolják egymáshoz. Ez a hegesztési eljárás jelentős hőbevitellel jár, melynek hatására fémtani folyamatok indulhatnak el a hőhatásövezetben. Minden darabot 800 °C-on egy órán át tartottunk, majd nyugvó levegőn hűtöttünk.

3. Korróziós kísérletek

A felületi érdesség, valamint a hő okozta anyag szerkezeti változások miatt számítani lehet a korrózióállóság megváltozására. A folyamatot laborkísérlettel gyorsítottuk fel [9–11]. A vizsgált darabokat Fe(III)Cl-oldatban tartottuk 96 órán keresztül 30 °C fokon. Ennek következtében a lemezek anyagvesztéset szenvedtek, melyet mérni tudtunk [12].

A vizsgált darabokat mikroszkópos vizsgálatnak is alávetettük, melynek az eredménye a **3. táblázat**ban található. A felületen észlelhető lyukkor-

3. táblázat. A próbatetek tömegváltozása

Jelzés	Nem hőkezelt	Hőkezelt
1	0,4217 g	0,9608 g
2	0,4005 g	1,2904 g
5	0,4468 g	1,0636 g
6	0,561 g	1,7667 g



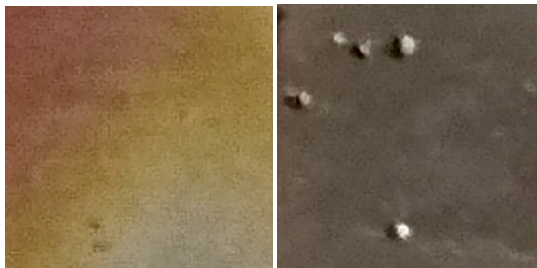
1. ábra. Az 1. jelű darabok hőkezelés nélkül és hőkezelt állapotban



2. ábra. A 2. jelű darabok hőkezelés nélkül és hőkezelt állapotban



3. ábra. Az 5. jelű darabok hőkezelés nélkül és hőkezelt állapotban



4. ábra. A 6. jelű darabok hőkezelés nélkül és hőkezelt állapotban

róziót szemrevételezéssel sztereomikroszkóppal (100x nagyítás) mellett is jól meg tudtuk határozni (1–4. ábra), az ábrákon 10×10 mm-es felületegységek láthatók.

Míg a hőkezelés nélküli darabok esetén a romló felületi érdesség hatására a korrózió jelentősebb

ben jelenik meg, a hőkezelt darabok esetén sokkal agresszívebb ez a jelenség, viszont itt a felületi érdesség hatása kevésbé jelentős.

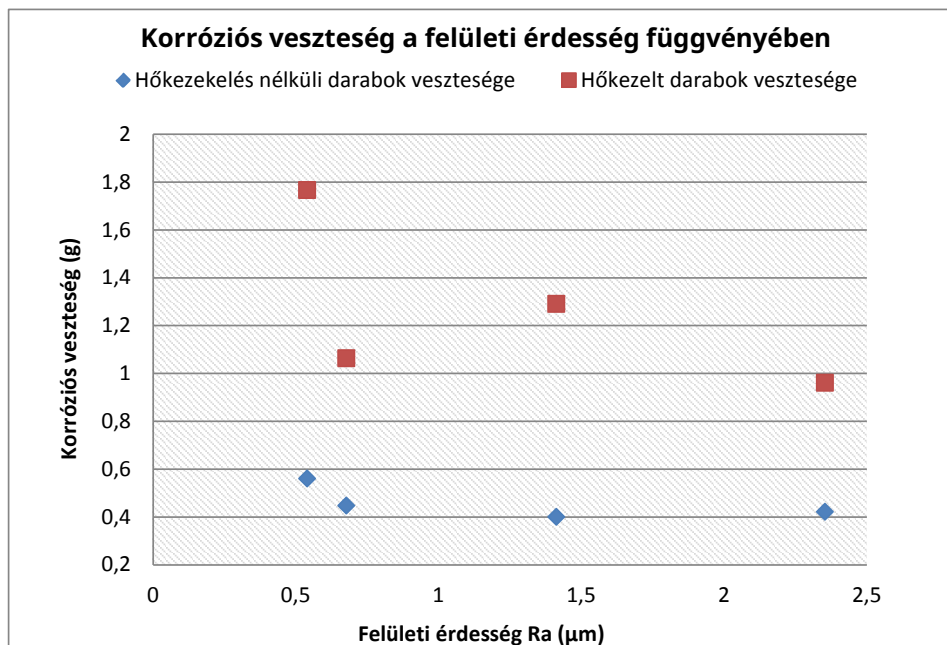
A korrózió mértéke sztereomikroszkópos vizsgálattal (100x nagyítás) 10×10 mm felületegységeken (1–4. ábra) és tömegvesztés-méréssel egyaránt meghatározható. \

