ANYAGVIZSGÁLÓK LAPJA

2010/III. lapszám

Tartalomjegyzék

Eseménynaptár - Calendar of events

Trampus Péter 69
Roncsolásmentes Anyagvizsgáló Konferencia és Kiállítás Egerben
Non-Destructive Material Testing Conference and Exhibition in Eger

Anyagok - Materials

KUN Péter, WÉBER Ferenc, ILLÉS Levente, HORVÁTH Zsolt Endre, ARATÓ Péter, BALÁZSI Csaba 70
Grafit nanorétegek előállítása és vizsgálata – úton az új típusú szén erősítésű nonakompozitok felé
Preparation and examination of graphite nanosheets – route to new type of carbon reinforced nanocomposites

Törésmechanika - Fracture Mechanics

GILLEMOT Ferenc, HORVÁTH Lászlóné 77
A Mestergörbe és alkalmazása a nukleáris iparban
Master Curve and its Application in the Nuclear Industry

Vizsgálattechnika - Test technique

CSIZMADIA Ferencné, IGAZ Antal 84
Tisztítás után visszamaradó szennyeződés vizsgálatának módszerei
Methods for determination the surface particle contamination of vehicle components after cleaning

Készülékek, berendezések - Instruments, equipments

Michael SCHILLER 89
Metrológia és azon túl, Az új műszaki fejlesztések magasabb szintre emelik az ipari felületvizsgálatot
To Metrology and Beyond; New technical advances take industrial surface inspection to the next level

Minőségbiztosítás - Quality assurance

FÜCSÖK Ferenc 95
Beszámoló a MAROVISZ első jártassági körvizsgálatáról
Report about the profiency test of MAROVISZ

GREGÁSZ Tibor, PATAKI Márta 103
R&R vizsgálatok fejlesztése trendes jellemző mérési rendszerére
Development of R&R studies on the measuring system of trend characteristic

TRAMPUS Péter 109
Beszámoló a Nemzetközi Hegesztési Intézet 2010. évi közgyűléséről,
Az V. bizottság (Hegesztett szerkezetek roncsolásmentes vizsgálata és minőségbiztosítása) tevékenysége
Report on the 2010 General Assembly of the International Welding Institute,
Activities of Committee V (Non-destructive testing and quality assurance of welded structures)

Roncsolásmentes Anyagvizsgáló Konferencia és Kiállítás Egerben

A MAROVISZ 2011-ben immár hetedik alkalommal rendezi meg a Roncsolásmentes Anyagvizsgáló Konferenciát és Kiállítást, folytatva ezzel az 1999-ben elindított és azóta hagyománnyá érett szakmai találkozók sorozatát. A rendezvényt ezúttal is Egerben rendezzük, a korábban megszokott konferencia helyszínen, a felújított és átalakított Hotel Flórában.

A rendezvény célkitűzése, hogy fórumot biztosítson az anyagvizsgálatokkal és műszaki diagnosztikával foglalkozó hazai szakembereknek eredményeik bemutatására és megvitatására, az elmúlt időszakban lezajlott fejlődés megismertetésére, beleértve a vizsgáló készülék technika fejlődését. A konferencia és kiállítás nagy hangsúlyt fektet arra, hogy lehetőséget biztosítson a hazai vizsgáló szakembereknek, a veszélyes berendezések építőinek, üzemeltetőinek, az építés, üzemeltetés engedélyezőinek személyes kapcsolataik elmélyítésére és új kapcsolatok kialakítására.

A rendezvényre – a hagyományoknak megfelelően – meghívót kapnak a MAROVISZ-szal szoros kapcsolatot ápoló külföldi szövetségek képviselői és a rendezvény keretében tartja a konferencia résztvevői számára nyilvános, éves tudományos ülését az ACADEMIA NDT INTERNATIONAL, lehetőséget teremtve arra, hogy a hazai szakemberek bepillantást kapjanak a legjelentősebb nemzetközi fejlődési irányokba és alkalmazási területekre. A konferencia ezen utóbbi része meghirdetésre kerül a Magyar Tudományos Akadémia Anyagtudományi és Technológiai Bizottsága tagjai között.

A Konferencia és Kiállítás mottója

ANYAGVIZSGÁLAT ÉS DIAGNOSZTIKA A MŰSZAKI BIZTONSÁG SZOLGÁLATÁBAN

A nagy kockázatú berendezések építése, gyártása, a hibamentes üzemeltetés biztosítása nem képzelhető el korszerű anyagvizsgálatok és diagnosztika nélkül.

Különösen fontos ezekben az években, amikor sok hazai erőmű, vegyipari üzem rekonstrukcióra szorul, a gázellátás területén távvezetékek épülnek és a környezet védelme érdekében - érthető módon – szigorodnak az előírások. A környezetre és a kezelőszemélyzetre veszélytelen üzemeltetést csak rendszeres vizsgálatokkal, és műszaki diagnosztikai eszközökkel lehet biztosítani.

A Konferencia és Kiállítás kiemelt témakörei

A Konferencia kiemelt témakörei nagy általánosságban megegyeznek a korábbi években kialakult témakörökkel. Ezek a következők:

- Az anyagvizsgálatokkal és diagnosztikával foglalkozó laboratóriumok, a műszaki felügyeletet ellátók és a vizsgálatok eredményeit felhasználó gyártók és üzemeltetők kapcsolatainak bemutatása;
- Az anyagvizsgálatok és a diagnosztika szerepe a mérnöki szerkezetek biztonságának és megbízhatóságának növelésében, a kockázat értékelésében;
- Az anyagvizsgálatok és a diagnosztika szerepe a termékek minőségellenőrzésében, valamint a szerkezetek, berendezések üzemelésre való alkalmasságának megítélésében;
- A folytonossági hiányok méretének, orientációjának, helyzetének és egyéb jellemző paramétereinek a meghatározása;
- A korszerű vizsgálati eljárások alkalmazásának lehetőségei és tapasztalatai.

A rendezvény részletes programja és a részvétellel kapcsolatos információk megtalálhatók a konferencia honlapján:

www.diamond-congress.hu/rakk2011/

Tisztelettel várjuk a kedves kollégák és érdeklődők jelentkezését!

Prof. Dr. Trampus Péter
a MAROVISZ elnöke

ANYAGVIZSGÁLÓK LAPJA
MINŐSÉGBIZTOSÍTÁS * ÁLLAPOTELLENŐRZÉS
Elektronikus folyóirat
2010/3

GRAFIT NANORÉTEGEK ELŐÁLLÍTÁSA ÉS VIZSGÁLATA – ÚTON AZ ÚJ TÍPUSÚ SZÉN ERŐSÍTÉSŰ NANOKOMPOZITOK FELÉ

PREPARATION AND EXAMINATION OF GRAPHITE NANOSHEETS – ROUTE TO NEW TYPE OF CARBON REINFORCED NANOCOMPOSITES

KUN PÉTER, WÉBER FERENC, ILLÉS LEVENTE, HORVÁTH ZSOLT ENDRE, ARATÓ PÉTER, BALÁZSI CSABA

***Kulcsszavak**: nanoszerkezetek, grafit nanorétegek, mechanikai őrlés, pásztázó elektronmikroszkóp (SEM), röntgen diffrakció (XRD)*

***Keywords**: nanostructures, graphite nanosheets, mechanical milling (MM), scanning electron microscopy (SEM), X-ray diffraction (XRD)*

Összefoglaló

A szénerősítésű kompozitok terén a kutatás főleg a szén nanocsövekre irányul. Ugyanakkor a grafit nanorétegek, valamint (egy-, vagy többrétegű) grafén is minden bizonnyal sikeresen alkalmazhatók kompozitok erősítő anyagaként.

Nagy hatékonyságú mechanikai őrléssel sikerült viszonylag tökéletes kristályszerkezetű grafit nanorétegeket, grafénszerű anyagokat előállítani. Az elkészített mintákat pásztázó elektromikroszkóppal (SEM) és röntgendiffrakciós módszerrel (XRD) vizsgáltuk meg.

A pásztázó elektronmikroszkópos felvételeken megfigyelhető a grafit morfológiájának fejlődése a kiindulási grafittól kezdve a lehasított rétegek megjelenéséig. Az eredmények azt mutatják, hogy az egyéb vízben vagy levegő atmoszférán elvégzettekhez képest az etanolban történő intenzív őrlés a sikeresebb módszer. Már 2 órás őrlés után is detektálható néhány-rétegű grafén (FLG) a mintában. Ugyanakkor a 10 órás őrlési folyamat végén figyelhető meg a legnagyobb távolság (akár 1 µm) a vékony grafit nanorétegek között, ami hatékony rétegszétválasztásra utal. Ezt megerősítették a röntgen diffrakciós eredmények is. A krisztallitok átlagos vastagságára L_C = 13.46 nm érték adódott, ami átlagosan megközelítőleg 40 grafén réteget jelent.

A további rövid hőkezelés hatására további rétegszétválasztást figyeltünk meg, illetve a szennyezők egy részének eltávolítása történt. A SEM képeken a grafit nanorétegek egy kitágultabb, lazább szerkezete látszik.

Magyar Tudományos Akadémia, Műszaki Fizikai és Anyagtudományi Kutatóintézet, Kerámia és Nanokompozitok Osztály, 1121 Budapest, Konkoly – Thege M. út 29 – 33.

Summary

It was demonstrated that the high efficient mechanical milling (MM) is a successful tool for producing graphite nanosheets and graphene-like materials with a relatively perfect crystal structure. The well prepared samples were characterised by scanning electron microscopy (SEM) and by X-ray diffraction (XRD).

Evolution of graphite morphology from starting graphite to exfoliated graphite layers is shown by scanning micrographs. The results showed that intensive milling in ethanol proved to be the enhanced way to separate the graphite layers than in water or in air atmosphere. Although there can be seen few-layer graphene (FLG) after 2h of milling. However the 10h milling resulted the largest distance between separated adhering multilayers (can exceed 1 µm) showing the highest degree of exfoliation. The average thickness of graphite nanosheets was L_C = 13.46 nm resulted for XRD measurement. This result implicates that the graphene multilayers were composed of approximately on an average 40 graphene layers.

Posterior rapid heat treatment caused additional exfoliation of graphite nanomaterial. In addition there might be a possible beneficial side effect of the thermal shock: different contaminations may be eliminated.

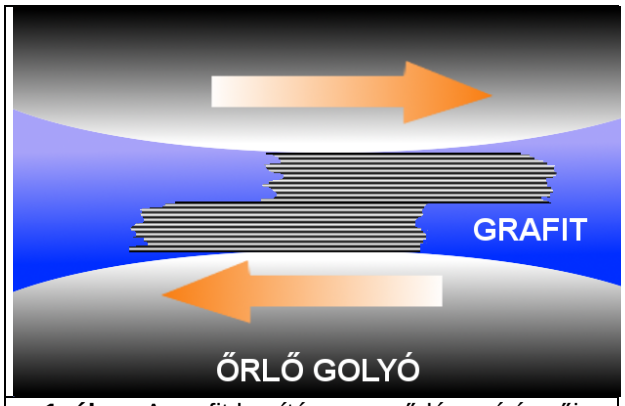
Research on carbon-based composites focused especially on carbon nanotubes (CNTs). Although these tailored graphite nanosheets or (one or few-layer) graphene suppose to be as successful reinforcement of composite materials as CNTs.

1. Bevezetés

Sokáig hihetetlennek tűnt, hogy létezhet stabil, egy atom vastagságú anyag, mígnem 2004-ben egy meglepően egyszerű módon sikerült előállítani a grafént [1]. Míg a grafit szerkezete kétdimenziós hatszöges struktúrájú lapok egymásra pakolásából adódik, ezzel szemben a grafén egyetlen ilyen méhsejt szerkezetű lap. Számtalan egyedülálló tulajdonságának köszönhetően kiemelt területté

vált a kutatása. A grafénnak kiváló elektromos tulajdonságai vannak: többek között a benne mozgó elektronok ballisztikus transzportja, mozgékonyságuk elérheti a 100,000 $cm^2V^{-1}s^{-1}$-os értéket, és a kvantum Hall-effektus (QHE) mérhetővé válik szobahőmérsékleten is [1]. Kiváló hővezető: a hővezetési tényező elérheti az 5,300 W/mK-t [2]. Mindemellett egyedülálló mechanikai tulajdonságokkal rendelkezik: a legerősebb anyag, amit valaha is kimértek E = 1 TPa-os Young modulusszal σ_{int} = 130 Gpa-os szakítószilárdsággal [3], amiből kitűnik, hogy valószínűleg nagyon jól használható kompozitok erősítő anyagaként.

Rengeteg módszert dolgoztak ki a grafén előállítására, de eddig még nem sikerült megalkotni egy viszonylag olcsó, nagy tömegű előállítást lehetővé tevő eljárást. A legtipikusabb módszerek a grafit mechanikus hasítása, a különböző epitaxiális növesztések és a szerteágazó kémiai előállítások. Ez utóbbiak közül ki lehet emelni a grafit-oxid kémiai redukálását, különböző redukáló anyagokat használva, mint a hidrazin [4], az ultrahangozással kiegészített „solvothermal" szintézist [5], grafit szerves oldatokban történő folyadék fázisú hasítását [6] és a grafit nyújtását követő ionbeágyazódást, majd rövid hőkezelés tartalmazó eljárást [7-11].



1. ábra. A grafit hasítása – az őrlés nyíró erői dominálnak
Figure 1. Exfoliation of graphite – the shearer forces of milling is dominant

Szén nanoanyagok készítésére a golyós malomban történő mechanikai őrlés a legegyszerűbb, ami egy széleskörűen vizsgált módszer. Ez a mechanikai hasítás egyik fajtája, különösen, ha az alkalmazott feszültségek nyíró komponensei dominálnak (1. ábra). Általában alacsony energiás bolygó vagy vibrációs malmok használata elterjedtebb [12], ugyanakkor nagyenergiás előállításokra is akad példa [13-14]. Ebben a tanulmányban a vizsgálatok nagy hatékonyságú, úgynevezett attritor malommal [15] készültek. Ennél egy álló tartályba kerül az őrlendő minta az őrlő golyókkal együtt. Ebbe merül bele a tárcsákkal felszerelt forgó tengely, ami nagy sebességgel (néhány száz – több ezer fordulat/perc) megkeveri az anyagot. Az alábbi kísérletek elvezethetnek ahhoz, hogy kidolgozzunk egy egyszerű, egyben hatékony módszert a grafén-szerű anyagok nagy tömegű előállításához.

A világon a legtöbb kutatás a grafén elektronikai eszközökben való alkalmazására irányul (grafén tranzisztor, kijelző, stb.). Míg csoportunk jelenleg olyan grafén-szerű anyagok létrehozásán dolgozik, amiket elsősorban kompozitok erősítő anyagaként lehetne használni. Az MTA MFA kutatói a szén nanocsővel erősített szilícium-nitrid kompozitot elsők közt állították elő, és jelentős eredményeket értek el ezen a területen [16-17]. Ugyanakkor érdekes lehet az elkészített nanografit por felhasználása is, mint kompozitok erősítő anyaga. A C/Si_3N_4 nanokompozit elkészítésének célja az egyes összetevők előnyös tulajdonságainak ötvözése, így például az elektromos és hővezetési tulajdonságok javítása. A szilícium-nitridnek kiváló mechanikai és hőtechnikai tulajdonságai vannak. Kiemelkedő a hajlítási szilárdsága (akár 700 MPa) és keménysége (akár 16 GPa). Ezek a kiváló tulajdonságok magas hőmérsékleten is megmaradnak (körülbelül 1200 °C-ig), valamint az anyag jól bírja az erős hőingadozásokat.

2. Kísérleti összeállítás

A kiindulási anyag a következő volt a kísérletekben: 10 g szintetikus grafit por (Aldrichtól) és ioncserélt víz vagy etil-alkohol (Reanaltól) további finomítás nélkül. A grafit őrlése nagy energiájú attritor malomban történt (Union Process HDDM), ami a 750 ml szilíciumnitrid tartályba merülő cirkónium tárcsákkal és őrlőgolyókkal volt felszerelve. Az őrlés különböző fordulatszámokon (enyhe: 600 vagy intenzív: 4000 fordulat/perc), illetve különböző ideig (5, 6 vagy 10 h) zajlott (1. táblázat).

Részletes vizsgálatok folytak a 10 óráig, etanol jelenlétében 4000 ford./perc forgással őrölt mintával. Röviden 10 g grafithoz 70 g etanol, majd az őrlés során még 70 g etanol hozzáadása történt. Kétóránként mintavétel zajlott, majd az anyag ki lett szárítva, és át lett szűrve egy 100 µm szemű szitán.

A 10 óráig őrölt minta (etanol jelenlétében 4000 ford./perc-en) rövid hőkezelése következett levegő atmoszférán különböző hőmérsékleteken (600, 800 és 1000 °C) és eltérő időkig (1, 3 és 5 perc minden egyes hőmérsékleten). A morfológiát és mikroszerkezetet pásztázó elektronmikroszkóp (Jeol JSM-25-SIII) segítségével tanulmányoztam. Az anyag összetétel és szerkezet vizsgálata röntgen diffrakciós (Bruker AXS D8) vizsgálattal történt.

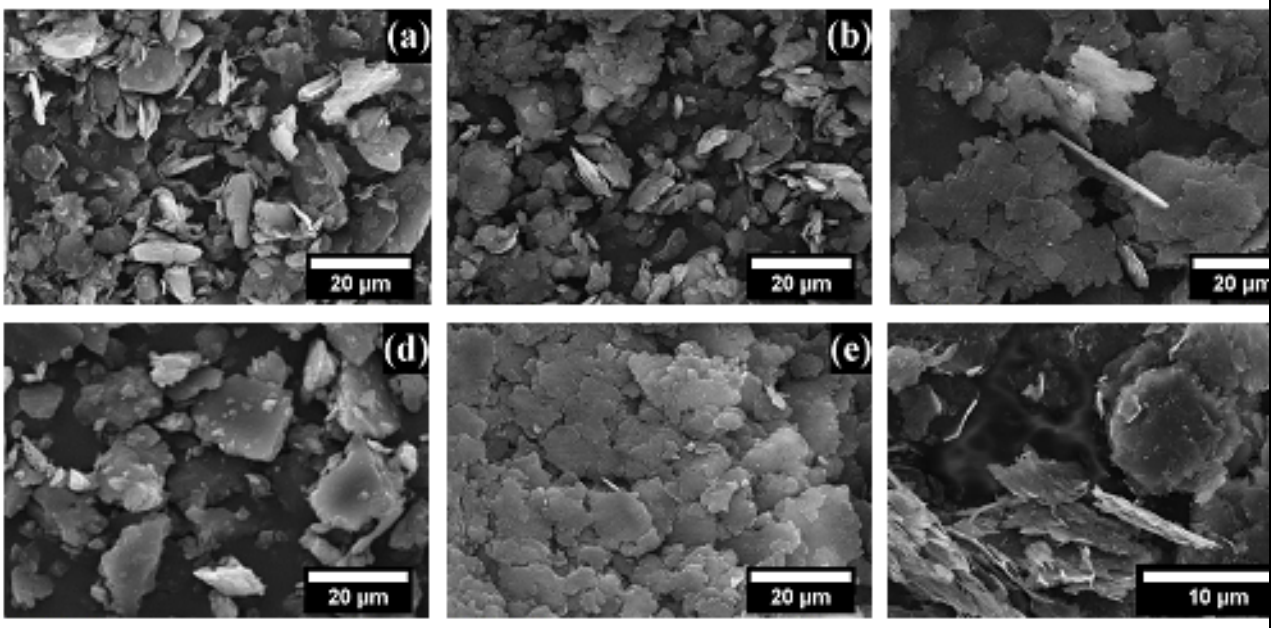
1. táblázat. Különböző attritorral őrölt minták (MA – enyhe őrlés levegőn, MW – enyhe őrlés vízben, IA – intenzív őrlés levegőn , IW – intenzív őrlés vízben , IE – intenzív őrlés etanolban)
Table 1. Different samples made by milling in attritor (starting graphite, MA – Mild milling in Air, MW-Mild milling in Water, IA – Intensive milling in Air, IW – Intensive milling in Water, IE – Intensive milling in Ethanol)

Minták	Őrlő közeg	Őrlő frekvencia (ford./perc)	Őrlési idő (h)
MA	levegő	600	5
MW	víz	600	5
IA	levegő	4000	5
IW	víz	4000	6
IE	etanol	4000	6

3. Eredmények és értékelés

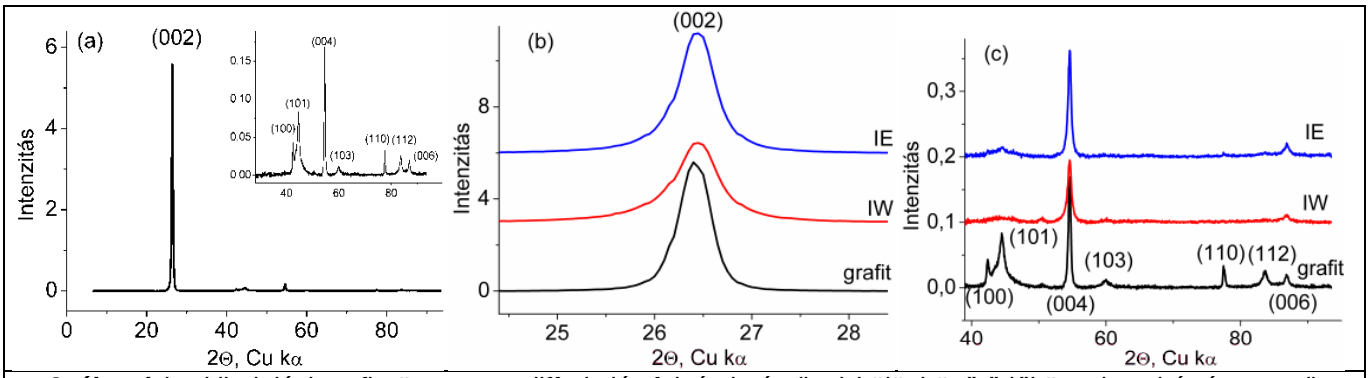
3.1. Az őrlési közeg hatása

Összevetésképpen a 2a. ábrán a kiindulási grafit látható, átlagosan 10-20 µm-es részecskeméretel. Először is enyhe (600 ford./perc) (2b. és 2c. ábra), majd intenzív (4000 ford./perc) őrléssel készült minták (2d.–2f. ábra) láthatóak. Először száraz őrléses technikákkal próbálkoztunk (2b. és 2d. ábra). Kiderült azonban, hogy a levegő atmoszférán zajló őrlés nem okoz lényeges eltérést a kiindulási anyag morfológiájához képest. Ezt különösen az enyhe őrlésnél lehet jól megfigyelni (2b ábra). Az intenzív őrlés hatására már lehet látni eltéréseket (2d. ábra), tipikusan ~20 µm-es átmérőjű, de túl vastag lapok formálódtak. A nedves őrléssel készült mintáknál (2c., 2e. és 2f. ábra) egyaránt vékony lapok keletkeztek. A vizes közegben készült minták közül az enyhe őrléssel készült mintán (2c. ábra) vastagabb és nagyobb rétegek figyelhetőek meg, mint az intenzíven őrölten (2e. ábra). Ugyanakkor az etanollal intenzíven őrölt minta (2f. ábra) esetében a grafit rétegek lazább szerkezete látható, és a lapok élei is jól megfigyelhetők. Az eredmények tehát azt mutatják, hogy az etanollal való intenzív őrlés a hatékonyabb módja a grafit rétegek szétválasztásának.