4. Következtetések

A kísérletek eredményeként megállapítottuk, hogy minden vizsgált darab esetében a csiszolt felület korrózióállósága a hidegen hengerelthez képest romlott.

Az eredmények értékelése során azt is megállapítottuk, hogy a hőkezelt darabokon jelentősebb a korróziós károsodás, mint a hőkezelés nélküliek esetében.

- I. A felületi érdesség és a korróziós veszteség között kapcsolatot találtunk.
- II. A hőkezelés hatására a korrózióállóság további romlást mutatott.
- III. Megállapítottuk, hogy korróziós szempontból a rozsdamentes acélok felületének csiszolása nem javasolható és a csiszolással létrehozott felület érdessége a korrózióállóságot befolyásolja, a korrózióállóság és a felületi érdesség közötti kapcsolat kimutatható a vizsgált minták esetén.



5. ábra. A korróziós veszteség hőkezelt és hőkezelés nélküli darabok vizsgálata esetén

IV. Vizsgálatainkat a szálcsiszolást követően rövid időn belül végeztük, ez alatt az idő alatt valószínűleg nem alakult ki a felületet védő passzíváló réteg. Feltételezhető, hogy a szálcsiszolást követően a felületen újra kialakulhat a passzíváló réteg, amennyiben elegendő idő áll rendelkezésre.

Köszönetnyilvánítás

A szerzők ezúton kívánnak köszönetet mondani a munkánkhoz nyújtott anyagi támogatásért az EFOP-3.6.1-16-2016-00010. számú projekt keretében a magyar államnak és az Európai Uniónak.

Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Haraszti F., Kovács T.: *Plastic deformation effect of the corrosion resistance in case of austenitic stainless steel*. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 175. (2017).
<https://doi.org/10.1088/1757-899X/175/1/012048>
- [2] Tedmon Jr. C. S., Vermilyea D. A., Rosolowski J. H.: *Intergranular corrosion of austenitic stainless steel*. Journal of the Electrochemical Society, 118/2. (1971) 192–202.
<https://doi.org/10.1149/1.2407966>
- [3] Bagyinszki Gy., Bitay, E.: *Hegesztéstechnika II. Berendezések és mérések*. EME, Kolozsvár/Cluj, 2010.
<http://hdl.handle.net/10598/15438>
- [4] Haraszti F., Kovács T.: *Galvanic corrosion occurs heat experiments by thermographic camera*. IOP Conference Series: Journal of Physics: Conf. Series 1045. (2018).
<https://doi.org/10.1088/1742-6596/1045/1/012016>
- [5] Haraszti F.: *Korrózió vizsgálatok alapjai*. In: A XXI. Fialat műszakiak tudományos ülésszak előadásai. Proceedings of the 21th international scientific conference of youngth engineers. Műszaki Tudományos Közlemények 5., EME, Kolozsvár/Cluj, Románia, 2016. 189–192.
<http://hdl.handle.net/10598/29058>
- [6] Kovács T., Kuzsella L.: *High energy rate forming induced phase transition in austenitic steel*. Journal of Physics Conference-Series, 790. (2017).
<https://doi.org/10.1088/1742-6596/790/1/012039>
- [7] Szigeti Á., Kovács-Coskun T.: *Magas hőmérsékletű korrozív közegben üzemelő acélrugó gyártástechnológiai tervezése*. In: A XXI. Fialat műszakiak tudományos ülésszak előadásai. Proceedings of the 21th international scientific conference of youngth engineers. Műszaki Tudományos Közlemények 5., EME, Kolozsvár/Cluj, Románia, 2016. 377–380.
<http://hdl.handle.net/10598/29111>
- [8] Dománkova M., Kocsisová E., Slatkovský I., Pinke P.: *The microstructure evolution and its effect on corrosion properties of 18Cr-12Ni-2,5Mo steel annealed at 500–900 °C*. Acta Polytechnica Hungarica, 11/3. (2014) 125–137.
https://www.uni-obuda.hu/journal/Domankova_Kocsisova_Slatkovsky_Pinke_49.pdf
- [9] Nyikes Z., Rajnai Z.: *Big Data, as part of the critical infrastructure*. 2015 IEEE 13th International Symposium on Intelligent Systems and Informatics (SISY), Subotica, Serbia, 2015. 217–222.
<https://doi.org/10.1109/SISY.2015.7325383>
- [10] Reti T., Kovacs T.: *A phenomenological method for the prediction of damage accumulation processes under varying external conditions*. In: Materials Science Forum, 414–415. (2003) 317–322.
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.414-415.317>
- [11] Tokody D., Flammini F.: *Smart systems for the protection of individuals*. Key Engineering Materials, 755. (2017) 190–197.
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.755.190>
- [12] ASTM Standard Practice in A 262 for Detecting Susceptibility to Intergranular Corrosion in Austenitic Stainless Steels (1995).