2. ábra. SEM képek különböző attritorban készült mintákról: (a) kiindulási grafit, (b) enyhe őrlés levegőn, (c) enyhe őrlés vízben, (d) intenzív őrlés levegőn, (e) intenzív őrlés vízben, (f) intenzív őrlés etanolban
Figure 2. SEM micrographs of different samples milled by attritor: (a) starting graphite, (b) MA – Mild milling in Air, (c) MW – Mild milling in Water, (d) IA – Intensive milling in Air, (e) IW – Intensive milling in Water, (f) IE – Intensive milling in Ethanol

A 3a. ábrán a kiindulási grafit röntgen diffrakciós (XRD) mintázata látható a feltűntetett Miller indexekkel. A különböző őrlőközegben (víz és etilalkohol) készült minták XRD profiljait a 3b. és 3c. ábrákon lehet megfigyelni. Mindkét esetben észre lehet venni a (002), (004) és (006) csúcsok intenzitáscsökkenését, de különösen a víz (IW) esetében (3b. és 3c. ábra). Ugyanakkor az (100) és (101) csúcsok intenzitása is csökken (3c. ábra). Ez a két csúcs lényegében csak az etalonos mintánál (IE) marad meg, alacsony intenzitással. Ez arra utal, hogy a síkbeli hatszögű kristálystruktúra nem tűnik el teljesen, de megnőhetett a kristályhibák száma.



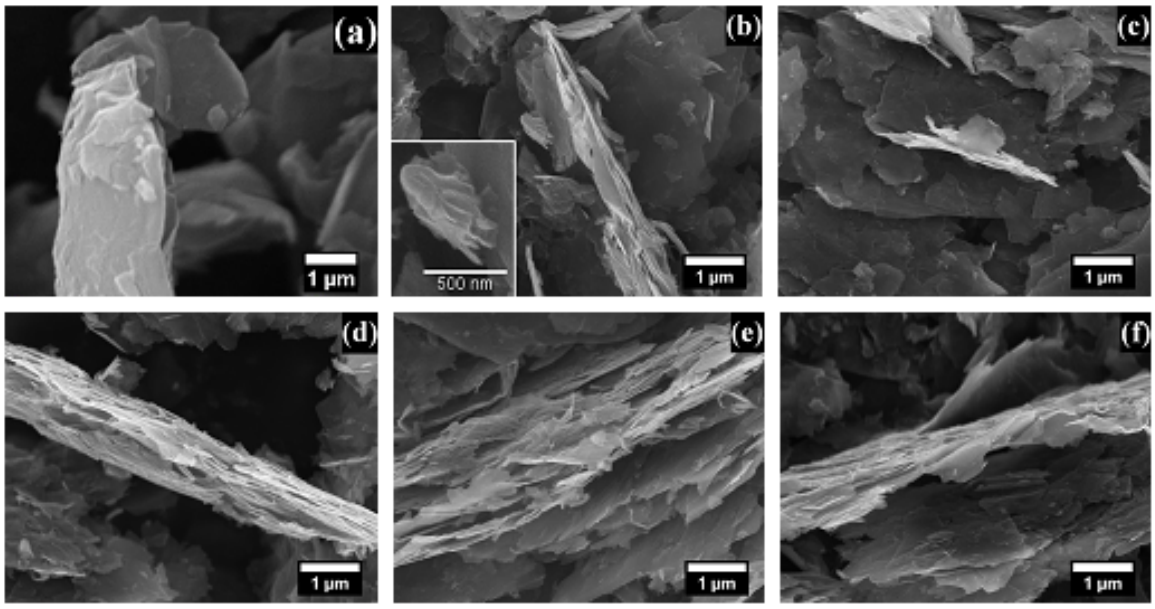
3. ábra.(a) a kiindulási grafit röntgen pordiffrakciós felvétele és (b-c) különböző őrlőközegben (víz és etanol) készült minták XRD felvétele a feltűntetett Miller indexekkel
Figure 3. (a) XRD pattern of the starting graphite material and (b-c) samples made by different dispersion media with marked Miller indices

2. táblázat. Különböző minták átlagos krisztallit paramétere (egy multiréteg átlagos magassága)
Table 2. Crystalline parameter for different samples (the average thickness of one multilayer)

minta	grafit	intenzív őrlés vízben	intenzív őrlés vízben
L_C(nm)	17.66	15.51	15.07

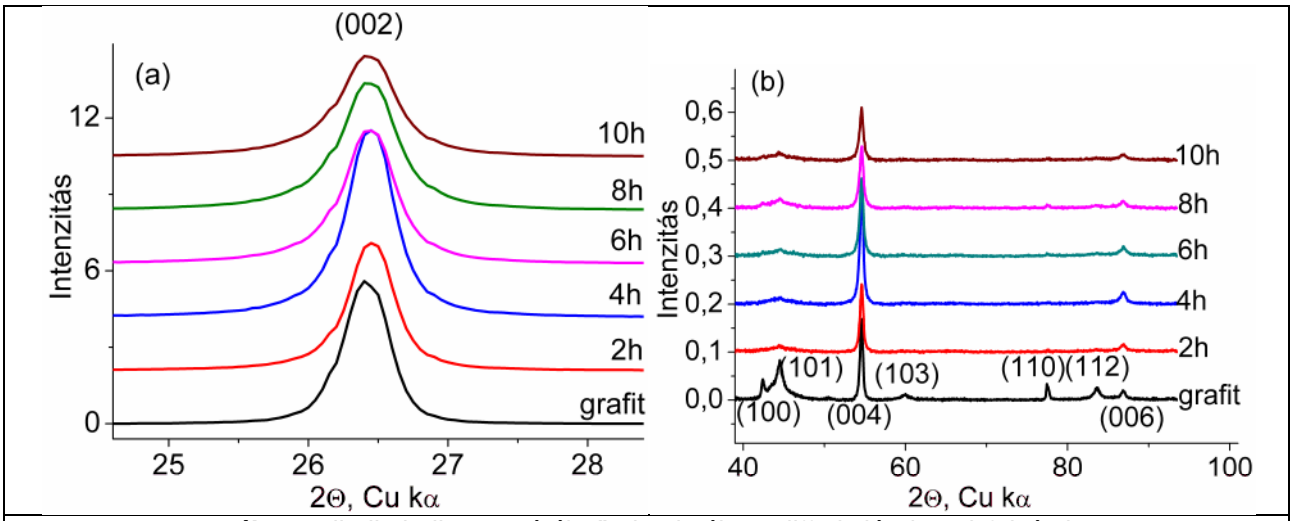
A (002) és (100) csúcsokból ($2\theta_{002}$ = 26.4° és $2\theta_{100}$ = 42.4°) kiszámoltam a réteg-réteg (síkok közti) és az atomközti (a grafén síkban mérhető) távolságokat. A Bragg egyenletet felhasználva ($n\lambda = 2d \sin(\theta)$) az eredmények: d_{002} = 0.337 nm és d_{100} = 0.213 nm. Hasonló röntgen spektrum és eredmények találhatóak az irodalomban [18]. A (002) csúcsból meg lehet becsülni a krisztallitok átlagos magasságát a c tengely irányában (L_C), ami nem más, mint egy multiréteg vastagsága. Ehhez a Scherrer egyenletet használtam ($L_C = 0.89\lambda/\beta\cos(\theta)$), ahol λ a röntgen hullámhossza (1.5406), β a csúcs félértékszélessége (FWHM) radiánban és θ a Bragg-szög. Az eredmények (2. táblázat) azt mutatják, hogy az L_C értéke csökken, ami azt jelenti, hogy a krisztallitok vastagsága csökken. A röntgen eredmények jól egyeznek a SEM felvételek megállapításaival. Következésképpen az etanolban történő intenzív őrlés a hatékonyabb módja a grafit rétegek szétválasztásának.

3.2. Az őrlési idő hatása



4. ábra. SEM képek: (a) kiindulási anyag (szintetikus grafit) és (b) 2h őrlés etanolban, a kis képen: szabadon álló néhányrétegű grafén (FLG) szerkezete (c) 4h után (d) 6h után (e) 8h után (f) 10h után
Figure 4. SEM micrographs: (a) starting material (synthetic graphite) and (b) milling in ethanol after 2h, in the inset: morphology of freestanding few-layer graphene (FLG) (c) after 4h (d) after 6h (e) after 8h (f) after 10h

A grafit (4a. ábra) őrlése 10 óráig zajlott nagy hatékonyságú attritor malomban, etil-alkohol jelenlétében. A pásztázó elektronmikroszkópos képeken a grafit szerkezetének átalakulása, a grafit nanorétegek kialakulása és elkülönülése követhető nyomon, ami 2 órás őrlés utáni képen (4b. ábra) kezdődik, és egészen a 10 órás őrlés képéig (4f. ábra) tart. A 4b. ábra kis képén (bal alsó sarok) egy szabadon álló néhányrétegű grafénhoz (few-layer graphene, FLG) hasonló morfológia látható, amit Malasevic és munkatársai is kimutattak [18]. A 6 órás őrlés utáni képen (4d. ábra) a grafit nanorétegek még össze vannak tapadva. Ugyanakkor a 8 órás őrlési képen (4e. ábra) megfigyelhető, hogy jelentős rétegszétválás történt, számos jól elkülönülő nanoréteg látható, a multirétegek közti távolság megközelítőleg 500 nm-re nőtt. A 10 órás őrlési folyamat végén (4f. ábra) a vékony nanorétegek egy még lazább szerkezete látható, a multirétegek közti távolság elérheti akár az 1 μm-t is.



5. ábra. Etil-alkoholban 10 óráig őrölt minták pordiffrakciós (XRD) felvétele
Figure 5. (a-b) XRD patterns of graphite milled in ethanol for 10 hours

3. táblázat. Különböző minták átlagos krisztallit paramétere (egy multiréteg átlagos magassága) az idő függvényében
Table 3. Crystalline parameter for milled graphite in ethanol in function of time (the average thickness of one multilayer)

Tartózkodási idő (h)	2h	4h	6h	8h	10h
L_C (nm)	17.18	16.33	15.07	13.92	13.76

Az XRD mérésből világosan kitűnik, hogy a (002) csúcs intenzitása folyamatosan csökken az egyre hosszabb őrlés következtében, kivéve a 4 órás őrlés után, ahol is a legmagasabb intenzitás figyelhető meg (5a. ábra). A legalacsonyabb intenzitásérték a 10 órás őrlés után adódik. Az éles (002) diffrakciós csúcs a nanorétegek erősen grafitos jellegű szerkezetére utal, amint azt Shao és kollégái is kimutatták [19]. Az egyre alacsonyabb intenzitás az egyre kevesebb grafit összetevőre utal a pormintában, egyúttal a grafénrétegek egyre kevesebb számát is az elkészített nanografitban. Ugyanakkor az intenzitáscsökkenést a rácshibák számának növekedése is okozhatja [10].

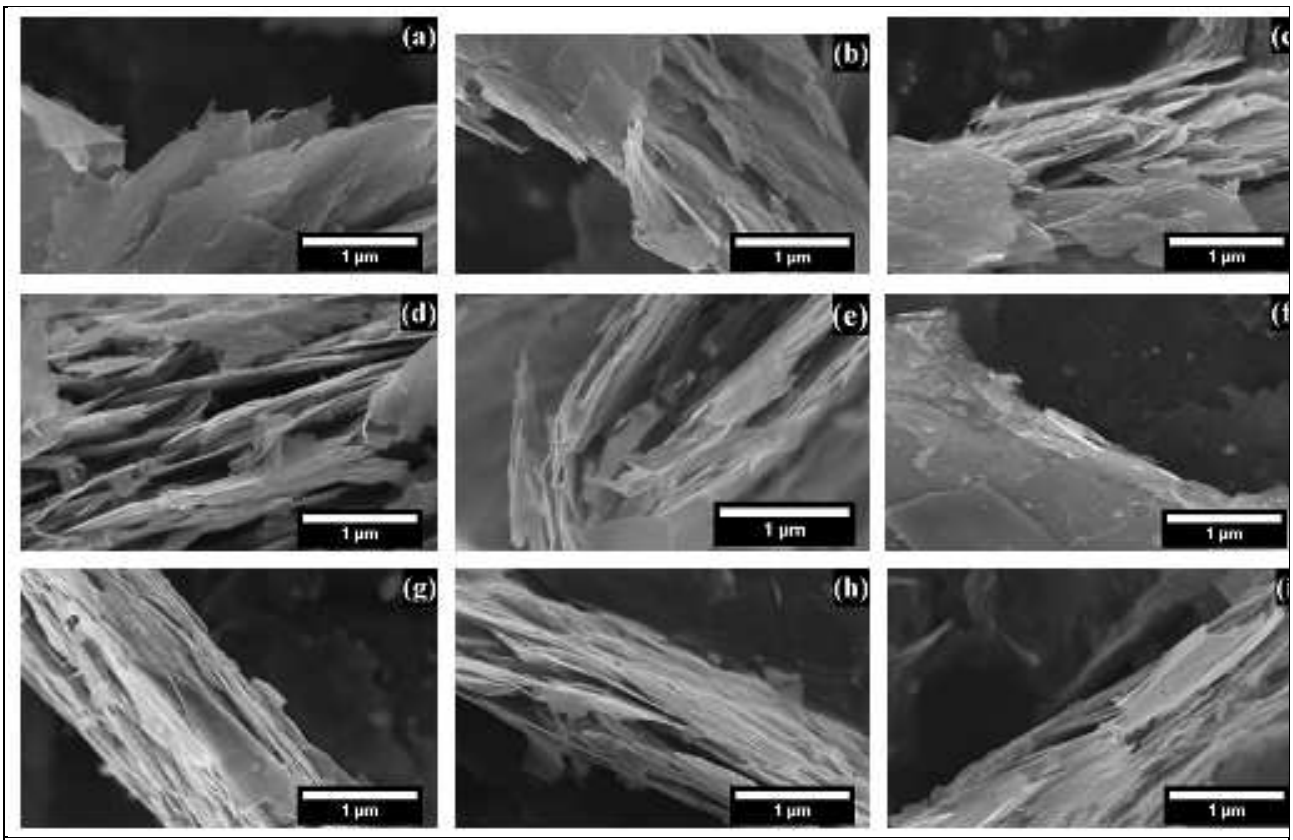
Az (100) és (110) csúcsok – amelyek a síkban megjelenő hatszöges rendet jellemzik – nem tűnnek el a röntgen diffrakciós mintázaton, de az intenzitásuk lecsökken (5b. ábra). Jelentős intenzitáscsökkenés már a 2 órás őrlés után is megfigyelhető. Ez arra utal, hogy rövid őrlés után a domináns folyamat a grafit hasadása a (001) síkban, és a további síkbeli redukció elhanyagolható ezen az időskálán. Hasonló eredményekre jutott korábban Antisari és kollégái is [12].

A (002) és (100) csúcsok pozíciója (d-térben) nem változott jelentősen. A (002) csúcsból kiszámoltam az összetapadt krisztallitok átlagos magasságát (L_C) a Scherrer egyenlettel (3. táblázat). Az L_C értéke folyamatosan csökkent az őrlési idő növelésével, ami a krisztallitok átlagos vastagságának csökkenésére utal. A legalacsonyabb L_C érték (13.76 nm) a leghosszabb, 10 órás után adódott. Hasonló értékeket számoltak korábban Chen és munkatársai is [20]. Így az eredmények – jó egyezéssel a SEM képekkel–, azt mutatják, hogy a 10 órás őrlés bizonyult a leghatékonyabbnak.

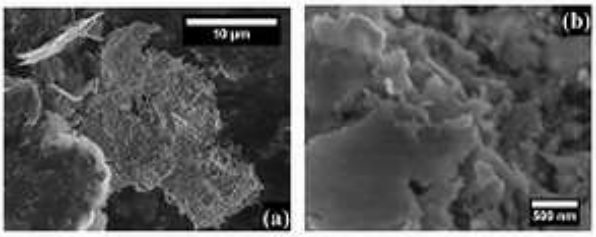
3.3 Rövid hőkezelés hatása

A 6. ábrán a hőmérséklet és a tartózkodási idő hatását lehet megfigyelni a 10 óráig, etanolban

őrölt mintára. A tartózkodási idő növelésével a multirétegek közti távolság növekedése figyelhető meg a 600 °C-os hőkezelésnél (6a, 6b és 6c). A rétegszétválás még hatékonyabbnak tűnik 800 °C-os hőkezelésnél, a multirétegek közti távolság markáns növekedése figyelhető meg (6d ábra). Ennél a hőfoknál a tartózkodási idő növelésével a rétegek tágulása megállni látszik (6e, 6f ábra). Ezt bizonyára a minta kezdődő degradációja, oxidációja okozza. A hőmérsékletet növelve, 1000 °C-os hőkezelés hatására (6g, 6h és 6i) a multirétegek egy vastagabb szerkezete jelenik meg. Ennél a hőmérsékletnél a kiindulási morfológia megmaradni látszik. Úgy tűnik, hogy 800 °C-nál nagyobb hőmérséklet hatására a grafit nanorétegek szétválása nem túl sikeres ezen tartózkodási idők mellett, mert megjelenik a rétegek degradációja (7. ábra)



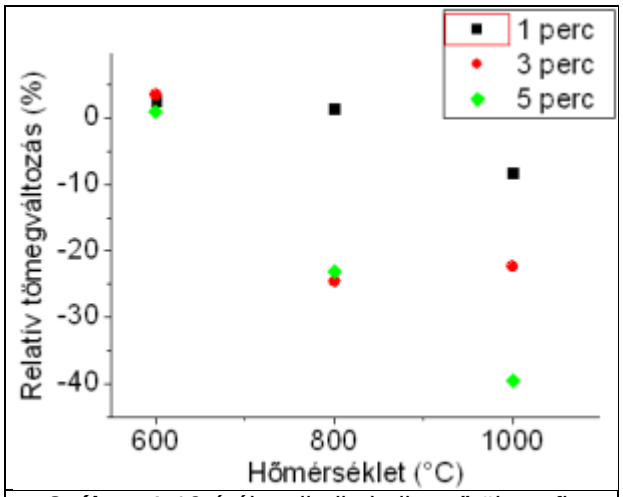
6. ábra. SEM képek hőkezelés után: (a) 600 °C, 1 perc (b) 600 °C, 3 perc (c) 600 °C, 5 perc (d) 800 °C, 1 perc (e) 800 °C, 3 perc (f) 800 °C, 5 perc (g) 1000 °C, 1 perc (h) 1000 °C, 3 perc (i) 1000 °C, 5 perc
Figure 6. SEM micrographs after heat treatment: (a) 600 °C, 1 min (b) 600 °C, 3 min (c) 600 °C, 5 min (d) 800 °C, 1 min (e) 800 °C, 3 min (f) 800 °C, 5 min (g) 1000 °C, 1 min (h) 1000 °C, 3 min (i) 1000 °C, 5 min



7. ábra. SEM képek a grafit nanorétegek degradációjáról 1000 °C-os, 5 perces hőkezelés után
Figure 7. SEM micrographs: degradation of graphite nanosheets after (1000 °C, 5 min) heat treatment

A 10 óráig etanolban őrölt grafénpor relatív tömegváltozása rövid hőkezelés hatására a 8. ábrán figyelhető meg. Nem látható lényeges tömegcsökkenés az összes 600 °C-os, valamint a 800 °C-os egy percig tartó hőkezelés hatására. Az oxidációs folyamat csak a magasabb hőmérsékleteknél és hosszabb tartózkodási időknél válik dominánssá.

Ezekből az látszik, hogy a 800 °C, 1 perc paraméterű hőkezelés a grafit nanorétegek további rétegszétválasztásához vezetnek. Ráadásul kedvező mellékhatásként a hőkezelés elősegítheti a különböző szennyezők eltávolítását a mintából.