Fémhabok elemzése CT-felvételek alapján

Metal Foam Analysis Based on CT Layers

Varga Tamás Antal,¹ Mankovits Tamás²

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

¹ varga.tamas@eng.unideb.hu

² tamas.mankovits@eng.unideb.hu

Összefoglalás

A bonyolult szerkezetű fémhabok geometriai modellezése egy jelenleg is kutatott témakör. Jelen cikkben egy zártcellás alumíniumhab belső szerkezetének elemzését mutatjuk be, amely egy fontos lépése az idealizált fémhabmodell felépítésének. Az általunk használt képelemző célszoftver segítségével a cellák tulajdonságai nagy pontossággal határozhatók meg, amelynek eredményei alkalmasak idealizált és CAD-szoftverben felépíthető egyszerűsített fémhabgeometriák kifejlesztésére.

Kulcsszavak: *fémhab, CT, elemzés, struktúra.*

Abstract

The geometrical modelling of metal foams remains one of the greatest challenges facing researchers in the field. In this paper the analysis of the inner structure of closed-cell aluminium foam - an essential part of the construction of an idealized foam model - is presented. With the application of special purpose software the properties of the foam cells can be mapped precisely and the results applied to the development of idealized foam geometry constructed in CAD applications.

Keywords: *metal foam, CT, analysis, structure.*

1. Bevezetés

A fémhab viszonylag régóta ismert anyag, de ipari és orvosi alkalmazása csak az elmúlt pár évben kezdett széles körben elterjedni. Ez annak köszönhető, hogy mára már megbízható eljárások léteznek a gyártási technológiára, amely technológia eredményeképpen szabályozható az előállításra kerülő fémhab belső szerkezete. Köztudott, hogy a fémhaboknak kicsi a sűrűsége, de ennek ellenére kiváló mechanikai és fizikai tulajdonságokkal rendelkeznek [1–4]. Emellett számos olyan pozitív tulajdonságuk van, amelyek eredményeként nemcsak rezgés- vagy ütközéscsillapításra alkalmasak, hanem teherviselő elemként (járműalkatrész, implantátum) is kiválóan helytállnak. Számos tanulmány számolt be alkalmazási lehetőségekről, és jól látható, hogy a mérnöki és orvosi alkalmazásuk rohamosan terjed, ami a jövő egyik meghatározó anyagtípu-

sávát teszi a fémhabokat. Teherviselő fémhabok esetén különösen előtérbe kerül a terméktervezési folyamat problematikája, amelynek központi kérdése a geometriai modellezés és a numerikus szimuláció. Teherviselő anyagként azt várjuk a fémhabtól, hogy az alkalmazás során rugalmasan viselkedjen, így megfelelő biztonsággal kell ismernünk, vagy képeseknek kell lennünk megbecsülni az anyagunk választását az adott terhelésre. Ehhez a valósághoz közeli modellt szükséges kifejleszteni, amelyre kétféle stratégiát választhatunk: idealizált modell kifejlesztése [5–8], valós geometria rekonstruálása [9–13]. Annak érdekében, hogy egy idealizált geometriai modellt tudjunk előállítani a fémhabról, kellő információval kell rendelkezünk annak a belső szerkezetéről, amely a fizikai és mechanikai tulajdonságait közvetlenül befolyásolja. Tekintve, hogy a fémhabok belső szerkezete meglehetősen bonyolult, így fe-

lülételelemzéssel csak hiányos, sok esetben pedig félrevezető információhoz juthatunk. Leghatékonyabban CT-felvételek készítésével lehet feltérképezni a fémhabok valós belső struktúráját [9–14], amely jelenleg a legkorszerűbb eljárás.

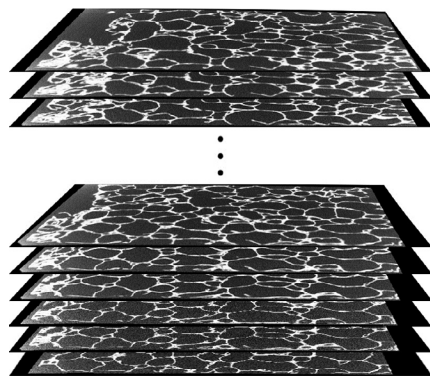
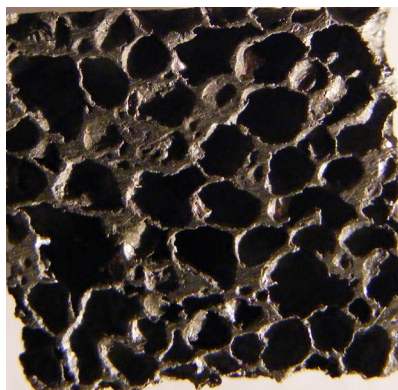
2. Struktúra elemzése CT-felvétel alapján

A CT-felvételek segítségével a fémhab próbatesten különböző elemző vizsgálatokat lehet elvégezni az arra alkalmas célszoftverrel, amellyel feltérképezhetők a vizsgált fémhabot felépítő cellák tulajdonságai. Az általunk vizsgált fémhab egy zártcellás alumíniumhab, amely az **1. ábrán** látható. A próbatest mérete $14 \times 14 \times 14 \text{ mm}^3$.

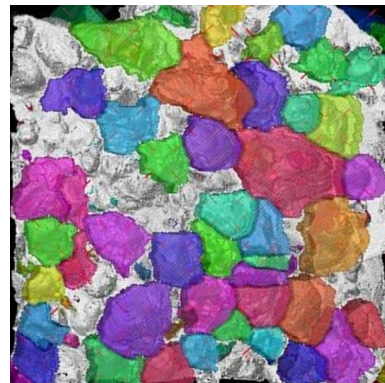
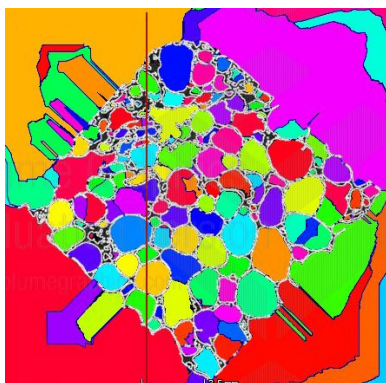
A célszoftverbe a próbatestekről készült CT-felvételek kerülnek importálásra, így azok valóságtartalma kizárólag a CT-berendezés pontosságától függ. A fémhab belső szerkezete esetén a következő tulajdonságok szolgáltatnak hasznos információt: a cella pozíciója (a cella súlypontjá-

nak X, Y és Z koordinátái, a cella mérete (a cella térfogata és felülete), a cella alakja (gömböszerűsége). A szoftver képes meghatározni ezeket az adatokat, amellyel megismerhetjük a fémhab belső szerkezetét, továbbá bemenő adatai az idealizált modellnek is. A szoftver alkalmas vizuális megjelenítésre is, így többek között a cellák metszeti képei is vizsgálhatók. Az elemzés elvégzését követően megkapjuk a cellák számszerűsített adatait, illetve vizuálisan is megtekinthetjük, amelyet az **2. ábrán** láthatunk. A vizsgálat során 686 cellát detektált a szoftver az általunk megadott paraméterek alapján.