8. ábra. A 10 óráig etil-alkoholban őrölt grafit relatív tömegváltozása rövid hőkezelés után
Figure 8. Relative mass change after rapid heat treatments of the graphite sample milled intensively in ethanol until 10 hours

4. Összefoglalás

A nagy hatékonyságú őrlés egy sikeres eljárás grafit nanorétegek készítésére. Az eredmények azt mutatták, hogy az etil-alkoholban történő intenzív őrlés a hatékonyabb módja a grafitrétegek szétválasztására, összevetve vízben, vagy levegő atmoszférán történt őrlésekkel. A 10 órás őrlési folyamat végén figyelhető meg a legnagyobb távolság (akár az 1 μm) a vékony grafit multirétegek között, ami hatékony rétegszétválasztásra utal. Ezt megerősítették a röntgen diffrakciós eredmények is, a grafén síkok közti távolságra utaló (002) csúcs intenzitása a legkisebb értékét vette fel. A krisztallitok átlagos vastagságára L_C = 13.76 nm becslés adódott, ami átlagosan megközelítőleg 40 grafén réteget jelent. A rövid hőkezelés hatására további rétegszétválasztás történt, illetve a szennyezők egy részének eltávolítása. A SEM képeken pedig a grafit nanorétegek lazább szerkezete adódott, különösen a 800 °C-on, 1 percig tartó hőkezelés után.

Az elkövetkezendő idők feladata lesz a kész anyag felhasználása, mégpedig szén erősítésű kerámia nanokompozitok előállítása céljából. Ennek a nanokompozitnak vélhetően jó mechanikai és elektromos tulajdonságai lesznek, másrészt javulhatnak az anyag hőtechnikai és tribológiai tulajdonságai.

Köszönetnyilvánítás

A kutatást az OTKA 76181 és 63609 pályázata támogatta.

Irodalom

[1] A.K. Geim, K.S. Novoselov, Nat. Mater. 6 (2007) 183.
[2] A.A. Balandin, S. Ghosh, W. Bao, I. Calizo, D. Teweldebrhan, F. Miao, C. N. Lau, Nano Lett. 8 (2008) 902.
[3] Ch. Lee, X. Wei, J. W. Kysar, J. Hone, Science 321 (2008) 385.
[4] S. Stankovich, D.A. Dikin, R.D. Piner, K.A. Kohlhaas, A. Kleinhammes, Y. Jia, Y. Wu, A.T. Nguyen, R.S. Ruoff, Carbon 45 (2007) 1558.
[5] M. Choucair, P. Thordarson, J. A. Stride, Gram-scale production of graphene based on solvothermal synthesis and sonication, Nat. Nanotech. 4 (2009) 30.
[6] Y. Hernandez, V. Nicolosi, M . Lotya, F.M. Blighe, Z.Y. Sun, S . De, I.T. McGovern, B. Holland, M. Byrne, Y.K. Gun'ko, J.J. Boland, P. Niraj, G. Duesberg, S. Krishnamurthy, R. Goodhue, J. Hutchinson, V. Scardaci, A.C. Ferrari, J.N. Coleman, Nat Nanotech. 3 (2008) 563.
[7] G. Chen, W. Weng, D. Wu, C. Wu, Europ. Polym. J., 39 (2003) 2329.
[8] G. Zheng, J. Wu, W. Wang, C. Pan, Carbon 42 (2004) 2839.
[9] A. Yasmin, J.J. Luo, I.M. Daniel, Comp. Sci. Tech. 66 (2006) 1182.
[10] M. Seredych, A.V. Tamashausky, T.J. Bandosz, Carbon 46 (2008) 1241.
[11] A. Mills, M. Farid, J.R. Selman, S. Al-Hallaj, Appl. Thermal Eng. 26 (2006) 1652.
[12] M.V. Antisari, A . Montone, N. Jovic, E. Piscopiello, C. Alvani, L. Pilloni, Scripta Mater. 55 (2006) 1047.
[13] Y. Chen, J.F. Gerald, L.T. Chadderton, L. Chaffron, Appl. Phy. Lett. 74 (1999) 2782.
[14] J.L. Li, L.J. Wang, W. Jiang, Appl. Phy. A 83 (2006) 385.
[15] Csanády A., Kálmán E., Konczos G.: Bevezetés a nanoszerkezetű anyagok világába, ELTE Eötvös Kiadó (2009).
[16] Cs. Balázsi, Z. Kónya, F. Wéber, L.P. Biró, P. Arató, Mat. Sci. Eng C 23 (2003) 1133.
[17] Cs. Balázsi, B. Fényi, N. Hegman, Zs. Kövér, F. Wéber, Zs. Vértesy, Z. Kónya, I. Kiricsi, L.P. Biro, Composites B: Eng. 37 (2006) 418.
[18] A. Malesevic, R. Vitchev, K. Schouteden, A. Volodin, L. Zhang, G. Van Tendeloo, A. Vanhusel, C. Van Haesendonck, Nanotech. 19 (2008) 305604.
[19] Y. Shao, Ch. Zhang, Ch. Wang, Z. Nie, J. Liu, Y. Wang, Y. Lin, J. Pow. Sources 195 (2010) 4600.
[20] G. Chen, W. Weng, C. Wu, J. Lu, P. Wang, X. Chen, Carbon 42 (2004) 753.

ANYAGVIZSGÁLÓK LAPJA Elektronikus folyóirat
MINŐSÉGBIZTOSÍTÁS * ÁLLAPOTELLENŐRZÉS 2010/3

A MESTERGÖRBE ÉS ALKALMAZÁSA A NUKLEÁRIS IPARBAN
MASTER CURVE AND ITS APPLICATION IN THE NUCLEAR INDUSTRY

GILLEMOT FERENC, HORVÁTH LÁSZLÓNÉ

Kulcsszavak: *Mestergörbe, reaktor anyagok, Eurofer 97 acél, Charpy vizsgálat*
Keywords: *Master Curve, reactor materials, Eurofer 97 steel,Charpy test*

Summary

In the surveillance programs of the nuclear units and in the study of radiation embrittlement of structural materials the traditional fracture mechanics generally can't be used, since the size of the irradiated specimens is limited. The small size specimens give valid fracture toughness data only at low temperature, but data below the operating or shut down temperatures of reactor pressure vessels are useless at safety and lifetime evaluation. Traditionally Charpy impact tests used to measure the transition temperature shift caused by irradiation and thermal ageing, but the Charpy test is a dynamic sensitivity test, and only a very uncertain empirical correlation is available to calculate the fracture toughness of the aged material. This case the applied safety margin is large, and it shortens the calculated safe lifetime. To solve this problem K. Wallin elaborated a semi empirical method based on the weakest link theory to calculate realistic fracture toughness trend curves from data obtained on small size specimens. The paper describes the method and introduces some examples of the practical application.

Bevezetés a mestergörbe elméletbe és az alkalmazási gyakorlatába.

A „Mestergörbe" tulajdonképpen egy exponenciális görbe, amelyik leírja a törési szívósság–hőmérséklet összefüggést. A törési szívósság az a munka érték, amelynél egy repedés statikus terhelés hatására megindul. A mestergörbe alakja, meredeksége és kitevője nagyon hasonlít az OAH 3.17, 3.18 útmutatókban, valamint a VERLIFE-ban [1] és a PNAE-G-002-86 [2] orosz szabályzatban megadott K_{1c} görbéhez, ami természetes is, mert a mestergörbe alakját ugyanazon adatbázisok alapján határozta meg K. Wallin [3], mint a K_{1c} görbékét, sőt a mestergörbe is valamennyi reaktoracélra vonatkozik, mint a fent említett görbék (azaz a 15H2MFA-ra és varratára konzervatív). A különbség az, hogy a mestergörbe helyzetét a hőmérsékleti skálán valódi statikus törésmechanikai anyagjellemző kiválasztott kritikus értéke (K_{1c}=100 MPa√m kritérium) határozza meg, amelyet kisméretű próbatesteken mérnek ki, majd a - weakest link (leggyöngébb láncszem) - elmélettel és félempirikus becsléssel átkonvertálnak 1CT (1 inch vastag) méretű próbatestekre. A módszer előnye, hogy valódi törésmechanikai próbatesteken (előrepesztett próbatest, statikus terhelés, repedés megindulásig elnyelt energia) határozza meg a görbe helyzetét, és mérhető öregített és besugárzott próbatesteken is.

Evvel szemben hagyományos K_{1c} görbe alakját nagyméretű (1-25" vastag) próbatesteken mérték ki a 70 es és 80-as években - és a Charpy V ütőmunka valamely kritériummal kiválasztott átmeneti hőmérséklete szerint tolják el a hőmérsékleti skálán. A nagy próbatest méretek miatt nem lehet a törési szívósságot mérni üzemelő szerkezetekből vett mintákon és azokat nem lehet reaktorban besugározni.

A Charpy V próbán mért ütőmunka egy lekerített (0.25 mm rádiuszú) próbatesten mért abszorbeált munka érték, amely magában foglalja a lekerített bemetszésből a repedés megindulásáig szükséges deformációs munkát, a repedés megindulás munkáját, és a próbatest 8 mm-es vastagságán keresztül a repedés terjedés munkáját. Csak közelítésnek tekinthetjük, hogy ezt a munkát a tisztán statikus repedés-megindulás munkájának a korrekciójára használjuk fel. Az átmeneti hőmérséklet meghatározása valamilyen empirikus kritérium (valamilyen elnyelt energia érték (gyakran 41 J, vagy laterális expanzió, vagy töret értékelés) alapján történik. Ezeknek a kritériumoknak nincs valódi fizikai alapjuk, a gyakorlatban alakultak ki a vasúti iparban. A besugárzott anyag K_{1c} görbéjét a szabályzatokban megadott K_{1c} görbe alakból, a gyári ütőmunka mérés, a surveillance 0 és besugárzott próbatesteken végzett mérésekből korrelációval állapítják meg. Így három Charpy átmeneti hőmérséklet mérés hibájával terhelt a „hagyományos" K_{1c} görbe sugárkárosodott anyag esetén. Megjegyzendő, hogy a tapasztalatok alapján a sugárkárosodás okozta görbe eltolódás 10-20%-kal nagyobb a statikus törésmechanikai próbatesten mérve, mint Charpy próbatesten, ugyanakkor a valódi korrekt törésmechanikai kritikus hőmérséklet jelentősen alacsonyabb, mint a Charpy átmeneti

Dr. Gillemot Ferenc A.S.I. Kft
Horváth Lászlóné *KFKI Atomenergia Kutató Intézet*
Az 5. AGY-on elhangzott előadás írott változata

hőmérséklet. Ennek az az oka, hogy a Charpy próba nemcsak a repedés megindulás energiáját méri, és az igénybevétel nagy sebességgel történik.

Mindezek alapján kimondható, hogy szükség van egy olyan mérési módszerre, amely kis próbatesteken is lehetővé teszi a törési szívósság-hőmérséklet trendgörbe korrekt meghatározását és ez jelenleg a mestergörbe.

A mestergörbe alapesetben (Basic Master-curve)

A mestergörbe félempirikus mérnöki közelítése a törési szívóssági trendgörbének. A törési szívósság trendgörbék a törési szívósság hőmérséklet függését írják le. A görbe alakját egy exponenciális függvénnyel lehet leírni és egy jellegzetes pontjának kimérésével lehet meghatározni a helyzetét a hőmérsékleti skálán. Az úgynevezett K_{1c} görbénél ez a pont a Charpy (dinamikus ütőmunka) 41 J kritériummal megállapított értéke (T_{k41J}, ami teljesen empirikus választás!), míg a mestergörbénél a 100MPa√m törési szívósséghoz tartozó hőmérséklet értéke (T_0). Ez utóbbi valódi törésmechanikai mérésen alapszik, így korrekt értéket ad. Az ASTM 1921-05 szabvány [4] a görbe képletét adja meg

$$K_0 = 31 + 77 \cdot \exp\{0.019 \cdot (T - T_0)\}$$

és azt a módszert, amellyel a mérési szórások figyelembevételével kiszámítható a T_0 hőmérséklet értéke. A méréseket sohasem lehet úgy elvégezni, hogy pont 100 MPa√m értéket adjanak, hanem a mérési hőmérséklet változtatásával el kell érni, hogy a mérések eredményei valódi törési szívósságot adjanak (K_{1c}, K_{1jc}), majd a próbatest méretthatását és a mérési szórásokat figyelembe véve ki kell számítani a T_0 hőmérsékletet.

A törési valószínűség eloszlása egyetlen hőmérsékleten elvégzett mérések és homogén ferrites acél esetében:

$$P_f = 1 - \exp\left\{-\left(\frac{K_{JC} - K_{min}}{K_0 - K_{min}}\right)^4\right\}$$

ahol K_{jc} a P_f valószínűséghez tartozó törési szívósság, K_{min} a szerkezeti anyag elméleti minimális törési szívóssága (csak rugalmas deformációval történő törési szívóssága) és K_0 egy karakterisztikus törési szívóssági érték, amely 63,2% törési valószínűséghez tartozik. K_{min} értéke acélra 20 Mpa√m.

A K_{1c} vagy K_{jc} (J integrálból számított K_{1c}) ridegtöréshez tartozó törési szívósság érték (szélsőérték). Az ASTM 1921 szabvány szerint a

$$K_{Jc} \le \sqrt{\frac{(W - a) \cdot \sigma_Y \cdot E}{30 \cdot (1 - \nu^2)}}$$

kritériummal szelektálhatóak a mérési eredmények. W a próbatest vastagsága, az előrepesztés mélysége, E a rugalmassági modulus, σ_y a folyáshatár és ν= a Poisson tényező. Ha a mért törési szívósság a számított értéknél nagyobb, azaz nem ridegtörés vagy kvázi ridegtörés történt, akkor a kritérium szerinti értéket kell használni a továbbiakban (cenzorálás). A kiértékeléséhez minimálisan hat érvényes mérés szükséges, a cenzorált értékek nem számítanak bele a hat mérésbe, bár a statisztikai elemzésnél a cenzorált értékeket figyelembe lehet venni.

A mestergörbe értékelés figyelembe veszi a próbatest méretének a hatását is és 25 mm vastag próbatestre (1CT=compact tension) normalizálja az adatokat a következő képlettel:

$$K_{25mm} = K_{min} + (K_{JC} - K_{min}) \cdot \left(\frac{B}{B_0}\right)^{1/4}$$

ahol B a próbatest vastagság és B0=25 mm.

Annak a hőmérsékletnek a kiválasztása, ahol a legnagyobb a valószínűsége az érvényes méréseknek általában próbálkozásokkal történik.

Segítséget nyújt a próba hőmérsékletének az előzetes kiválasztásához az 1. táblázat, ha ismerjük az adott acél Charpy átmeneti hőmérsékletét.

Próbatest mérete (1CT próbához viszonyított arány)	Próba javasolt hőmérséklete $T_{test}=T_{Charpy\ 41J}$- T
(1CT próbához viszonyított arány)	T [°C]
Előrepesztett Charpy méretű 3 pont hajlító-próba (10*10*55mm)	-50
0.4	-38
0.5	-34
1	-24
2	-14
3	-7
4	-4

1. táblázat. A mestergörbe mérés hőmérséklet kiválasztása Charpy átmeneti hőmérséklet alapján.

Az egy hőmérsékletes kiértékelésnél így rendszerint az első néhány mérés nem értékelhető, mert el kell találni a méréshez alkalmas hőmérséklet tartományt.

A több hőmérsékleten mért mestergörbe

Ennek a hátránynak a kiküszöbölésére és régebbi különböző hőmérsékleten végzett mérések feldolgozására az ASTM 1921-05 szabvány lehetővé teszi több hőmérsékleten mért adatok feldolgozását a következő egyenletek segítségével:

$$\sum_{i=1}^{n} \frac{\delta_i \cdot \exp\{0.019 \cdot [T_i - T_0]\}}{11 + 77 \cdot \exp\{0.019 \cdot [T_i - T_0]\}} = \sum_{i=1}^{n} \frac{(K_{Jc_i} - 20)^4 \cdot \exp\{0.019 \cdot [T_i - T_0]\}}{(11 + 77 \cdot \exp\{0.019 \cdot [T_i - T_0]\})^5}$$

A számítás feltétele, hogy csak olyan mért értékek vehetőek figyelembe, amelyeknek a mérési hőmérséklete maximum ±50°C-kal tér el a T_0 kiszámított hőmérséklettől.

Végül az ASTM 1921-05 szabvány megadja a figyelembe veendő mérési szórást is, amely az érvényes mérések számától függ:

$$\sigma_{ToE1921} = \frac{\beta}{\sqrt{r}}$$

ahol r az érvényes (cenzorálatlan) mérések száma és β az alábbi táblázatból vehető ki:

K^{eq}_{Jcmed} [MPa√m]	β
>82	18
65-82	18,8
58-65	20,1

2. táblázat. ß meghatározása a K_{jcmed} függvényében

A számítás a képlet hossza ellenére is viszonylag egyszerűen elvégezhető egy táblázatkezelő programban, ahol az egyes próbatestek értékei kerülnek beírásra, majd az egyes próbatestekből számított értékek summájának a minimum értékét vagy nemlineáris egyenlet megoldó opcióval PC-n számíthatjuk, vagy feltételezzük, hogy a T0 érétke egy zárt tartományba esik (pl. -80-+30 °C közé, fokonként kiszámoltatjuk az értékeket és keressük a minimumhoz eső T_0-t.

A mestergörbe természetesen a trendgörbe 50%-os valószínűségéhez tartozik. Ebből azonban egyszerűen meghatározható az 5 %, 1% vagy más törési valószínűséghez tartozó alsó határgörbe. A gyakorlatban az 5 % törési valószínűséghez tartozó görbét használják, ami azt jelenti, hogy valószínűen a mérések 5 %-a fog az alsó burkoló görbe alá esni. Ez megfelel a mérnöki gyakorlatnak, mert a valós szerkezeteknél még biztonsági tényezőket is alkalmaznak, és kis valószínűségi terhelésekre is méreteznek.

A mestergörbe kimérésénél figyelembe kell venni, hogy minél kisebbek a próbatestek annál nagyobb a mérési szórás. Az optimális anyagfelhasználás (legkisebb anyagfelhasználással legyártott próbatestek) valahol a Charpy méretű, esetleg az 5*10*55 mm-es fél-Charpy próbatestek tartományába esik. Számos publikáció létezik ennél kisebb próbatestek használatára, azonban a szórás ilyenkor annyira megnő, hogy vagy túl konzervatív alsó burkoló görbét kapunk, vagy nagyon nagyszámú próbatestet kell felhasználni.

Inhomogén mestergörbe.

A mérnöki szerkezetek anyaga sokszor inhomogén. A nagyméretű kovácsdarabok és lemezek tulajdonságai az egymástól távol eső helyeken eltérőek. Sok esetben javítják a nagyméretű darabokat hegesztéssel is. A mestergörbe számítási módszere alkalmas e kétfázisú (inhomogén) szerkezeti anyag tulajdonságainak a leírására is. A mestergörbe valószínűségi analízisen alapszik (maximum likelihood). A valószínűségi analízis megoldható kétfázisú (bimodal) vagy véletlenszerűen inhomogén anyagokra is. Véletlenszerűen inhomogén tulajdonságokat elsősorban a hegesztési varratok mutatnak, ahol a technológiából következően az egyes sorok tulajdonságai eltérőek lehetnek egymástól, míg a kétfázisú anyagmodell egyes kovácsolt anyagokra és a hegesztési varratok hőzónájára jellemző. A valószínűségi változó T_0 feltételezhetően egy Gauss eloszlást követ ahol a középérték T_{0MML} és a szórás σT_{0MML}. A valószínűségi függvény T_0 értékére ebben az esetben:

$$f_T = \frac{1}{\sigma T_{0MML} \cdot \sqrt{2\pi}} \cdot \exp\left\{-\frac{(T_0 - T_{0MML})^2}{2 \cdot \sigma T_{0MML}^2}\right\}$$

ezt visszahelyettesítve a mestergörbe törési valószínűségébe:

$$f_{T0} = 4 \cdot \frac{(K_{JC} - K_{min})^3}{(K_0 - K_{min})^4} \cdot \exp\left\{-\left(\frac{K_{JC} - K_{min}}{K_0 - K_{min}}\right)^4\right\}$$

Az eloszlásfüggvény valamennyi próbatest törési valószínűségére:

$$f = \int_{-\infty}^{\infty} f_T \cdot f_{T0} \cdot dT_0$$

Annak eldöntésére, hogy az alap vagy az inhomogén mestergörbe szerint kell a mérés kiértékelését elvégezni egy egyszerű kritérium használható:

$$\sigma_{T_{0MML}} > 2 \cdot \sigma_{T_{0EI921}}$$

A Mestergörbe alkalmazásának határai.

A mestergörbét ferrit-perlites alacsonyan ötvözött acélokra dolgozták ki a nukleáris ipar részére. Miután félempirikus trendgörbéről van szó, amelyet a reaktortartály acélok adatbázisán fejlesztettek ki, nem alkalmazható lágy szénacélokra, és erősen ötvözött acélokra (pl. saválló acélokra) sem. Alkalmazását azonban javasolták a ferrit-martenzites hőálló acélokra (9-14% Cr tartalmú acélok), amelyeket a jövő energetikai berendezéseinél tervezznek használni (pl. fúziós reaktorok, szuperkritikus erőművek, negyedik generációs atomerőművek, vagy magas hőmérsékleten üzemelő olajfinomító berendezések. Egy ilyen acélon a KFKI AEKI-ben végzett mérést mutatunk be az alkalmazások fejezetben.

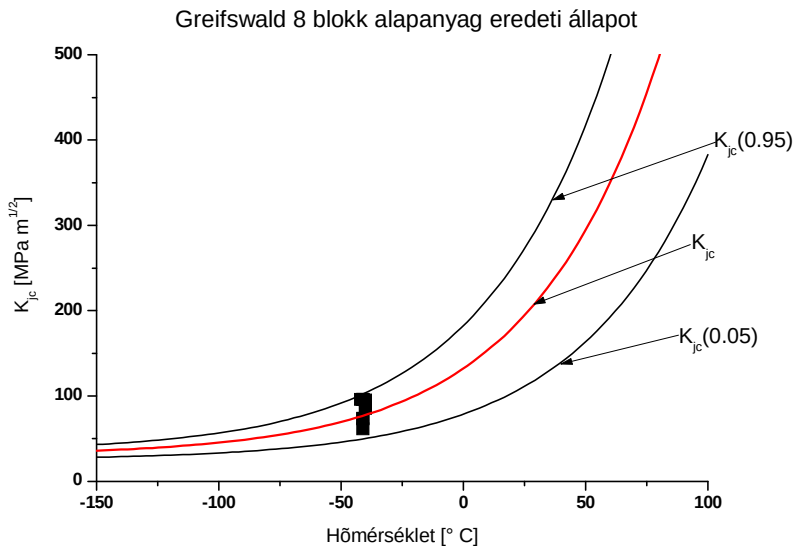
A mestergörbe nem érvényes – a törési szívósság trendgörbékhez hasonlóan - a 200 MPa√m érték felett. Ezen érték felett azonban már gyakorlatilag kizárt a ridegtörés a mérnöki szerkezeteknél és így nincs jelentősége a mestergörbe folytatásának a magasabb szívóssági értékek tartományába.