A **2. ábrán** látható, hogy a vizsgálat során a szoftver tévesen detektált néhány cellát a próbatest tartományán kívül. Ez azon okból következett be, hogy a próbatest külső felülete nem egységes, így a felületen lévő nyitott cellákat is detektálta, amelyhez térfogatot rendelt. Ezek a rosszul kiértékelt cellák szűrések segítségével felderíthetők, tekintve, hogy ezeknek a celláknak a térfogata



1. ábra. Zártcellás alumíniumhab-próbatest és a CT által készített képsor



2. ábra. Szűrés előtt és után detektált cellák

jóval nagyobb a fémhabot felépítő valós cellák nagyságánál. Ezen kívül a szűrés alapja lehet a próbatesten kívül eső cella súlypont is, amely cellák könnyen eltávolíthatók a vizsgálati eredményekből.

A szűrés után inaktívvá váltak a tévesen detektált cellák, így a valós cellák maradtak a modellben. A szűrésnek köszönhetően 25 cella került eltávolításra, így a további vizsgálatainkat 661 cellán végeztük. A kapott adatokból kinyerhető a cellák térfogatának eloszlása méret szerint (3. ábra), illetve a cellák gömbszerűségének (4. ábra) eloszlása is.

A cellatérfogat-eloszlásból az látszik, hogy a cellák közel 60%-a 0-2 mm³ térfogatú, viszont megtalálhatók kimondottan nagyméretű cellák is.

A cellák gömbszerűsége 0-1 közötti tartományban változhat, amelyből az 1. érték jelenti a tökéletes gömbformát. A fémhab belső struktúrájának elemzéséből kiderült, hogy a cellák inkább ellipszoid vagy általános alakúak, amelyek további kérdéseket vetnek fel az idealizált modell megtervezése során. A 4. ábra viszont jól mutatja,

hogy közel azonos gömbszerűség tulajdonsággal rendelkeznek a cellák.

3. Összegzés

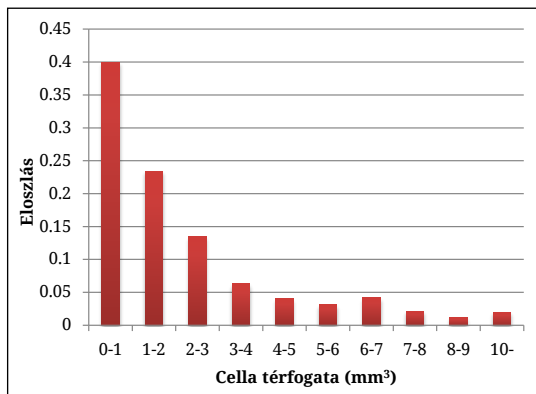
A CT-felvételek alapján megvizsgáltuk a fémhab belső struktúráját és elemeztük azt. A vizsgálat során meghatároztuk a fémhab celláinak nagyságát, elhelyezkedését. A vizsgálat során arra a következtetésre jutottunk, hogy a fémhabot felépítő cellák nem szabályos gömb alakúak, így a modell geometriáját nehezen lehet gömbelemekből felépíteni. A struktúraelemzéses vizsgálat eredményeit a későbbiekben szeretnénk felhasználni idealizált modell felépítésére. Ezen eljárás alapján egy újfajta idealizált modellt kívánunk kifejleszteni.