A mestergöbének létezik egy orosz párja, az úgynevezett. Basic Curve, amely az orosz nukleáris szabályzatokban található meg. A két görbe azonos eredményeket ad a legtöbb esetben. Eltérés található az erősen öregedett anyagoknál a felső értéktartomány (200 MPa√m) közelében, azonban ennek sincs. gyakorlati jelentősége. A Basic Curve kevésbé alapszik empírián, mint a mestergörbe, viszont a számítása sokkal bonyolultabb, és mivel több paramétert tartalmaz a kimérése is költségesebb és nehezebb. A mérnöki gyakorlatban az egyszerűbb mestergörbe alkalmazása sokkal célszerűbb.

Kim Wallin [5] kimutatta, hogy bár a mestergörbe mérhető a Charpy próbánál kisebb próbatesteken is (pl. 3*4*27 mm-es KLST próbatest), a kis méreteknél annyira megnő a szórás, hogy azonos – a gyakorlatban használható - eredmény eléréséhez több anyag kell, mint a Charpy méretű próbák térfogata.

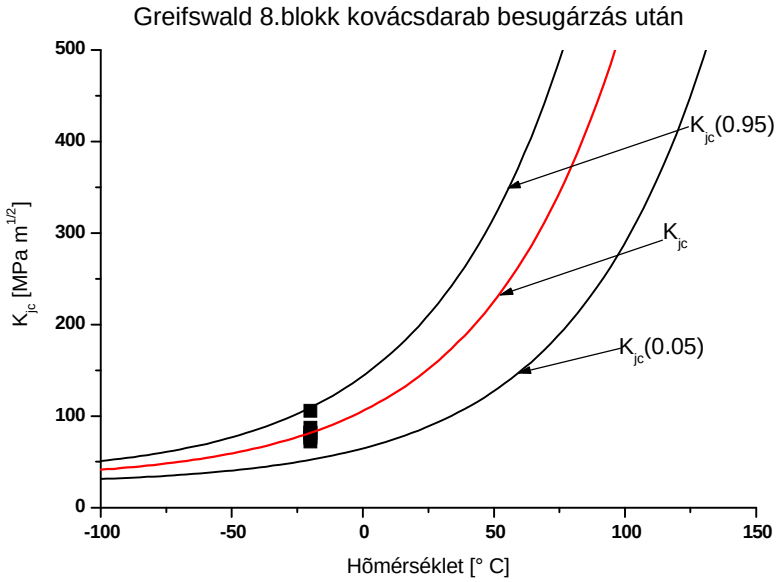
Néhány példa a mestergörbe alkalmazására.

A Greifswaldi atomerőmű 8. blokkja ugyanolyan Skoda gyártmányú reaktor volt, mint a paksi atomerőmű 1 - 4 blokkja. Elindítása előtt bekövetkezett Németország egyesítése, a blokkot sohasem helyezték üzembe, hanem szétvágták és leszerelték. Anyagából a drezdai Institute of Safety megszerzett néhány darabot és megosztotta a KFKI Atomenergia Kutató Intézettel és a petteni JRC Institute for Energy EU intézettel. A közös projekt során Pettenben, Drezdában és Budapesten több sorozat acélmintán vizsgáltuk a kovácsdarabok sugárállóságát. [6]



1. ábra. Mestergörbe mérés a Greifswaldi 8 blokk kovácsdarabján eredeti állapotban. A mérés egy hőmérsékleten történt, összesen tíz érvényes mérési pontot tartalmaz.
Figure 1. Master Curve obtained on 15Ch2MFA material cut from the Unit 8 of Greifswald RPV, unirradiated forging. The Master curve evaluation is made by using the single temperature method and includes 10 valid tests.

Olyan nagyméretű próbadarabok besugárzása, amelyeken, szobahőmérsékleten vagy efelett érvényes K_{1c} mérést lehetett volna végezni, szóba sem jöhetett. Charpy méretű előrepesztett próbatesteken végeztünk méréseket eredeti és besugárzott állapotban. Az anyag vegyi összetételét a 3. táblázat mutatja be. A kimért mestergörbét az eredeti állapotban és a besugárzás utáni állapotban az 1a és 1b ábrák mutatják be. Jól látható, hogy a sugárkárosodás a T_0 kritikus hőmérsékletet a pozitív tartomány felé tolta el.



2. ábra. Mestergörbe mérés a grifswaldi 8 blokk kovácsdarabján $3*10^{19}$ n/cm^2 E >1MeV neutron besugárzás után. A mérés egy hőmérsékleten történt, összesen nyolc érvényes mérési pontot tartalmaz.
Figure 2. Master Curve obtained on 15Ch2MFA material cut from the Unit 8 of Greifswald RPV, irradiated with $3*10^{19}$ n/cm^2 E>1MeV neutron fluence at 270°C in the Budapest Research Reactor. The Master curve evaluation is made by using the one temperature method and includes 8 valid tests.

Általános tapasztalat, hogy az eltolódás mértéke kb. 10%-al nagyobb, mint a Charpy átmeneti hőmérséklet eltolódása azonos besugárzás esetén, de a Charpy vizsgálat nagyobb szórása és a magasabb átmeneti hőmérséklete miatt a mestergörbe nemcsak valós, de kevésbé konzervatív eredményt is ad, ami előnyös a reaktorok élettartamának törésmechanikai számításánál. Az acél vegyi összetételét a 3. táblázat, az egy hőmérsékleten végzett mestergörbe mérés eredményeit a 1. és a 2. ábra mutatja be.

C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo
[%]					
0,15	0,30	0,45	2,86	0,10	0,79
W	**Cu**	**P**	**S**	**V**	
[%]					
0,01	0,05	0,008	0,009	0,31	

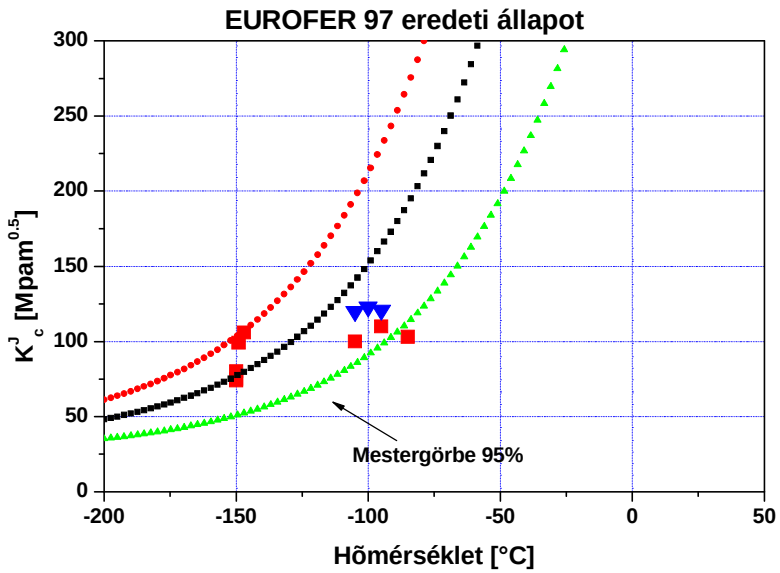
3. táblázat. A Greifswaldi 8. blokk 0.3.1 jelű kovácsdarab vegyi összetétele

Egy másik érdekes méréssorozat volt az Eurofer 97 anyag vizsgálata [7]. Az Eurofer mechanikus ötvözéssel készített 9 %-os Cr acél számos más ötvözővel, amelyek közös tulajdonsága, hogy kevéssé aktiválódnak és hamar elvesztik a radioaktivitásukat. Az Eurofer-t fúziós reaktorok számára fejlesztették ki, sugárállósága és korrózióállósága mellett 600 – 650 °C-on is jelentős szilárdsággal rendelkezik. A problémát az jelenti, hogy csupán laboratóriumi mennyiségeket állítottak eddig elő és igen drága. A kísérlet célja az volt, hogy megállapítsuk, alkalmazható–e a Mestergörbe módszer erre az anyagra is eredeti állapotban és kutatóreaktorban történő besugárzás után is. A rendelkezésre álló anyagmennyiség olyan kevés volt, hogy csak 4 - 4 próbatestet tudtunk belőle kivágni. Ezek eltörése után úgynevezett próbatest rekonstrukcióval (az eltört próbatestek két-két maradék darabjának két végét más anyag hozzáhegesztésével kitoldottuk és ebből új próbatesteket munkáltunk ki) állítottunk elő újabb 8 próbatestet. Az így mért mestergörbe besugárzatlan anyagon kiváló eredményt adott. Ennek az anyagnak a sugárkárosodással szembeni szívóssága olyan nagy, hogy a besugárzott anyagon az első néhány mérés érvénytelen lett (túl nagyra becsültük a sugárkárosodás által okozott átmeneti hőmérséklet-emelkedést, mert hasonló mérési adat még nem volt az irodalomban sem) és

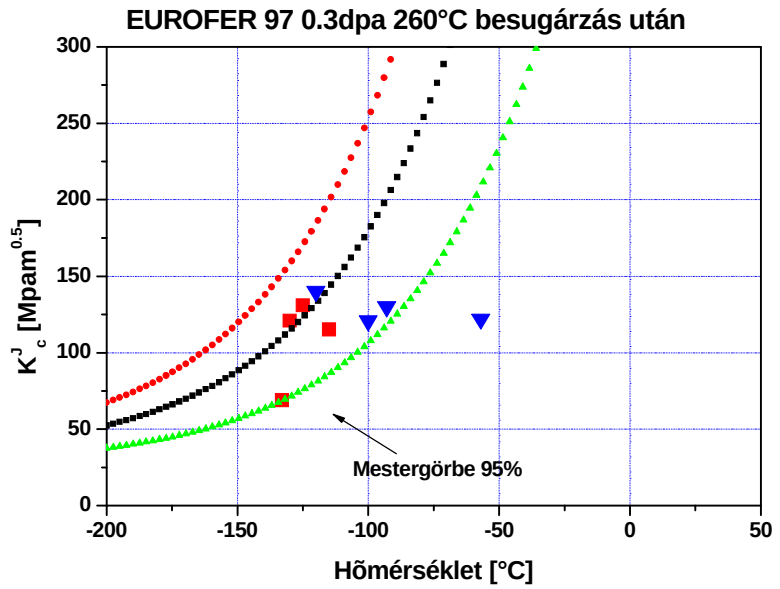
így nem kaptunk érvényes görbét. Bár a kapott görbe érvénytelen, jól látható, hogy a módszer alkalmazható az Euroferr vizsgálatára mind eredeti, mind besugárzott állapotban, és ez az acél igen kevéssé ridegszik a neutronsugárzás hatására. Az acél vegyi összetételét a 4. táblázat, a mestergörbe mérés eredményeit a 3. és a 4. ábra mutatja be.

Acél	Cr	W	Mn	V	Ta
	[%]				
Eurofer 97	8,9	1,07	0,49	0,28	0,15

4. táblázat. Az Eurofer 97 acél vegyi összetétele.



3. ábra. EUROFERR 98 acél mestergörbe vizsgálata eredeti állapotban. A piros kockák az érvényes mérési pontok, a kék háromszögek a cenzorált mérési pontok.
Figure3. Master Curve testing of Eurofer 97 (9% Cr ferrite martensitic steel) in as received state. Multitemperature method is used. The red quadrangles are the valid results; the blue triangles are censored points



4. ábra. EUROFER 97 acél mestergörbe vizsgálata 0.3 dpa neutron-besugárzás után. A piros kockák az érvényes mérési pontok, a kék háromszögek a cenzorált mérési pontok.
Figure 4. Master Curve testing of EUROFER 97after 0.3dpa neutron irradiation at 260°C. Multitemperature method is used. The red quadrangles are the valid results; the blue triangles are censored points

Irodalom:

[1]. Unified Procedure for Lifetime Assessment of Components and Piping in WWER NPP-s "VERLIFE"

[2]. PNAE G-7-002-86: Нормы расчета иа прочность оборудования и трубопроводов атомных энергетических установок, 1990, Energoatomizdat, Moszkva;

[3]. Guidelines for Application of the Master Curve Approach to Reactor Pressure Vessel Integrity in Nuclear Power Plants. International Atomic Energy Technical Report Series no. 429 Vienna 2005

[4]. ASTM-1921-09. Test Method for Determination of Reference Temperature, To for Ferritic Steels in the Transition Range. ASTM 2009

[5]. D.E. Mc. Cabe, J. G. Merkle, K. Wallin: An Introduction to the Development and Use of the Master Curve Method. ASTM, 2005 May

[6]. Matti Valo, Kim Wallin, Enrico Lucon, Milos Kytka, Milan Brumovsky, Beatriz Acosta, Luigi Debarberis, Jyrki Kohopää, Ferenc Gillemot and Marta Horvath The Euratom 5th Framework Programme Project FRAME (fracture mechanics based embrittlement); description of the project and first results; Nuclear Engineering and Design, Volume 235, Issues 2-4, February 2005, Pages 445-455;

[7]. F. Gillemot, M. Horváth, L. Tatár, G. Uri: Mastercurve Application For Euroferr TW5-TTMS-005 AEKI Progress report 2006

ANYAGVIZSGÁLÓK LAPJA
MINŐSÉGBIZTOSÍTÁS * ÁLLAPOTELLENŐRZÉS
Elektronikus folyóirat
2010/3

TISZTÍTÁS UTÁN VISSZAMARADÓ SZENNYEZŐDÉS VIZSGÁLATÁNAK MÓDSZEREI
METHODS FOR DETERMINATION THE SURFACE PARTICLE CONTAMINATION OF VEHICLE COMPONENTS AFTER CLEANING

CSIZMAZIA FERENCNÉ, IGAZ ANTAL

***Kulcsszavak**: járműipari alkatrészek, tisztaságvizsgálat, mikroszkópos módszer*
***Keywords**: vehicle component, cleanliness test, microscopic measurement*

Összefoglalás

A cikkben a járműipari alkatrészek tisztaságvizsgálatának célját, menetét és alkalmazási példákat mutatunk be. Továbbá felhívjuk a figyelmet a mikroszkópos módszer megbízhatóságát befolyásoló tényezőkre.

Summary

In this study the aim of the cleanliness test have been presented and processes for determination the particle contamination level of vehicle component surfaces are introduced. The main factors having influence on the reliability of the microscopic measurement results were also pronounced.

Bevezetés

Ismertes, hogy a gyártás közben az alkatrészek például fogaskerekek felületén megtapadó fémes és nem fémes szennyeződések beszerelés után a sebességváltóban kopási folyamatokat indíthatnak. Hasonlóképpen lényeges a járművekbe beépített elektronikai alkatrészeket tartalmazó házak fokozott tisztítása, a tisztítási folyamat ellenőrzése, hiszen a szennyeződés ebben az esetben akár rövidzárlatot is okozhat.

A vizsgálatokat szabványosították. Ilyenek például az ISO 16232/VDA 19 a „Járművek folyadékkörében alkalmazott alkatrészek tisztasága” vagy az ISO 4406 és 4407 szabványok, amelyek a „Hidraulika olajok tisztaságvizsgálata” címet viselik. Fontos megemlíteni az egyes megrendelők által a beszállítandó alkatrészekre vonatkozó előírásokat, melyek a fent említett szabványokon alapulnak, de az adott alkatrészre vonatkozóan pontosan meghatározzák a vizsgálati körülményeket, a megengedett részecskék fajtáját és méretét, a vizsgált terület vagy térfogat nagyságát, a tisztasági fokozat mérőszámát és így tovább.

A vizsgálat lépései a mintavétel, amely a mosást és a szűrést jelenti, az értékelés és a minősítés. A továbbiakban az egyes lépéseket ismertetjük.

Mintavétel

A mintavétel első lépcsője a mosás, amely az alkatrész nagyságától függően történhet mosófolyadékkal való öblítéssel, mosófolyadék sugárral vagy ultrahangos mosóberendezésben. Mivel ez a folyamat meghatározó a vizsgálat eredményeinek hitelessége szempontjából az előírásokban pontosan meg kell adni a mosófolyadék specifikációját, hogy az vízbázisú vagy poláros illetve apoláros-e. A folyadék mennyiségének meghatározására a G szám szolgál, amely a folyadék ml-re és a tisztított felület cm^2-ben kifejezett értékének hányadosa. Szintén lényeges szerepe van a mosási körülményeknek, mint például a fúvóka mérete, a nyomás, ultrahangos mosás esetén az ultrahang frekvenciája, a mosás időtartama. A mintavételi körülmények meghatározásánál több egymást követő lépésben végezzük a tisztítást és meghatározzuk az eltávolított részecskék számát. Ennek alapján olyan paramétereket határozunk meg például ahol a mérhető szennyeződés mennyisége legalább a kiinduló érték 10 %-a alá csökken, azaz a mosások számának további növelése már nem növeli a szennyező anyagok mennyiségét.

Szűrés

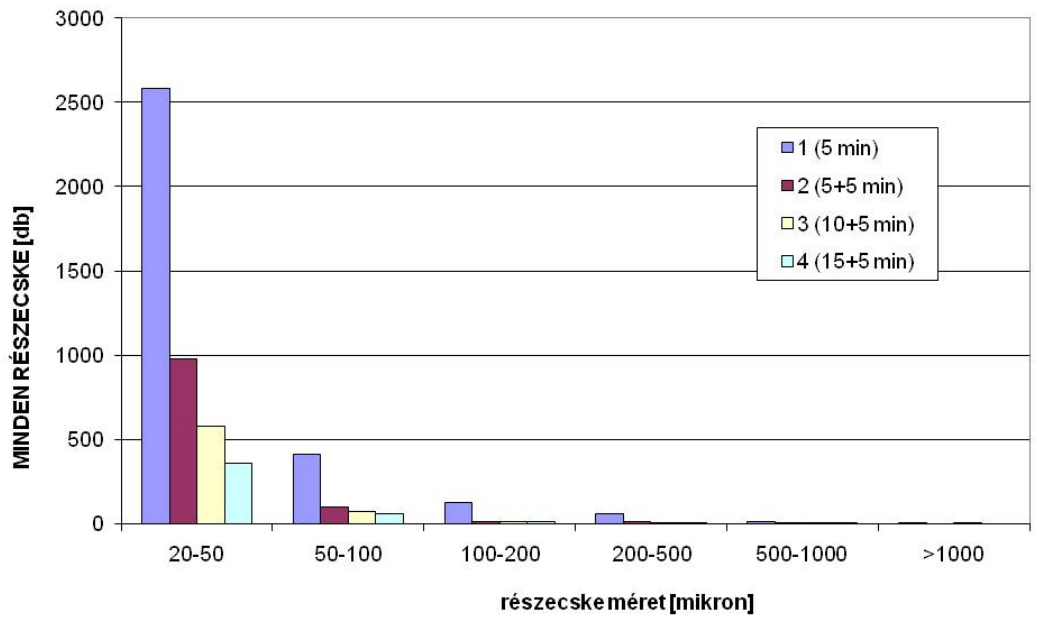
A mosást a szűrés követi. Lényeges a szűrő anyaga, a lyukmérete és az átmérője. A tökéletes szűrést vákuum szivattyú használatával tudjuk biztosítani. Fontos megjegyezni, hogy a mintavételhez használt eszközök és a környezet nem járulhat hozzá a minta szennyeződéséhez, tehát lehetőleg pormentes környezetet kell biztosítani.

Értékelés

Az értékelés módja lehet gravimetrikus, amennyiben a szennyeződés tömege meghaladja az 5 mg értéket. Ebben az esetben nagyon lényeges a szűrő kiszárítása, hiszen a visszamaradó mosófolyadék tömege meghamisíthatja a mérést. Ez a módszer egyszerű, egy analitikai mérleg segítségével gyorsan elvégezhető, de hátránya, hogy nem ad a méreteloszlásra vonatkozó információt. Ez gondot jelent, mert az alkatrészekre vonatkozó rajzi előírásokban a megengedett szennyeződés tömege mellett gyakran megadják a

Csizmazia Ferencné dr. Széchenyi István Egyetem / Anyagismereti és Járműgyártási Tanszék / főiskolai docens
Igaz Antal ,Carl Zeiss Technika Kft

megengedhető legnagyobb szennyeződések méretét vagy különböző méretosztályok esetén a megengedett részecskék darabszámát is. Ez a feladat azonban már csak mikroszkópos vizsgálattal oldható meg. A fénymikroszkópos értékelés előnye, hogy információt kapunk a méreteloszlásra, a szennyeződések típusára vonatkozóan. A módszer reprodukálható, automatizálható, de hátránya, hogy az anyagminőségre csak korlátozottan következtethetünk. Amennyiben a szennyeződés anyagminőségét is meg kell határozni, az már csak pásztázó elektronmikroszkóp és a hozzá kapcsolt EDX elemző segítségével lehetséges.



1. ábra Az eltávolított részecskék száma egymást követő mosási lépcsők után
Figure 1. Number of the polluted particles in the different washing steps

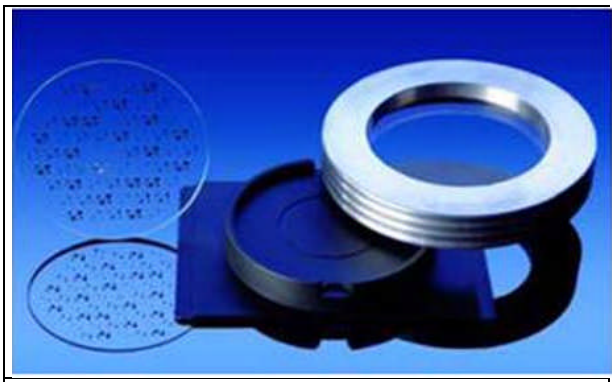
2. ábra Vákuumos szűrő berendezés
Figure 2. Vacuum filtering equipment

A fénymikroszkópos módszer ismertetése

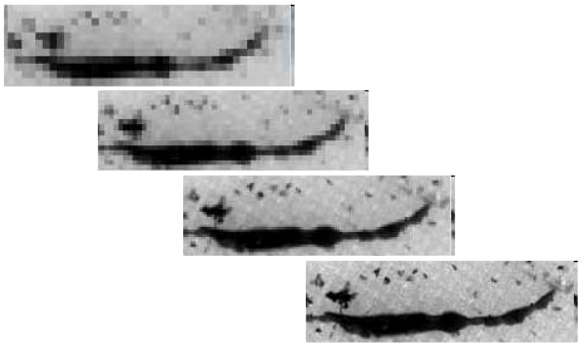
A fénymikroszkópos módszer olyan berendezést igényel, amely motorikus fókusszal és tárgyasztal mozgatással rendelkezik, alkalmas a világos látóterű megvilágításon kívül polarizált fénnyel való megvilágításra is. A szűrőt speciális mintatartóban kell elhelyezni, továbbá rendelkeznie kell kamerával és képfelvevő szoftverrel.

A mérés lépései a következők: mozaikkép készítése, képelemzés, befoglaló méretek és a részecske típusok meghatározása, méretosztályokba sorolás, dokumentálás.

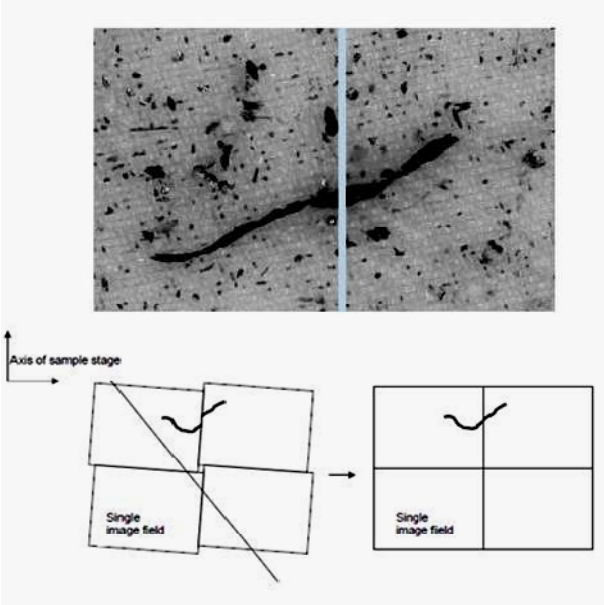
A mozaik kép készítésénél figyelembe kell venni a legkisebb meghatározandó szemcseméretet, hiszen ennek függvényében lehet az objektív nagyítását megválasztani. Általános szabály, hogy a legkisebb mérendő részecskét 5 - 10 pixel fedje.



3. ábra Minta tartó
Figure 3. Sample holder

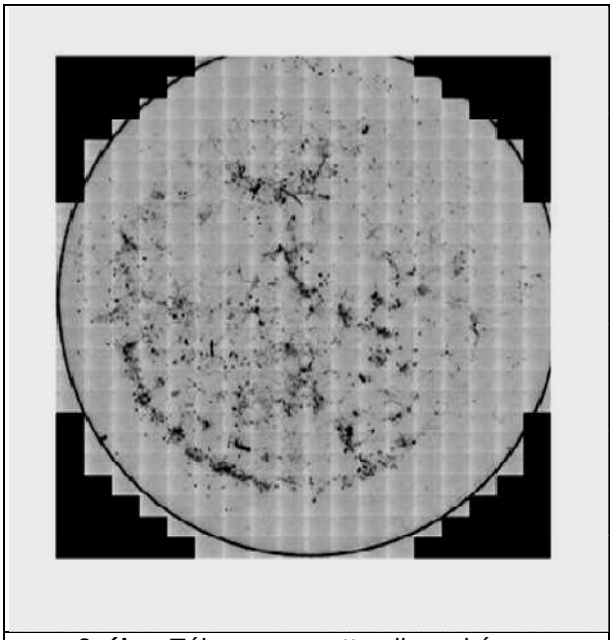


4. ábra A felbontóképesség hatása
Figure 4. Effect of the resolution ability



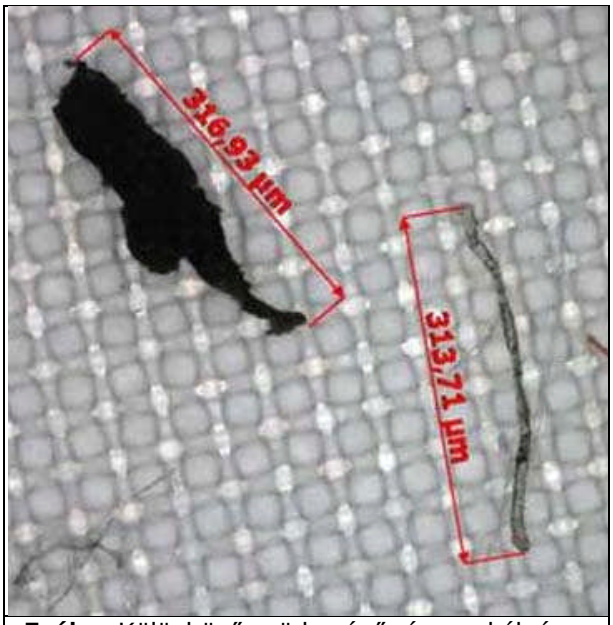
5. ábra A látómezők megfelelő illesztésének szerepe
Figure 5. Role of the appropriate joint of the field of vision

Például 5x objektív esetén a pixelfelbontás ≈0,9 μm, ez ≈ 10μm méretű részecskék elemzését teszi lehetővé. Azonban, ha a legkisebb mérendő szemcse 5 μm méretű, már 10x nagyítású objektív használata szükséges. A mozaikképnél figyelni kell a látómezők illesztésére is. Fontos megjegyezni, hogy a fénymikroszkópos módszer nem alkalmas a „túlszennyezett", egymáson elhelyezkedő részecskék szétválasztására.



6. ábra Túl szennyezett, mikroszkópos kiértékelésre alkalmatlan minta
Figure 6. Unsuitable sample for testing because of the high contamination level

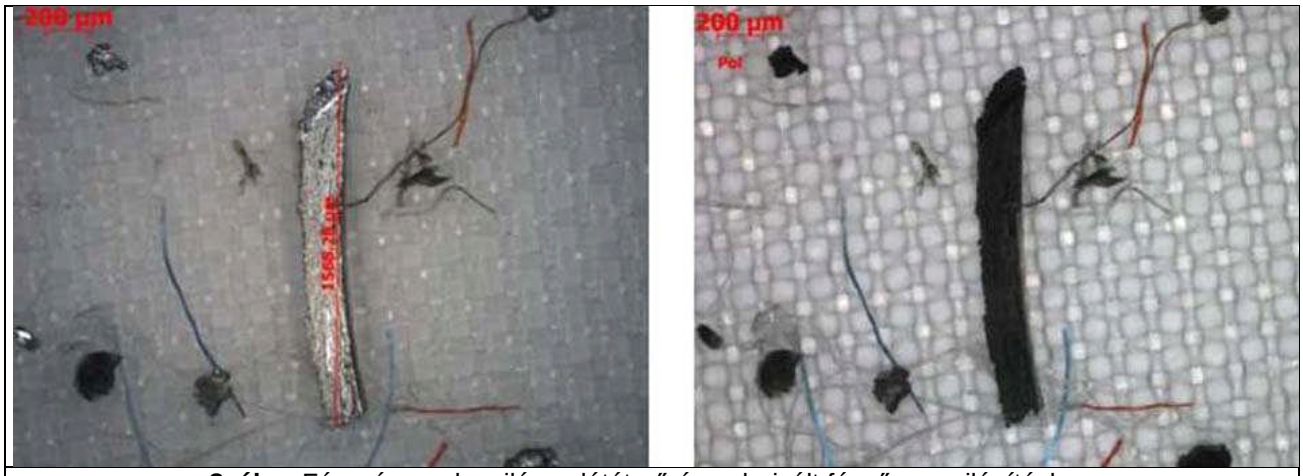
A mozaikkép felhasználásával a szürkeségi fok szerint választhatjuk szét a részecskéket. A szoftver a legnagyobb befoglaló méretet méri (feretmaximum)



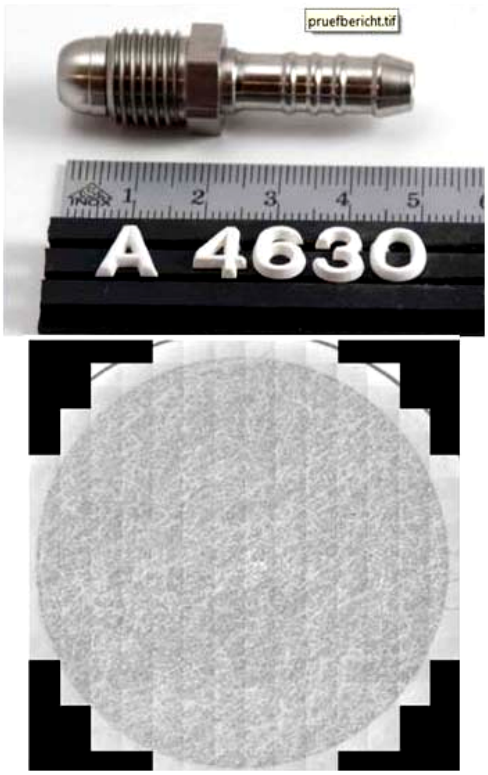
7. ábra Különböző szürkeségű részecskék és a feretmaximum értelmezése
Figure 7. Particles having different grey relation degree and explanation of the feretmax value

Sok esetben szükség van a fémes és nem fémes vagy a szálszerű szennyeződések külön minősítésére. A fémes és nem fémes szennyeződések elkülönítése a világos látómezős és a polarizált fénnyel megvilágított kép alapján lehetséges. A fémes szennyeződés a világos látótérben fényes (*reflective*), míg a polarizált fénynél sötét színű. A szálakat pedig az alakténye megadásával tudjuk elkülöníteni. Ha az alaktényező *(form circle*) kisebb, mint 0,16, biztosan szálról van szó.

Az értékelést egy példán mutatjuk be. A 9. ábra egy adott alkatrészt annak vizsgálatánál készült szűrőt és az összes részecske eloszlását mutatja.

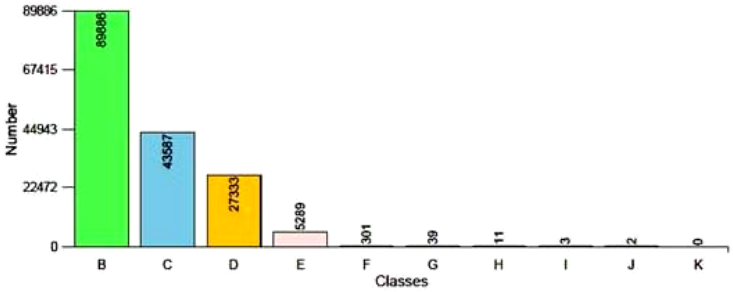


8. ábra Fém részecske világos látóterű és polarizált fényű megvilágításban
Figure 8. Bright field image and polarized light image of a metal particle



Evaluation of all particles

Class distribution (by count)



Particle size distribution

Class	Lower boundary	Operators	Upper boundary	Particles allowed	Number	Status	Number %
B	5	>= ... <	15		89886	OK	54.00
C	15	>= ... <	25		43587	OK	26.19
D	25	>= ... <	50		27333	OK	16.42
E	50	>= ... <	100		5289	OK	3.18
F	100	>= ... <	150		301	OK	0.18
G	150	>= ... <	200		39	OK	0.02
H	200	>= ... <	400		11	OK	0.01
I	400	>= ... <	600		3	OK	0.00
J	600	>= ... <	1000		2	OK	0.00
K	1000	>= ... <			0	OK	0.00

9. ábra Példa az értékelésre
Figure 9. Example for evaluation

A fénymikroszkópos módszer segítségével reprodukálható módon határozhatjuk meg a tisztított alkatrészen visszamaradt szennyeződések méret szerinti eloszlását és darabszámát. Lehetséges továbbá a fémes, nem fémes és szálszerű szennyeződések szétválasztása és ezek számszerűsítése is. Az eredmények megbízhatóságát befolyásolja a mintavétel szakszerűsége.

Összefoglalás

A cikkben a járműipari tisztaságvizsgálat lényegét, lépéseit, a meghatározható eredményeket befolyásoló tényezőket elemeztük. Konkrét méréssel részletesen bemutattuk a fénymikroszkópos módszert, de kitértünk a gravimetriás és az elektronmikroszkópos módszer előnyeire és hátrányaira is.

Irodalomjegyzék

[1] ISO/DIS 16232-7.2 Road vehicles-Cleanliness of components of fluid circuits Part 7:Particle sizing and counting by microscopic analysis

[2] International Standard ISO 4406 Hydraulic fluid power-Fluids-methods for coding the level of contamination by solid particles

[3] International Standard ISO 4407 Hydraulic fluid power-Fluid contamination-Determination of particulate contamination by the counting method using an optical microscope

ANYAGVIZSGÁLÓK LAPJA
MINŐSÉGBIZTOSÍTÁS * ÁLLAPOTELLENŐRZÉS
Elektronikus folyóirat
2010/3

Metrológia és azon túl

Az új műszaki fejlesztések magasabb szintre emelik az ipari felületvizsgálatot

To Metrology and Beyond

New technical advances take industrial surface inspection to the next level

Michael Schiller

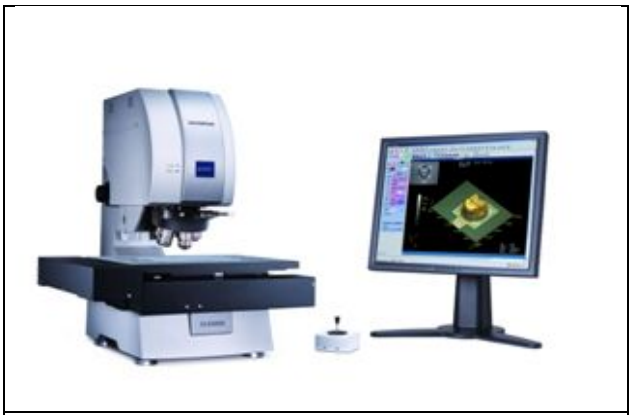
Kulcsszavak: *metrológia, konfokális lézer pásztázó mikroszkóp*
Keywords *metrology, confocal Laser Scanning Microscope: (cLSM)*

Introduction

In the modern industrial era, where perfection is expected by the customer, manufacturers are facing increasing pressure to produce components of the highest quality. This coupled with the push for miniaturisation and complexity adds pressure on the R&D and quality checking stages. New product output can therefore be slowed down as researchers check every novel component carefully before going to production. Traditionally, these microscopic features are viewed on instruments which leave a sample unusable after testing; the scanning electron microscope (SEM) for instance. Metrology requires the use of more than just an SEM though, with stereo microscopes and contact profilometers also featuring heavily. To eliminate the need for multiple instruments and destructive processes, a new metrology instrument has been developed by Olympus, which combines a conventional light microscope and a laser scanning confocal microscope.

Bevezetés

A modern ipari korban, ahol a vásárlók tökéletességet várnak el, a gyártók folyamatosan növekvő nyomásnak vannak kitéve a legmagasabb minőségi szintű alkatrészek előállítása terén. Ehhez társul a miniatürizáció és komplexitás iránti igény, ami további terhet ró a Kutatás-Fejlesztésre és a Minőségbiztosításra. Az új termékek piackész állapotának elérését késleltetheti, hogy a kutatóknak minden egyes új komponenst gondosan ellenőrizniük kell, mielőtt az gyártásba kerül. Hagyományosan ezen mikroszkopikus jellemzőket olyan műszereken vizsgálják, ahol a mintadarab a tesztet követően használhatatlanná válik. Ilyen például a pásztázó elektron mikroszkóp (SEM). A SEM mellett a metrológia további eszközök használatát is igényli, jelentős például a sztereó mikroszkópok és a profilométerek szerepe. A különböző mérő eszközök és roncsolással járó folyamatok kiküszöbölésére az Olympus kifejlesztett egy új metrológiai műszert, ami egyesíti a hagyományos fénymikroszkóp és a konfokális lézer pásztázó mikroszkóp (confocal Laser Scanning Microscope – cLSM) előnyeit.



1. ábra: Olympus LEXT – Nagy felbontású 3D felületi profil vizsgálat és mérés UV-lézer alapú konfokális mikroszkóppal

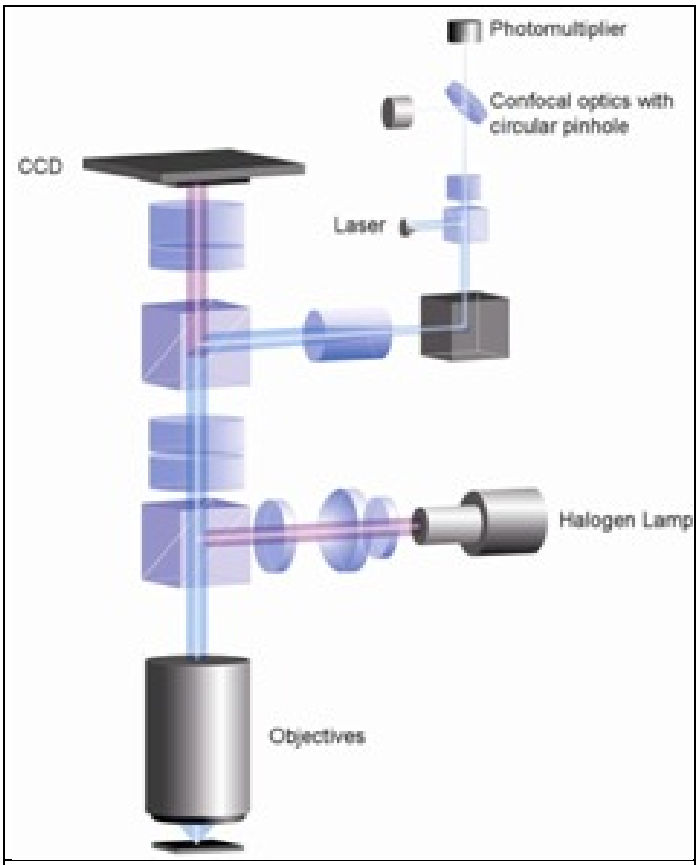
Michael Schiller *Product manager*
UNICAM Magyarország Kft. - OLYMPUS Mikroszkóp Üzletág
Telefon: 06-1-221-5536
E-mail: unicam@unicam.hu

Analyse, don't annihilate

Metrological analyses are best carried out using the finest possible resolution at a range of magnifications. At present, for many high magnification observations samples are viewed using an SEM. This is a time consuming and destructive process, since the sample must be broken up, coated with a conductive material and can only happen under a vacuum. SEM images also provide very limited opportunities for analysis, acting more as an observational tool then a measuring device. Before reaching the SEM stage, the sample may be viewed under a conventional stereo microscope to look for more obvious surface details. This microscope also acts as a useful tool during the preparation of a sample for SEM or contact profilometery.

Elemezz, ne roncsolj

A metrológiai elemzések legjobb kivitelezése a használt nagyításhoz tartozó legfinomabb felbontás mellett történhet. Jelenleg a nagy nagyítást igénylő vizsgálatok körében a SEM technológia a jellemző. Ez egy időigényes és roncsolással járó eljárás, mivel a vizsgálni kívánt mintát el kell törni, a felületét be kell vonni vezető anyaggal, ráadásul csak vákuumban végezhető el a vizsgálat. A SEM módszerrel készített képek nagyon csekély mértékben alkalmasak további elemzések kivitelezésére, így inkább vizuális vizsgálati eszköznek, semmint mérőeszköznek tekinthető. A SEM vizsgálatra alkalmas mintaállapot előtt a vizsgálni kívánt tárgy megtekinthető hagyományos sztereó mikroszkóp segítségével, a nyilvánvaló felületi részletek azonosítása érdekében. Ez a fajta mikroszkóp egyben hasznos segédeszköz a SEM vagy érintéses profilometria területén alkalmazott mintaelőkészítés során is.



2. ábra: Egyesített 408nm-es LSM és hagyományos mikroszkóp optikai rendszere

The LEXT is designed to essentially replace these three different tools with one single solution. This has required the application of a number of technical advances which allow the system to move easily from lowest magnification – 120x, to the highest 14,400x, whilst providing peerless resolution and analysis capabilities.

Larger & Clearer

At 120x the LEXT system overlaps with the magnification provided by stereo microscopes making it easy to carry out initial observation of conspicuous surface details. Areas of interest can then be viewed at much higher magnifications (up to 14,400x) which overlap with SEM, by moving through a series of automated parfocal objectives. These are designed so that when changing magnification, no re-focusing is required. This means that keeping track of a specific feature is much easier than normal and also that the user can get as close as they want to the sample without breaking it apart or causing any other damage.