Köszönetnyilvánítás

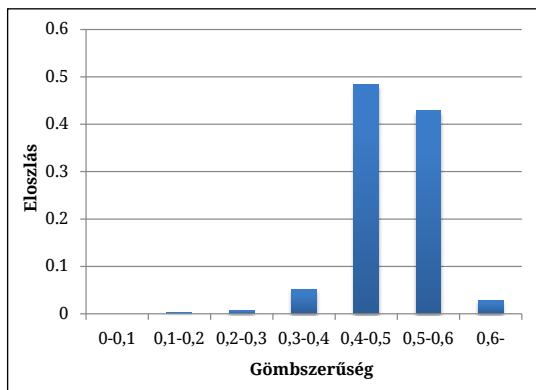
Jelen tanulmány az Emberi Erőforrások Minisztériuma Új Nemzeti Kiválóság Programjának támogatásával készült

Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Ashby M. F., Evans A. G., Fleck N. A., Gibson L. J., Hutchinson J. W., Wadley H. N. G.: *Metal foams. A design guide*. Butterworth-Heinemann, 2000.
- [2] Mankovits T., Budai I., Balogh G., Gábora A., Kozma I., Varga T., Manó S., Kocsis I.: *Structural analysis and its statistical evaluation of a closed-cell metal foam*. International Review Applied Science Engineering, 5/2. (2014) 135–143.
<https://doi.org/10.1556/IRASE.5.2014.2.5>
- [3] Orbulov I. N.: *Compressive properties of aluminium matrix syntactic foams*. Materials Science and Engineering A, 555. (2012) 52–56.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.06.032>
- [4] Orbulov I. N., Májlinger K.: *Description of the compressive response of metal matrix syntactic foams*. Materials and Design, 49. (2013) 1–9.
<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.02.007>
- [5] Kou D. P., Li J. R., Yu J. L., Cheng H. F.: *Mechanical behavior of open-cell metallic foams with dual-size cellular structure*. Scripta Materialia, 59/5. (2001) 483–486.
<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2008.04.022>
- [6] Jang W. Y., Kyriakides S., Kraynik A. M.: *On the compressive strength of open-cell metal foams with Kelvin and random cell structures*. International Journal of Solids and Structures, 47/21. (2010) 2872–2883.
<https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2010.06.014>
- [7] Lu Z.-X., Liu Q., Huang J.-X.: *Analysis of defects on the compressive behaviors of open-cell metal foams through models using the FEM*. Materials Science and Engineering A, 530. (2011) 285–296.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.09.088>



3. ábra. Cellák térfogatának eloszlása



4. ábra. Cellák gömbszerűségének eloszlása

- [8] An Y., Wen C., Hodgson P. D., Yang C.: *Investigation of cell shape effect on the mechanical behaviour of open-cell metal foams*. Computational Materials Science, 55. (2012) 1–9.
<https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2011.11.030>
- [9] Maire E., Fazekas A., Salvo L., Dendievel R., Youssef S., Cloetens P., Letang J. M.: *X-ray tomography applied to the characterization of cellular materials. Related finite element modeling problems*. Composites Science and Technology, 63. (2003) 2431–2443.
[https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(03\)00276-8](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(03)00276-8)
- [10] Jirousek O., Doktor T., Kytyr D., Zlámál P., Fila T., Koudelka P., Jandajsek I., Vavřík D.: *X-ray and finite element analysis of deformation response of closed-cell metal foam subjected to compressive loading*. Journal of Instrumentation, 8/2. (2013).
<https://doi.org/10.1088/1748-0221/8/02/C02012>
- [11] Youssef S., Maire E., Gaertner R.: *Finite element modelling of the actual structure of cellular materials determined by X-ray tomography*. Acta Materialia, 53/3. (2005) 719–730.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2004.10.024>
- [12] Veyhl C., Belova I. V., Murch G. E., Fiedler T.: *Finite element analysis of the mechanical properties of cellular aluminium based on microcomputed tomography*. Materials Science and Engineering A, 528. (2011) 4550–4555.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.02.031>
- [13] Jeon I., Asahina T., Kang K.-J., Im S., Lu T. J.: *Finite element simulation of the plastic collapse of closed-cell aluminum foams with X-ray computed tomography*. Mechanics of Materials, 42. (2010) 227–236.
<https://doi.org/10.1016/j.mechmat.2010.01.003>
- [14] Mankovits T., Varga T. A., Manó S., Kocsis I.: *Compressive response determination of closed-cell aluminium foam and linear-elastic finite element simulation of μ CT-based directly reconstructed geometrical models*. Strojniški vestnik. Journal of Mechanical Engineering, 64/2. (2018) 105–113.
<https://doi.org/10.5545/sv-jme.2017.5048>

ISSN 2601 - 1883



9 772601 188012