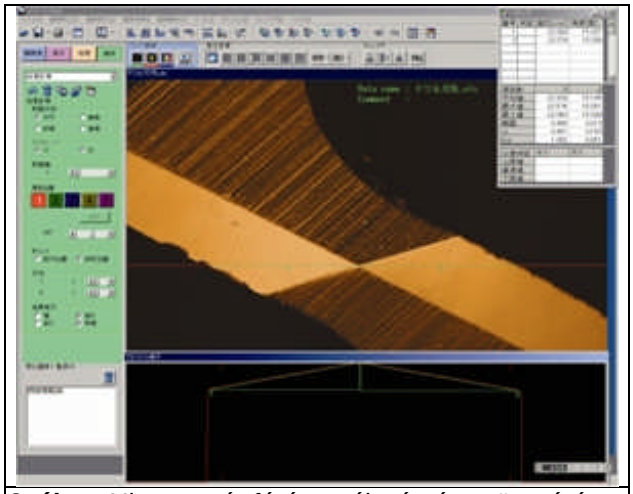
Standard laser confocal systems can achieve resolutions down to 200nm, but the technological advances in the LEXT allow it to reach as low as 120nm in x-/y-direction. Moreover, resolution on the Z-axis is 10nm, due to the use of a new mathematical algorithm and the finely controlled movement of the nosepiece rather than the object stage. In addition, the LEXT used a 408nm laser-diode with newly designed and calibrated optical components, which have excellent transmission across the entire visible spectrum.

A LEXT műszert alapvetően arra tervezték, hogy a fenti három különböző eszközt egyetlen megoldásban kiváltsa. Ez technikai fejlesztések sorának alkalmazását tette szükségessé, ami lehetővé teszi a rendszer számára a legkisebb nagyítástól (108x) a legnagyobb nagyításig (17.280x) történő egyszerű átállást, miközben mindvégig páratlan felbontást és elemzési lehetőségeket biztosít.

Nagyobb & Tisztább

A 108x nagyításnál a LEXT rendszer a sztereó mikroszkópok által használt nagyítási tartományban dolgozik, lehetővé téve a feltűnő felületi részletek egyszerű előszűrését. Az érdekes területek sokkal nagyobb nagyítás (akár 17.280x) használatával is vizsgálhatóak, ami pedig már a SEM által használt nagyítási tartományba esik, mindez parfokális objektívek automatikus váltása segítségével. Ezen objektívsorok úgy lettek megtervezve, hogy a nagyítás változtatása során ne legyen szükség a helyes fókuszpozíció ismételt beállítására. Ez lehetővé teszi például egy specifikus jellemző egyszerű nyomon követését, valamint biztosítja, hogy a felhasználó bármilyen közel is megy a mintához a nagyítás növelése során, nem tudja megroncsolni sem a mintát, sem pedig a műszert.

A hagyományos konfokális lézer pásztázó rendszerek felbontóképessége elérheti a 200nm-t, azonban a LEXT rendszernél alkalmazott technikai újítások lehetővé tették a 120nm-es felbontás elérését is X-Y irányban. E mellett a Z-irányú felbontás 10nm az új matematikai algoritmusok használatának és a tárgyasztal helyett az objektívrevolver finom mozgatásának köszönhetően. Ezekhez társul a LEXT által használt 408nm lézerdióda, ami természetesen szükségessé tette az optikai komponensek újratervezését és kalibrálását. Utóbbiaknak kiváló áteresztési tulajdonságai vannak a teljes látható hullámhossztartományban.



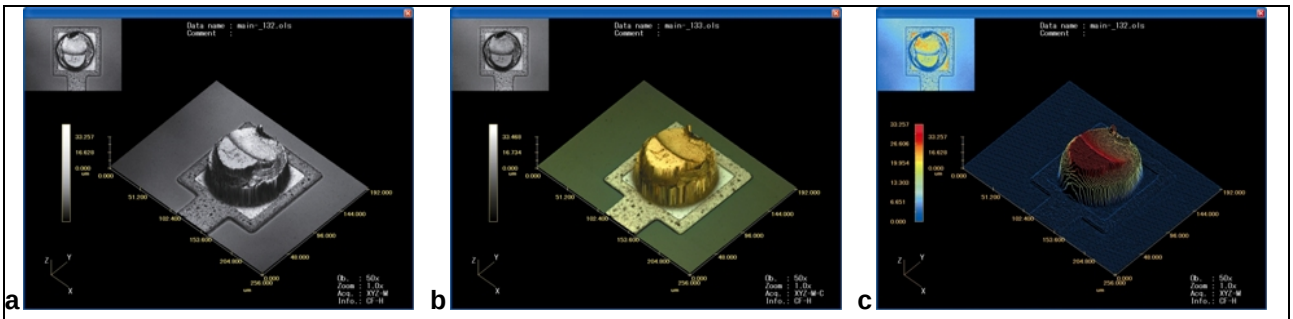
3. ábra: Ultra precíz fúrás, mélység és szögmérés

Visualisation

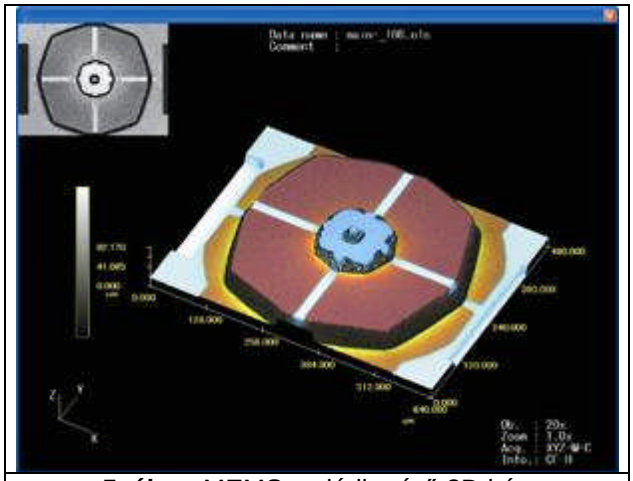
By covering such a wide magnification range with parfocal objectives and combining a conventional and laser confocal microscope, viewing a sample on this system is very easy. The stage can handle items up to 10kg in weight and 100mm in height, and therefore a complete brake disc or turbine blade can be analysed with the same ease as a micro-electromechanical system (MEMS) device. Using conventional microscopy specific features of a surface can be quickly identified at low magnification. The areas of interest can then be magnified further and analysed using a plethora of powerful, confocal microscopy–based observation and measurement tools.

Megjelenítés

E széles nagyítási tartomány lefedése a parfokális objektívek használatával, valamint a hagyományos konfokális lézer pásztázó mikroszkóp technológia alkalmazása együtt nagyban megkönnyíti a LEXT rendszeren történő mintavizsgálatot. A tárgyasztal teherbírása lehetővé teszi akár a 10kg tömegű és 100mm magasságú minták vizsgálatát is, így egy teljes féktárcsa vagy turbina lapát is éppen olyan könnyen elemezhető, mint egy mikro-elektromechanikus rendszer (MEMS) eszköz. A hagyományos mikroszkópia használatával egy felület specifikus jellemzői gyorsan azonosíthatóak kis nagyításnál. Az érdekes területek ezután tovább vizsgálhatóak nagyobb nagyításnál a konfokális mikroszkóp-alapú erőteljes vizsgáló és mérő eszközök alkalmazásával.



4. ábra:
IC Stud Bump: B) valódi színű 3D kép; C) 3D rácsháló kép színkódolt magassági információval; A) 3D szürkeárnyalatos kép



5. ábra: MEMS, valódi színű 3D kép

With the majority of surfaces being analysed for contours, special techniques need to be employed at high magnifications since there is very little depth of focus. The LEXT uses confocal optics, each optical slice consists only of in-focus pixels and therefore, by simply combining a stack into one image, a perfect 2D representation of the entire feature is formed. For many of the analyses carried out using LEXT though, it is important to see the object in 3D detail and therefore these same optical slices can easily be arranged into a highly accurate 3D image. Most confocal microscopes carry out these processes post-capture and therefore there is a significant delay between taking the images and seeing the result. Once the top and bottom of the stack has been set the LEXT does not have this delay since it uses a specialised MEMS-based scanning unit and advanced software providing real-time observation.

Analysis and reporting

The images produced can be shown in a number of different ways. Not only the standard 2D and 3D images mentioned above, but also as wire mesh and colour contour images. The user can then select areas or cross sections to analyse for height, length, angle and volume data as well as surface roughness. Another impressive feature is the ability to combine the conventional microscopy channel output with that of the laser confocal; this means that true colour can be used to show clearer contrast. This is especially useful if a sample consists of a number of areas at equal heights, but made from different materials. This type of analysis cannot be completed on SEM since the surfaces are all coated with the same compound and therefore would appear to have the same height.

With repeatability and traceability key to the auditing of most manufacturing and R&D procedures, it is essential that any measuring instrument can store the correct information about each and every procedure. This must also be available in printed reports. All analyses completed by the LEXT system conform to international standards such as the United Kingdom Accreditation Service (UKAS), the Japan Quality Assurance Organisation (JQA) and the Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB).

Bespoke standards can also be programmed into the system without limiting its operability. Comprehensive reporting via a built-in facility provides users with the flexibility to include all of the data required in a consistent format.

A kontúrok szempontjából elemzett felületek nagy többségénél speciális technikákat kell alkalmazni nagy nagyításoknál, mivel a mélységélesség nagyon kicsi. A LEXT rendszer konfokális optikai elrendezést használ, amely leképezés során minden optikai szelet kizárólag fókuszban lévő képpontokat (pixel) tartalmaz, ezáltal az azonos XY-pozíción elkészített Z-irányú képsorozat tagjait egyesítve a leképezett jellemző tökéletes 2D megfelelője nyerhető. E mellett sok LEXT alkalmazás szempontjából fontos az objektumok 3D részleteinek vizsgálata is, ami ugyanezen optikai szeletek használatával nagy pontossággal egyszerűen rekonstruálható 3D képpé. A legtöbb konfokális mikroszkóp ezen műveleteket a képalkotást követően végzi el, jelentős késést okozva a képalkotás és a látható eredmény között. Amint a Z-irányú képsorozat alsó és felső határa definiálva van, a LEXT automatikusan, késedelem nélkül végzi a képalkotást és a 3D rekonstrukciót, amire a speciális MEMS-alapú pásztázó egység és a fejlett valós-idejű vizsgálatot lehetővé tevő szoftver teszi képessé.

Elemzés és jegyzőkönyv-készítés

Az elkészített képek számos különböző módon megjeleníthetőek. Nem csupán a fent említett hagyományos 2D és 3D képek, hanem azokra illesztett rácshálós és színes kontúrképek formájában is. A felhasználó kiválaszthat területeket vagy keresztmetszeteket a magasság, hossz, szög és térfogati adatok elemzéséhez éppúgy, mint akár a felületi durvaság meghatározásához. A rendszer egy másik jelentős jellemzője az a képesség, hogy a hagyományos mikroszkóp módban készített képet egyesíteni képes a konfokális lézerpásztázó módban készült képpel. Ez azt jelenti, hogy valódi színek jeleníthetőek meg a részletgazdag konfokális képre szuperponálva a nagyobb kontraszt elérése érdekében. Ez különösen akkor hasznos, ha a minta több területének is azonos a magassága, de más az anyaga. Ilyen típusú elemzés nem végezhető a SEM eljárással, hiszen ott minden felület azonos összetevőjű bevonatot kap, így látszólag mindennek azonos a magassága.

Mivel a megismételhetőség és a nyomonkövethetőség alapvető fontosságú a gyártási és kutatás-fejlesztési folyamatok többségénél, szükséges, hogy minden mérő műszer el tudja tárolni a megfelelő információkat minden egyes folyamatról. Ennek nyomtatott jegyzőkönyvi formában is elérhetőnek kell lennie. A LEXT rendszerrel végzett minden elemzés megfelel a nemzetközi szabványoknak, amilyen például a United Kingdom Accreditation Service (UKAS), a Japan Quality Assurance Organisation (JQA) és a Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB).

Conclusions

Whether analysing the roughness of a vehicle brake disc or the angular intricacies of a MEMS micro-weld, the observations required should not cause any damage to the sample – especially during R&D stages where there is often only one unit. Many current procedures though, do exactly this which can escalate the development and production costs. The application of unique optics and specialised mathematical algorithms is set to change all this in the new LEXT from Olympus. Full metrological analysis may currently require the use of a stereo microscope, SEM and contact profilometer. The LEXT can essentially do the work of all three instruments since it covers a magnification range which overlaps with both stereo and scanning electron microscopes. It is also capable of very comprehensive analysis conforming to all international standards and replaces the need for a contact profilometer.

A felhasználó által meghatározott szabványok is alkalmazhatóak a rendszerben anélkül, hogy az annak működését bármilyen formában is korlátozná. Átfogó és rugalmas jegyzőkönyv-készítő modul áll rendelkezésre, aminek segítségével a felhasználó minden szükségesnek ítélt adatot konzisztens formában összegezhet a jelentésben.

Összegzés

Akár egy gépjármű féktárcsájának durvaságvizsgálatáról, akár egy MEMS mikro-hegesztés bonyolult részleteinek vizsgálatáról van szó, a szükséges vizsgálatnak kerülnie érdemes a minta roncsolásával járó eljárásokat – különösen azokon a kutatás-fejlesztési területeken, ahol gyakran csak egy vizsgálható egység áll rendelkezésre. Számos jelenlegi eljárás ennek ellenére pontosan ezt teszi, jelentősen növelve a fejlesztés időtartamát és a gyártási költségeket. Az Olympus LEXT rendszerben megjelenő egyedülálló optika és speciális matematikai algoritmusok alkalmazása ennek a megváltoztatására hivatott. Egy teljes metrológiai elemzéshez jelenleg szükség lehet egy sztereó mikroszkópra, SEM-re és kontakt profilométerre. A LEXT lényegében mindhárom műszer munkáját képes kiváltani önmagában, mivel a nagyítási tartománya átfedi a sztereó- és a pásztázó elektron mikroszkópok közötti intervallumot. Képes átfogó elemzések végrehajtására, ami minden nemzetközi szabványnak megfelel és kiváltja a kontakt profilométer szükségességét.

ANYAGVIZSGÁLÓK LAPJA Elektronikus folyóirat
MINŐSÉGBIZTOSÍTÁS * ÁLLAPOTELLENŐRZÉS 2010/3

BESZÁMOLÓ A MAROVISZ ELSŐ JÁRTASSÁGI KÖRVIZSGÁLATÁRÓL
REPORT ABOUT THE PROFICIENCY TEST OF MAROVISZ

FÜCSÖK FERENC

***Kulcsszavak**: ultrahangos vastagságmérés, körvizsgálat, Z pontszám*
***Keywords**: ultrasonic thickness measurement, Round-Robin test, Z score*

Összefoglalás

A Magyar Roncsolásmentes Vizsgálati Szövetség (MAROVISZ), mint szolgáltatást, megkezdte a körvizsgálatok szervezését. Először egy szabályzatot hoztunk létre, ami 2009. március 11-én lépett hatályba. A körvizsgálat 2009. június 15-én kezdődött, és 2010. január 11-én fejeződött be. A körvizsgálat témája az ultrahangos vastagságmérés volt. A vizsgálat szervezését és értékelését az ISO/IEC Guide 43-1:1997 szerint végeztük.

Magyarországról 13 laboratórium vett részt a körvizsgálatban, 19 mérési eredménnyel. A résztvevőknek 3 próbatest 6 kijelölt helyén kellett vastagságot mérni. A próbatestek az 1.- 3. ábrákon láthatóak. A résztvevők teljesítménye a Z pontszámok alapján értékeltük, melyet az (1) képlet alapján számoltunk. A résztvevők eredményei jó minősítést értek el, mert 3 kérdésesnek bizonyult kivételével mindenkinek megfelelő Z számértéke volt.. A mérési adatok homogenitását a (3) képlettel ellenőriztük.

A cikk végén a körvizsgálat körülményeinek értékelése alapján néhány további érdekes információ található.

Summary

The Hungarian Association for Nondestructive Testing (Hungarian acronym: MAROVISZ) has begun organising proficiency tests, like a service. As the first step for this goal a procedure was developed, which had come into force 11th March 2009. The proficiency testing began at 15th June 2009, and ended 11th January 2010. Its topic was the ultrasonic thickness measurement. The test was organised and evaluated according to ISO/IEC Guide 43-1:1997.

From Hungary 13 laboratories took part in the proficiency test, with 19 measuring results. The participants had to measure the thickness at three test pieces at 6 designated places. The test pieces can be seen from Figure 1 to 3. The performances of participant were evaluated with Z scores, calculated according to formula (1). The results of participants were qualified good, because everybody had a satisfactory Z scores except for three questionable Z scores. The homogeneity of the measuring data was controlled with the formula (3).

There is some interesting additional information at the end of the paper from the evaluation of circumstances of the proficiency test.

Fücsök Ferenc Eur. Ing (MAROVISZ) ffucsok@mailbox.hu

Bevezetés

Már többször felvetődött, hogy a Magyar Roncsolásmentes Vizsgálati Szövetség (MAROVISZ) foglalkozzon körvizsgálatok szervezésével is. Eddig csak külföldi szervezeteknél drágán lehetett igénybe venni ilyen szolgáltatásokat, pedig az akkreditáló szervezetek, és a megrendelők elvárják a laboratóriumok részvételét.

A Szövetség vezetősége 2008-ban elhatározta, hogy elindítja ezt a tevékenységet, de először a körvizsgálat körülményeit és szervezésének, lebonyolításának feltételeit rögzíti. Erre a célra egy írásba foglalt szabályzat látszott megfelelőnek. Alapos előkészítés után az Elnök 2009. március 11.-én hatályba léptette a Körvizsgálatok Szabályzatát. A körvizsgálat ennek alapján ez év elején sikeresen befejeződött, így elmondhatjuk, hogy a szabályzat a gyakorlatban bevált. Az azóta érkezett észrevételek alapján eljött az ideje a tapasztalatok és eredmények összefoglalásának.

A körvizsgálatokról általában

A körvizsgálat a jártassági vizsgálatok egyik fajtája. Jártassági vizsgálatokat már a múlt században is végeztek, elsősorban a kémiai analitikát végző laboratóriumok részvételével, melynek követelményeit az ISO/IEC Guide 43 Jártassági vizsgálat laboratóriumok közötti összehasonlítással címmel foglalja össze. [1] Ez az útmutató a laboratóriumok közötti mérések célja szerint három fajta vizsgálatot különböztet meg:

- vizsgálati módszer validálása,
- referencia anyag jellemzése,
- laboratóriumok jártassági ellenőrzése.

Most csak a jártassági vizsgálattal foglalkozunk, ami laboratóriumok közötti összehasonlítást jelent. Az összehasonlítás célja a laboratóriumok egy adott vizsgálat vagy mérés során nyújtott teljesítőképességének bizonyítása. Ennek egyik megvalósítási formája a körvizsgálat. Az említett útmutató

szerint a körvizsgálat a jártassági vizsgálat végrehajtása a tervezésétől az értékeléséig.

A jártassági vizsgálatokat általában laboratóriumok részére szervezi a Szövetség. Az értékelés során nem vesszük figyelembe, hogy a laboratórium hány munkatársának méréséből hogyan képezte a beküldött adatokat, azokat egy mérésnek fogjuk fel. A roncsolásmentes vizsgáló laboratóriumok feladatai között vannak azonban olyanok, melyek eredménye nagymértékben függ a vizsgálatot végző személytől. Ilyen esetekben olyan körvizsgálatot szervezünk, ahol értékeljük a személyek teljesítményét is.

Az ISO/IEC útmutató szerint a körvizsgálatok célja a rutinszerűen végzett vizsgálatok teljesítményének jelzése, ezzel segíteni a szolgáltatások minőségének javítását és az akkreditálási feltételek teljesítését. A definícióból következik, hogy egy laboratóriumnak olyan méréseket tartalmazó jártassági vizsgálatokban érdemes részt vennie, amelyeket napi rendszerességgel végez, és amelyre tanúsítása van. Nem kell tehát minden körvizsgálatra jelentkeznie, és a Szövetségnek sem kell minden különleges mérést a körvizsgálatok programjába illesztenie.

A körvizsgálat tervezésénél és értékelésénél feltételeztük, hogy a laboratóriumok a szokásos munkamenet szerint és feltételek mellett végzik el a mérési feladatot. Ha például a falvastagságot rutinszerűen, mérési pontonként egyszer mérik meg, akkor a körvizsgálatra küldött feladatnál sem érdemes többszörözni a mérések számát, mert akkor a részvétel nem éri el a célját, nevezetesen, hogy segítsen a laboratóriumoknak szolgáltatásaik minőségének javításában.

A laboratórium vezetésének tisztában kell lennie azzal, hogy a jártassági ellenőrzések célja elsősorban a mérési feladat helyes végrehajtásának vizsgálata. Kiderülhetnek a rendszeres, vagy véletlenszerű hibák, és a laboratóriumnak el kell tudni dönteni, hogy a fellelt hiba a rendszerből adódik, vagy egy véletlen hibáról van-e szó. További motiváció lehet a résztvevőknek, hogy olyan hibákat fedezhetnek fel, melyeket a rendszeres belső minőségellenőrzés nem képes kimutatni. A körvizsgálaton elért jó eredményt kompetencia tanúsítványként is használhatják az adott méréstípusról ügyfelek, hatóságok, és akkreditáló testületek előtt.

A résztvevőknek pontosan kell látniuk a körvizsgálatok korlátait is. A laboratóriumok közötti mérések mindig retrospektív jellegűek A szervezés, a minták elosztása, a vizsgálat, és az eredmények kiértékelése mind időigényes munkák, az eredmények csak nagy késéssel jutnak a résztvevőkhöz. Jó eredmény esetén ennek nincs jelentősége, de ha hibát követtek el, akkor veszélyes lehet egyedül a laboratóriumok közötti mérésekre hagyatkozni. További probléma, hogy a jártassági vizsgálatok csupán a gyakran széleskörű méréskínálat egy szűk tartományát fedik le. Ezért a laboratóriumokban más módszereket is alkalmazni kell a minőség ellenőrzésére.

A körvizsgálat adatainak összehasonlíthatósága szempontjából fontos, hogy minden résztvevő azonos tulajdonságú (homogén) próbatestet vizsgáljon. Ezért kell a próbatestek homogenitását figyelemmel kísérni. A hivatkozott ISO/IEC útmutató, mivel elsősorban kémiai anyagok vizsgálatával foglalkozik, részletesen elemzi ezt a problémát. A falvastagság mérés szempontjából a próbatesteket homogéneknek tekintjük, ha a körvizsgálat idején nem éri őket durva mechanikus- vagy hőhatás. Mivel a körvizsgálat befejezése után a próbatestek állapota, szemrevételezéssel vizsgálva, azonos volt a kezdeti állapottal, a vizsgálat tárgyának homogenitását biztosítottnak tekintjük.

A körvizsgálat értékelésének egyik legfontosabb eleme, hogy mit tekintünk a vizsgált mérés valódi értékének. Ezt az adatot a metrológiában **konvencionális valódi értéknek**, esetenként **helyes értéknek** nevezik. Definíciója szerint [2] valamely konkrét mennyiségnek tulajdonított, gyakran megegyezés alapján elfogadott olyan érték, amely az adott célnak megfelelő bizonytalanságú. A konvencionális valódi értéket az ultrahangos vastagságmérés és a próbatestek tulajdonságai miatt az összes résztvevő mérési eredményéből az átlag kiszámításával határoztuk meg. Egy mérési pont valódi értékének az összes résztvevő adatának átlagát vehetjük, amennyiben az adatállomány homogénnek tekinthető. Az adatok homogenitásának vizsgálatát a körvizsgálat értékelésével együtt később ismertetjük.

A körvizsgálat szervezése

A szervezést a MAROVISZ Titkársága végezte, a Körvizsgálatok Szabályzatában előírt módon. Az adatforgalom a korvizsgálat@marovisz.hu elektronikus címen bonyolódott, mert minden résztvevőnek biztonságosan működő internetes kapcsolata volt. A résztvevők a mérendő próbatestek mellé a mérési eredmények rögzítésére szolgáló üres „Körvizsgálat mérési lap”-ot és a mérés körülményeit felmérő „Körvizsgálat mérési körülmények” című adatlapot kapták segítségül. Ugyancsak a mérés végrehajtását segítette az „Útmutató körvizsgálati mérés végrehajtásához” című mérési leírás. A felsorolt dokumentumokat elektronikus formában is elküldtük a résztvevőknek. Az adatlapok készítésénél feltételeztük, hogy a laboratóriumokban a körvizsgálatot végző személyzetnek rendelkezésére áll az MSZ EN 14127:2005 szab-

vány [3] és annak idegen nyelvű szövegét értelmezni tudják.

A szervezés részletes leírása nem érdekes azoknak, akik nem vettek részt a körvizsgálatban, csak tervezik a következőn való részvételt, de egy elemét, a bizalmas ügykezelést fontosnak tartjuk ismertetni. A versenyen alapuló piacon, egy laboratórium jártassági ellenőrzésekor mutatott gyenge teljesítményének nyilvánosságra kerülése tönkre teheti a céget. Ezért, a szabályzat szerint, a résztvevőknek egyedi azonosító kódot adtunk, amit a jelentkezés visszaigazolásában közöltünk. A mérési eredményeket ezzel a kóddal kell titkosítani, minden publikációban ezt a kódot kell használni, és el kell érni, hogy minél kevesebb közreműködő személy ismerje a kód feloldását.

A MAROVISZ elvárja, hogy a kódokat ismerő, a szervezetéhez tartozó személyek titoktartási nyilatkozatot tegyenek, az ígéretüket betartsák, és munkájukban elkerüljék a kódok és tulajdonosaik nevének egyidejű alkalmazását. Reméljük, hogy ezzel elérhető a véletlenszerű nyilvánosságra kerülés is. A laboratóriumok vezetőiről pedig feltételezzük, hogy jól felfogott érdekük alapján úgy szervezik a körvizsgálati méréseket, hogy az eredményeket azonosító kódok ne kerüljenek ki az intézmény falain kívül. Ezúton is kérjük őket, hogy figyelmeztessék munkatársaikat a kódok bizalmas jellegére, és nyilvánosságra kerülésének esetleges káros következményeire.

Nyilvánvaló, hogy a kódok tulajdonosait csak addig érdemes titokban tartani, ameddig a körvizsgálat értékelésének eredményeit a szervezők nyilvánosságra hozzák. Ha az eredmény a követelményeknek megfelelő, netán a labor a résztvevők között a jobb értékeket érte el, akkor már nincs értelme a kódszám titokban tartásának, lehet büszkélkedni. De mi van akkor, ha az eredmény nem megfelelő?

Minőségirányítási szempontból a körvizsgálatokon elért rossz eredmény a labor életében egy eltérés. Az eltérést pedig kezelni kell, ahogyan azt a cég minőségirányítási kézikönyve előírja. Meg kell vizsgálni, és ki kell deríteni a hibás mérés okát. Ez lehet például a hibás mérési módszer alkalmazása, a mérőberendezés rossz működése, vagy a mérést végző személy hanyag munkája. A mérési hiba okának függvényében kell a mérési utasítást átdolgozni, vagy a mérőberendezést újra kalibrálni, esetleg a személyzet rendkívüli oktatását elrendelni. Ezeket a javításokat akkor is el kell végezni, ha a kézikönyvben egy szó sincs a körvizsgálatokról. De ajánlatos a legközelebbi dokumentáció átdolgozáskor a körvizsgálatokon való részvételt, és annak értékelését a megfelelő helyeken megfogalmazni, valamint a minőségi tervbe az elvárt eredményeket felvenni.

A körvizsgálat minőségirányítása

Teljesen logikus elvárás, hogy a körvizsgálatok szervezésével foglalkozó szervezet rendelkezzen a tevékenységét tanúsító okirattal. Mivel ez a tevékenység a MAROVISZ-ban csak most indult, ezért még nincs önállóan tanúsítva. Az általános minőségirányítási előírásokat a tanúsított MSZ EN ISO 9001 rendszer előírásai tartalmazzák.

A Körvizsgálati Szabályzatot úgy készítettük, hogy a minőségirányítás elveit és követelményeit tartalmazza. Ezért találhatók a szabályzatban olyan fejezetek, melyek nem tartoznak szorosan a körvizsgálatok szervezéséhez, mint a Vezetőség elkötelezettsége és ellenőrző szerepe, a dokumentumok, a nemmegfelelőségek, és a reklamációk kezelése. Nem csak a félreérthetőség elkerülésére, hanem a minőségirányítási elvek alkalmazása miatt is szükség volt a szabályzat céljának, érvényességi területének és a felelősségek meghatározására is. Amennyiben valakit ezek a részletek érdekelnek, a www.marovisz.hu/download/korvizsgalat/korvizsgalat_szab.pdf címen, a Szövetség honlapján megtalálhatja a Szabályzatot.

A vastagságmérési körvizsgálat

A körvizsgálat célját a következőképpen határoztuk meg: jártassági vizsgálat szervezése acélok ultrahangos vastagságmérésének laboratóriumok közötti összehasonlítására. Ezzel lehetővé vált a résztvevők teljesítőképességének összehasonlítása, valamint segítséget nyújtott a szolgáltatások minőségének javítására és az akkreditálási feltételek teljesítésére. Az ultrahangos vastagságmérést ötvözetlen acél hasáb, valamint egyenes és hajlított cső kijelölt területén kellett elvégezni.

A jártassági vizsgálatot a Szövetség a próbatestek elkészítése és a feltételek megteremtése után 2009. június 15-én hirdette meg. Az utolsó vizsgálat eredményének megérkezése után a körvizsgálatot 2010. január 11-én fejeztük be. Az Összefoglaló jelentést a Vezetőség március 2-án hagyta jóvá, és ezután küldtük el a résztvevőknek.

A körvizsgálatban való részvétel nem volt korlátozva, bármely érdeklődő, Magyarországon működő laboratórium részt vehetett benne. A lehetőséggel 13 laboratórium élt, ahonnan összesen 19 mérési eredmény érkezett. A résztvevő laboratóriumok neve és székhelye az 1. táblázatban olvasható.

1. táblázat. A résztvevők felsorolása

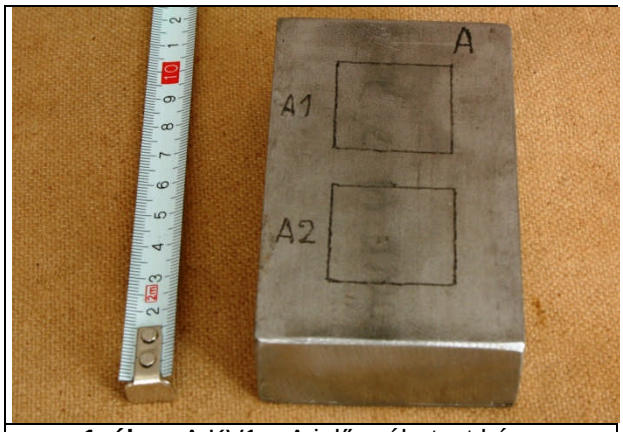
Table 1. The list of the participants

RÉSZTVEVŐ NEVE	SZÉKHELYE
AEF Kft.	1112 Budapest, Budaörsi út 45.
AGMI ZRt.	1211 Budapest, Központi út 24-26.
Albera '97 Kft.	3532 Miskolc, Böngér u. 3/a.
BorsodChem ZRt.	3702 Kazincbarcika, Pf. 208.
Csőszer Lab. Kft.	2220 Vecsés, Dózsa György út 86.
GIB Aktivitás Kft.	1213 Budapest, Borz u. 7.
ISD-Dunaferr ZRt.	2400 Dunaújváros, Vasmű tér 1-3.
MINELL Kft.	1116 Budapest, Fehérvári út 130/A.
OLVEX Kft.	2440 Százhalombatta, Vörösmarty út 2.
Paksi Atomerőmű ZRt.	7031 Paks, Pf. 71.
POWERTEST Kft.	1041 Budapest, Kassai u. 54.
R.U.M. Testing Kft.	1163 Budapest, Batsányi János út 55.
Tiszai Vegyi Kombinát NyRt.	3581 Tiszaújváros, Pf. 20.

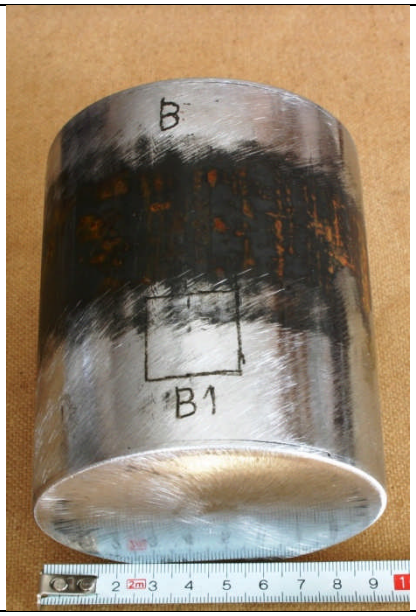
A jártassági vizsgálat szponzora a Négy S Bt. volt, aki a vizsgálathoz szükséges próbatesteket készíttette el. A körvizsgálathoz három, különböző alakú, ötvözetlen acélból készült próbatestet alkalmaztunk, melyeket A, B, és C betűvel jelöltünk. A próbatestekre rá hegesztett borítások akadályozták meg a mechanikai mérőeszközök alkalmazását.

A KV1-A jelű próbatest egy 100 x 60 x 25 mm befoglaló méretű hasáb, melybe egy 40 x 30 mm méretű területen 6 mm mély bemarást készítettek. A bemarás oldalán az egész darabot 1 mm vastag lemez takarta. Az A1 jelű mérési helyen a teljes vastagságot kellett meghatározni, az A2 mérési helyen a bemarás felett kellett elvégezni a vastagságmérést. A mérési eredmények összehasonlíthatósága érdekében mindkét mérési területet gravírozással jelöltük ki. A mérési felület köszörült. A próbatest képe, a kijelölt mérési területekkel, az 1. ábrán látható.

A KV1-B jelű próbatest egy Ø 89 x 3 mm méretű egyenes csőből levágott 100 mm hosszú darab, a gravírozással kijelölt mérési hely jelzése B1. Ezen a területen kellett a cső falvastagságát mérni. A mérési felület köszörült. A próbatest képe, a mérési területtel, a 2. ábrán látható.



1. ábra. A KV1 – A jelű próbatest képe
Figure 1. The photo of test piece named KV1 – A



2. ábra. A KV1 – B jelű próbatest képe
Figure 2. The photo of test piece named KV1 – B

A KV1-C jelű próbatest egy Ø 56 x 3 mm méretű csőből készült, 90°-os ív, a gravírozással kijelölt mérési helyek jelzése C1, C2 és C3. A C1 jelű mérési területen a húzott szálon, a C2 jelű területen, a semleges szálon, a C3 jelű területen a nyomott szálon kialakult falvastagságot kellett meghatározni. A mérési felületeket sima hengerlési reve borítja. A próbatest képe egy kijelölt mérési területtel, a 3. ábrán látható.

A körvizsgálat mérési feladata volt, hogy a résztvevők a fent felsorolt hat mérési hely mindegyikén öt méréssel határozzák meg a munkadarab vastagságát, és a kijelölt helyen keressék meg a minimális vastagsági méretet.

A körvizsgálat értékelése

A mérési adatok értékelését a MAROVISZ Körvizsgálatok Szabályzatának KV-SZ-01 M 01 jelű melléklete alapján készítettük. A melléklet előírása

szerint számszerű mérési eredmények értékelését a **Z pontszám** (Z score) alapján kell végezni. Részletes leírása az ISO/IEC Guide 43-1:1997 Annex A –ban [1] található.

3. ábra. A KV1 – C jelű próbatest képe
Figure 3. The photo of test piece named KV1 C

A Z pontszám számítása:

$$Z = \frac{x-X}{s} \qquad (1)$$

ahol:

x = a résztvevő mérési eredménye
X = az adat konvencionális valódi értéke
S = a változékonyság mérőszáma

Az adatok konvencionális valódi értékeit számítással határoztuk meg az összes résztvevő mérési eredményéből. Statisztikai szabály, hogy egy mérési pont valódi értékének az összes résztvevő adatának átlagát akkor vehetjük, ha az adatállomány homogénnek tekinthető. A homogenitás vizsgálatára a 2. táblázat adatainak értékelésénél fogunk visszatérni.

A változékonyság mérőszámának az összes résztvevő adatának szórás értékét alkalmaztuk. A szórás számítására alkalmazott képlet, ha a felhasznált adatok a teljes sokaságot tartalmazzák:

$$S^2 = \frac{\sum(x_i - M)^2}{n} \qquad (2)$$

ahol:

x_i = mérési eredmény
M = mérési eredmények átlaga
n = mérési eredmények száma

A fentiek alapján a hat mérési helyen mindkét mért adatra (vastagság és minimális méret) külön – külön meghatároztuk minden résztvevő Z pontszámát. A Z pontszám alapján az értékelést ISO/IEC Guide 43-1:1997 szerint kell elvégezni. A mérés eredménye egy adott helyen

- megfelelő, ha $|Z| \leq 2$;
- kérdéses, ha $2 < |Z| < 3$;
- nem megfelelő, ha $|Z| \geq 3$.

A résztvevők 12 mérésük adatait a négyjegyű kódjukhoz rendelten a KV1 – 2009 jelű Összefoglaló Jelentésben kapták kézhez. Az adatokat elemezve megállapítottuk, hogy a laboratóriumok a mérési feladatokat jól végezték el, mert nem megfelelő minősítést, azaz a $|Z| \geq 3$ értéket senki sem ért el. A kérdéses kategóriát jelentő $2 < |Z| < 3$ tartományba is csak 3 résztvevő egy - egy mérése csúszott bele. Ezek a mérések a C2 és C3 mérési pontnál voltak, ahol a torusz felületen végrehajtott vastagságmérés rossz geometriai viszonyai okozzák a bizonytalanságot. Példaképpen a 4. ábrán bemutatjuk a C3 ponton mért vastagságmérési adatokból számított, a résztvevők kódjához tartozó Z pontszám értékeket.

Az adatok homogenitása

Az adatok homogenitásának vizsgálatára a fentiek szerint azért van szükségünk, hogy ellenőrizzük, vajon a konvencionális valódi érték meghatározásához használt átlag megfelelő eredményt adott-e. A homogenitás ellenőrzésére a gyakorlatban a relatív szórást alkalmazzák. [4]

A relatív szórás számítása:

$$V = \frac{S}{M} * 100\ \% \qquad (3)$$

ahol:

S = az adatállomány szórása
M = az adatállomány átlaga

Az adatállomány a relatív szórás értékei alapján minősíthető. Ha a relatív szórás értéke:

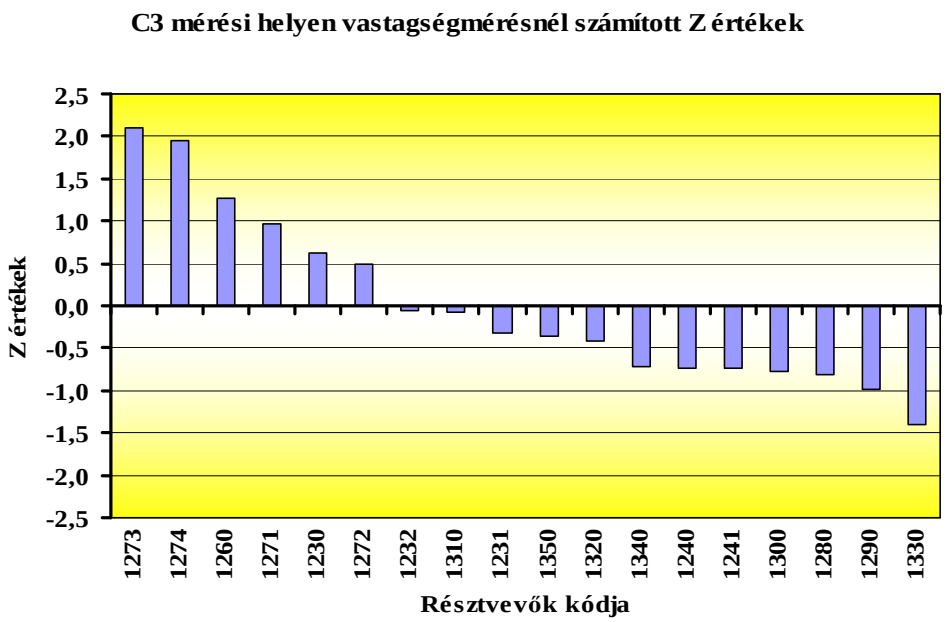
- 10 % alatti, akkor homogén,
- 10 – 20 % közötti, akkor közepesen változékony,
- 20 – 30 % közötti, akkor erősen változékony,
- 30 % feletti, akkor szélsőségesen változékony az adatállomány.

A 2. táblázatban összefoglaltuk a mérési helyekhez tartozó relatív szórásokat. Egyértelműen látható az adatokból, hogy a bonyolultabb mérési felülethez nagyobb szórás tartozik.

A C3 hely mérési eredményei, a hajlított cső nyomott oldalán a vastagság mérése, már sokkal rosszabb mérési körülményt mutatnak. A jelzett pont vastagságmérési adatállománya között volt az egyetlen adatsor, ahol az egyik résztvevő szélső értékeit törölni kellett. Ezzel értük el, hogy a valós érték számítását homogén adatállományból végezhessük. A C3 mérési hely minimális-

vastagság keresési mérésének adatállománya még éppen homogén minősítésű.

A táblázat adatai alapján kijelenthetjük, hogy mindegyik mérési feladatnál homogén adatállományból határoztuk meg az átlagot, ezért az így kapott adatokat joggal tekinthetjük a konvencionális valódi értéknek.



4.ábra. A C3 mérési helyen számított Z értékek grafikus ábrázolása
Figure 4. Graphic representation of calculated Z scores at measuring place called C3

2. táblázat. A mérési helyekhez tartozó relatív szórások

Table 2. Relative deviations of measuring places

Mérési hely		Relatív szórás [%]
A1	vastagság mérés	0,55
A1	minimum keresés	0,59
A2	vastagság mérés	0,47
A2	minimum keresés	0,49
B1	vastagság mérés	2,22
B1	minimum keresés	1,86
C1	vastagság mérés	4,37
C1	minimum keresés	4,16
C2	vastagság mérés	3,79
C2	minimum keresés	2,92
C3	vastagság mérés	9,28
C3	minimum keresés	9,95

A 2. táblázatban a relatív szórás adatait megfigyelve megállapíthatjuk, hogy az A1 és A2 mérési pontoknál, a sík és párhuzamos felületek távolságát, a résztvevők (mint az elvárható tőlük) jól meg tudták mérni. A mérési pontok adatállománya nagyon homogén, a relatív szórás értékei a fél százalék körül ingadoznak. A B1, C1, C2 mérési pontok adatai már nagyobb bizonytalanságot jeleznek, de a 2 – 4 % körüli értékek még mindig nagyon homogén mérést bizonyítanak.

A körvizsgálat mérési körülményei

A vizsgálat során kértük a résztvevőket, hogy adják meg az elvégzett mérések körülményeit egy „Körvizsgálat mérési körülmények” című adatlapon. Az itt megadott adatokból érdekes összegzés készíthető.

Az alkalmazott mérőeszközök gyártóira a következő adatokat számlálhattuk meg: (Az egy laborban különböző személyek által használt azonos berendezést egynek számoltuk.)

Krautkrämer	10 db
Olympus/Panametrics	2 db
GE Inspection Technologies	1 db
StressTel Co.	1 db
Dakota	1 db

Ebből a felmérésből is látszik az ismert tény, hogy hazánkba az ultrahangos berendezéseket döntően egy cég szállította.

Az alkalmazott műszerek gyártási évét figyelve a 3 táblázat adatait gyűjthettük össze.

3. táblázat. Az alkalmazott műszerek gyártási éve

Table 3. Manufacturing years of the equipments

Gyártás éve	2008	2007	2006	2005	2004	2000
Darab	2	2	1	1	2	1
Gyártás éve	1997	1996	1995	1976	Nincs adat	
Darab	1	1	1	1	2	

Megállapítható, hogy az alkalmazott mérőberendezések 60 %-a 9 évnél fiatalabb, de egy igazi matuzsálem is megfelelően szolgál.

Említést érdemel, hogy a mérések megbízhatóságának egyik elemét, a mérőeszközök kalibrálását, minden laboratóriumban elvégezték. A mérés időpontjában a kalibrálás óta eltelt idő a résztvevők adatszolgáltatása alapján a 4. táblázatban látható.

4. táblázat. A kalibrálások kora a mérés időpontjában

Table 4. The age of calibration at the time of measuring, in months

Résztvevő kódja	1230	1231	1232	1240	1241	1250	1260
Kalibrálás óta eltelt hónapok száma	18,4	0,7	18,6	7,6	0	36,2	18,4
Résztvevő kódja	1271	1272	1273	1274	1280	1290	1300
Kalibrálás óta eltelt hónapok száma	26,8	26,8	26,9	26,9	0,5	5,8	6,4
Résztvevő kódja	1310	1320	1330	1340	1350		
Kalibrálás óta eltelt hónapok száma	8,3	36,8	9,4	4,4	8,7		

Külön vita tárgya lehetne, hogy a 36 hónapnál régebben kalibrált műszer megfelelő pontossággal működik-e. A körvizsgálatban elért eredmények alapján ezzel nincs is probléma, ha a laboratórium vezetése tisztában van ezzel kapcsolatos felelősségének. Valószínű ez a felelősségérzés működött abban a laborban, ahol a táblázatban 0 hónap szerepel, mert ez az adatszolgáltatás alapján valójában 0 napot takar.

Érdekes információ az is, hogy hol végezték a kalibrálást. Az alábbi felsorolás a szolgáltatott adatok összesítéséből származik:

- Gyártónál 6db
- Ke-Tech Kft. 5 db
- Csőszer Labor Kft. 1 db
- GIB Aktivitás Kft. 1 db
- Grimas Kft. 1 db
- Saját kalibrálás 1 db

A mérési körülmények kérdéskör utolsó négy kérdése az MSZ EN 14127 :2005 szabvány [3] előírásain alapult. Meg kellett adni a szabvány 4. fejezete alapján a mérési módszert, az 5.1 pont alapján a mérő készülék típusát, az 5.2 pont alapján a mérőfej típusát, és az 5.3 pont alapján a csatolóanyag típusát. Mivel a három próbatest mérését lehet különféle módszerrel és eszközzel mérni, ezért ezeket az adatokat próbatestenként külön kértük. Az adatok száma így minden vizsgált kérdésnél 57 darab lehet. Az 5. táblázatban foglaltuk össze a választott módszerek és eszközök számát.

5. táblázat. A vizsgálathoz alkalmazott eszközök csoportjai az MSZ EN 14127:2005 szabvány szerint

Table 5. The groups of used tools according to MSZ EN 14127:2005 norm

Mérési módszer		
Mode 1	Mode 2	Mode 3
48	3	6
Készülék típusa		
5.1 a)	5.1 b)	5.1 c)
34	20	3
Mérőfej típusa		
kétkristályos	egykristályos	
53	4	
Csatolóanyag típusa		
folyadék	gél	
6	51	

A táblázat oszlopainak feliratait, a mérési módszer fajtáit, az idézett szabvány 4. fejezete magyarázza:

- Mode 1: A kezdeti gerjesztő impulzustól az első visszatérő hátfalvisszhang beérkezéséig terjedő idő, mínusz a vizsgálófej védőrétegének és a csatoló rétegnek a figyelembe vételére szolgáló nullapont-helyesbítés (egyszeres visszhang módszer).
- Mode 2: A késleltetési szakasz végétől az első hátfalvisszhang beérkezéséig terjedő idő (egyszeres visszhang módszer késleltetéssel).

- Mode 3: Két egymás utáni hátfalvisszhang közötti idő (többszörös visszhang módszer).
- Mode 4 : Egy impulzus eljutásának ideje az adótól a vevőig, mely utóbbi a hátfalon van (átsugárzásos módszer).

A próbatestek kialakítása miatt az utolsó, átsugárzásos módszert nem lehetett alkalmazni, ezért a táblázatban nem is tüntettük fel.

A táblázatban szereplő 5.1 a); 5.1 b); és 5.1 c) jeleket a szabvány 5.1 pontja magyarázza, mely szerint a készülékek a következő típusok egyikébe sorolhatók:

a) a mért értéket számmal kijelző ultrahangos vastagságmérésre szolgáló készülékek;
b) az A-képet (a hullám-alakot) és a mért értéket számmal kijelző ultrahangos vastagságmérésre szolgáló készülékek;
c) elsősorban hiba-kimutatásra szolgáló és A-képet mutató készülékek. Ezeknél a készülékeknél is lehet számszerű vastagságérték-kijelzés.

A mérőfej és csatolóanyag típusát a táblázat tartalmazza.

Az 5. táblázat adataiból látszik, hogy a körvizsgálat résztvevői a hagyományos, régebbi mérési elvű és konstrukciójú eszközöket használták. Az egyszeres visszhang módszeren alapuló mérést az összes mérés 84 %-ában, az A-képet is bemutató eszközöket csak a mérések 40 %-ában alkalmazták.

A csatolóanyag választásában meglepetést okozott, hogy voltak olyan vizsgálók, akik a hajlított cső torusz felületén folyékony csatolóanyaggal mérni tudtak.

Összefoglalás

Az elmúlt évben a MAROVISZ meghirdette első jártassági körvizsgálatát, amit ez év elején sikeresen be is fejezett. A meghirdetett ultrahangos vastagságmérés jártassági vizsgálaton 13 laboratórium vett részt. Három résztvevő szervezettől még további 6 db, így összesen 19 db mérési eredmény érkezett értékelésre. Az összes beküldött mérési eredmény értékelhető volt.

A mérési adatok elemzése alapján kijelenthetjük, hogy a résztvevők a mérési feladatokat kis relatív szóródással végezték el, ezért a teljes adathalmazról megállapíthattuk, hogy homogén. Ezért az egyes mérési feladatok 19 mérésből álló adathalmazának átlagát a konvencionális valódi értéknek tekinthettük.

A Z pontszám nemzetközileg elismert határértékét ($|Z| \geq 3$) figyelembe véve, nem megfelelő minősítést egyik résztvevő sem kapott. A kérdéses kategóriát jelentő $2 < |Z| < 3$ tartományba is csak 3 résztvevő egy - egy mérése esett bele.

A körvizsgálat mérési körülményeit felmérő kérdések érdekes elemzésekre adtak lehetőséget. Ennek legfontosabb megállapítása, hogy a vizsgálatban részt vett laboratóriumok birtokában hagyományos, régebbi mérési elvű és konstrukciójú eszközöket vannak. Az egyszeres visszhang módszeren alapuló mérést az összes mérés 84 %-ában, az A-képet is bemutató eszközöket csak a mérések 40 %-ában alkalmazták.

Irodalomjegyzék

[1] ISO/IEC Guide 43-1:1997 Proficiency testing by interlaboratory comparisons – Part 1: Development and operation of proficiency testing schemes

[2] Nemzetközi Metrológiai Értelmező Szótár, Budapest, 1998

Kiadó: Országos Mérésügyi Hivatal és a MTA – MMSZ Kft.

[3] MSZ EN 14127:2005 Roncsolásmentes vizsgálat. Ultrahangos vastagságmérés

[4] Dr. Molnár Tamás: Egyszerűen statisztika, 5.6 fejezet, 87. oldal

Kiadó: Kaposvári Egyetem, Perfekt ZRt. 2007

ANYAGVIZSGÁLÓK LAPJA
MINŐSÉGBIZTOSÍTÁS * ÁLLAPOTELLENŐRZÉS
Elektronikus folyóirat
2010/3

R&R VIZSGÁLATOK FEJLESZTÉSE TRENDES JELLEMZŐ MÉRÉSI RENDSZERÉRE
DEVELOPMENT OF R&R STUDIES ON THE MEASURING SYSTEM OF TREND CHARACTERISTIC

GREGÁSZ TIBOR – PATAKI MÁRTA

***Kulcsszavak**: R&R, megismételhetőség, reprodukálhatóság ,mérőrendszer elemzés, nyomaték-hiszteréis, kuplung vizsgálat*

1. A probléma ismertetése

A megismételhetőségi és reprodukálhatósági – azaz R&R – vizsgálatok csak részben a mérőeszközre, ezen kívül a módszer, operátor, környezet és az objektum alkotta mérési rendszerre, valamint azok kölcsönhatásaira ad becslést egyetlen számszerű bizonytalansági értékkel. Emellett tájékoztathat a bizonytalanságot okozó megismételhetőségi és reprodukálhatósági tényezők arányairól is.

A cikkben értékelt probléma a súrlódó tengelykapcsolók egy speciális funkcionális vizsgálatának a súrlódási nyomaték hiszterézisének a mérőrendszerére jelenik meg. Az R&R módszertan eredeti formájában, általánosságban csak olyan jellemzők mérésére alkalmazható, ahol ugyanazon, vagy legalább is azonos tulajdonságúnak tekinthető objektumok ismételt eredményei közötti eltérések véletlenszerűen alakulnak, amikor több személy többször is vizsgálatot végez. A kuplungszerkezetek súrlódó betéteit és felületeit célzó vizsgálatnál viszont az „összekopás" jelenségből adódóan tendenciózus módon csökkenő értékeket mérhetnek. Ez az ismételt mérések középértékeinek változásában jelenik meg, ami az R&R értékek jelentős torzulását, indokolatlan növekedését okozza.

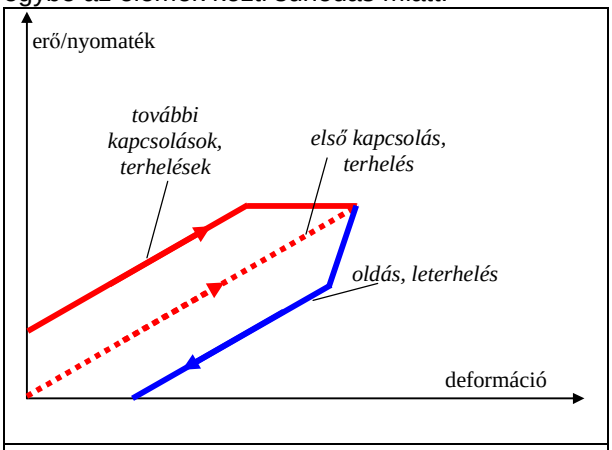
A munkánk során célul tűztük ki egy olyan módszer tervét és próbáját, amely lehetőséget teremt az üzemi gyakorlatban megengedhetetlenül magas R&R értékek tudományos alapú csökkentésére, mivel a mérések bizonytalanságai a tapasztalatok alapján elfogadhatóak lennének. Valójában az eredeti, stacioner jellemzőre kidolgozott módszertan korrekciójával alkalmassá tesszük azt trendesen változó jellemzők befogadására és kiértékelésére.

2. Hiszterézis jelensége és vizsgálata súrlódó tengelykapcsolókon

Az alább ismertetésre kerülő vizsgálatot a gépkocsikon általánosan alkalmazott száraz súrlódó tengelykapcsolókon (kuplung) végeztük. Mivel a kutatás célja a vizsgálórendszer ismételhetőségi és reprodukálhatósági elemzése volt, ezért a cikk terjedelméből adódóan nem térünk ki sem a tengelykapcsoló, sem a vizsgálóberendezés ismertetésére, mivel elegendőnek véljük a szerkezet működési elvének hozzávetőleges ismeretét és a mérési összeállításnak általában „műszaki képzelőerőn" alapuló elképzelését.

2.1. A hiszterézis jelenség ismertetése és szerepe

Esetünkben a hiszterézis, az a jelenség, amikor a tengelykapcsoló súrlódó betéteinek felületein megjelenő normálerő növelése és csökkentése közben a kapcsolás (a működési állapot, azaz a statikus súrlódás állapota) nem ugyanazon az erőértéken következik be. A kuplungtárcsa esetében mechanikai vagy rugalmas hiszterézist említhetünk, amely a szilárd testek közti elmozdulás (deformáció) késedelmét jelenti a megjelenő nyomatékhoz képest. Ebből következően az egyébként lineáris rugókarakterisztikában a felterhelési és tehermentesítési vonalak nem esnek egybe az elemek közti súrlódás miatt.



1. ábra. A rugó és a súrlódás miatti hiszterézis jelensége

A hiszterézisnek fontos szerepe van a gépjármű sebességváltásakor, hogy csillapítsa motor és a meghajtott kerekeken keresztül az autó tehetetlen tömegéből adódó lökésszerű kölcsönhatásait. Ha túl kicsi a hiszterézis, akkor a kuplungpedál felengedése után a kapcsolódás nem lesz sima, a jármű rángatva indul. Ha a hiszterézis túl nagy, akkor a kuplung „csúszik", elégtelen a nyomaték-

Dr. Gregász Tibor – *Óbudai Egyetem RKK MTS*
Pataki Márta, *Óbudai Egyetem RKK MTS*
A 4. Agy-on elhangzott előadás írott változata

átvitel, a súrlódó alkatrészek hamar elkopnak, csökken az élettartamuk. Jelentősége van még az alapjáratkor tapasztalható zaj csökkentésében is.

Ezt a kétoldali tűréshatárral adott hiszterézis értéket vizsgálják az összeállított tengelykapcsoló szerkezetén, a *nyomaték hiszterézis* mérésén keresztül az ún. torziós karakterisztika mérővel.

2.2. A vizsgálat leírása

A tengelykapcsolót egy bordásagyon keresztül, egy speciális karakterisztika mérő fékpad bordástengelyére helyezik. A gép az agyat elkezdi forgatni, vagyis a bordástengely elfordul, ezáltal a szerkezetre forgatónyomaték hat. Ennek következtében a szerkezet összenyomja az elmozdulni nem képes tangenciális rugókat. Ennek hatására, a rugók a bennük elraktározott energiával, eredeti alapállapotára törekszenek, tehát a rugóerő az összenyomó erő irányával ellentétes lesz. Ekkor a rugó által kifejtett nyomatékok, és a súrlódási nyomaték egy irányba hatnak, vagyis a rugók hatásvonalába eső osztókör sugárára vonatkoztatva az erők összeadódnak. A műszer a vizsgálat közben rajzolja a tengelykapcsoló (M-φ,) karakterisztika görbéjét az osztókörön megjelenő nyomatékból:

$$F_1 = F_{torziósrugó} + F_{súrlódási}$$

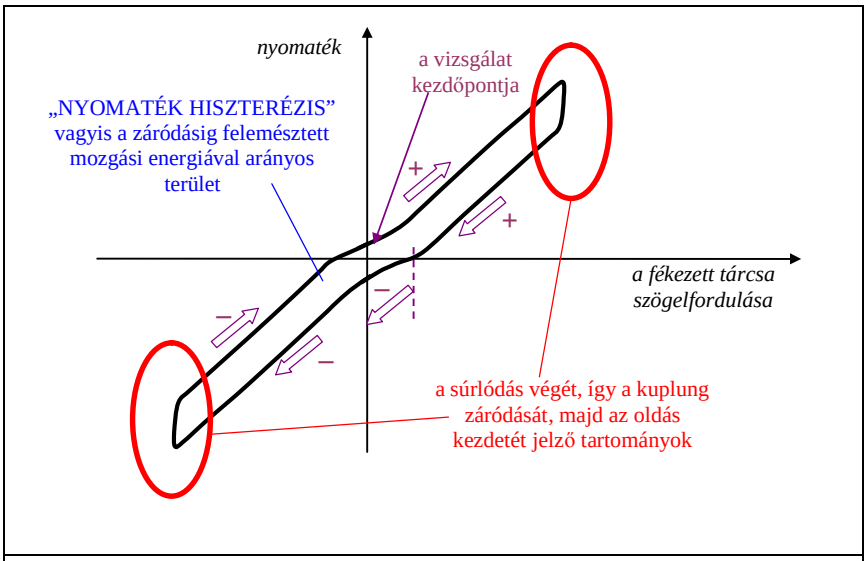
A súrlódó erő mértéke reális esetben függ a felületek anyagától, az érdességétől, a normálerő nagyságától, míg iránya az elmozdulás irányával ellentétes.

$$F_s = \mu \cdot F_n$$

Az agyra addig növeljük a normálerőt, amíg a „diagram meg nem szalad”. A diagram megnyúlik, megugrik, amikor a tárcsát már nem lehet egymáson tovább forgatni. Ez akkor következik be, amikor a szögelfordulás értéke maximális lesz, a fékezőnyomaték megnő, és a diagram megugrik. Ezt követően megváltoztatjuk az agy forgási irányát, ebben az esetben, a rugóerő az elmozdulással megegyező irányba hat, a súrlódó erő pedig ellentétes irányú vele, ezért az erők kivonódnak.

$$F_2 = F_{rugó} - F_{súrlódási}$$

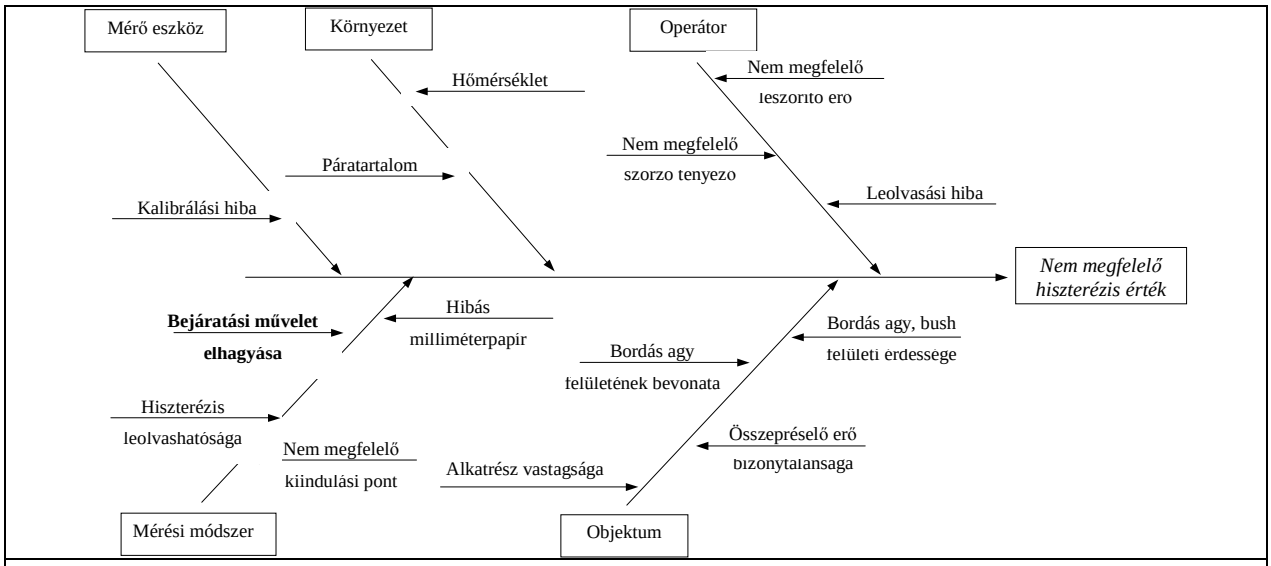
A diagram újbóli kifutásáig tartjuk ezt a forgásirányt, majd ismét megváltoztatjuk és visszaengedjük addig, míg a rugó újból terheletlen állapotába kerül. Ezt a fel- és leterhelési műveletet háromszor egymás után elvégezzük, hogy a felületek kellőképpen összekopjanak, vagyis hozzávetőlegesen előidézzük a kuplungtárcsa használata során jellemző folyamatot. A többszöri bejáratást „összekoptatást" követően rajzolja a gép a karakterisztika görbéjét. Ezt követően a hiszterézis értékének meghatározása a diagramokból számítás útján történik.



2. ábra. A hiszterézis regisztrátuma

3. Az ingadozást okozó tényezők felmérése

A bizonytalansági tényezők felmérését elvégeztük és a 3. ábrán foglaljuk össze. Az egyes bizonytalanságot okozó tényezőket részletesen, számszerű becsléseket adva is vizsgáltuk, viszont a jelentőségét tekintve most csak a trendes jelleg okait fejtenénk ki.



3. **ábra. Ishikawa diagram a hiszterézis értékét befolyásoló tényezőkről**

Az azonos tárcsa-összeállításon végzett ismételt mérések tendenciózus változását a legnagyobb felületi egyenetlenségek lenyíródása, és a felület „simulása”, morfológiájának üzemi állapotra alakulása okozza. A valóságban a 10^4 – 10^5 kapcsolásszámok is jellemzők, viszont a vizsgálatnál csupán az első három kapcsolás szolgálja a mintadarabok „kondicionálását”, ami után következik néhány nyomaték-hiszterézis mérés. Vizsgálatunk során nyolcas ismétlésszámot tartottunk egy-egy tárcsagarnitúrára.

A művelet kihagyásakor magasabb hiszterézis értéket mérhetünk a valósnál, ami a bekopott állapotban, a használat közben jellemzi a tárcsát. Ha az alkatrészek nincsenek összejáratva, a súrlódási tényezőjük magasabb, nagyobb nyomaték szükséges az elforgatásukhoz.

A nyomaték-hiszterézis vizsgálatát befolyásoló tényezők meghatározása és részletes vizsgálata után megállapítottuk, hogy a bejáratás elhanyagolásán kívül nincs olyan tényező, amely olyan mértékben befolyásolná a mérési eredményünket, hogy azt ne lehessen megbízható információszerzésnek tekinteni, vagy amely kialakulását a vizsgálat körültekintő elvégzésével ne lehetne megakadályozni.

4. Az R&R módszertan fejlesztése trendszerű változókra

A karakterisztika mérőn történő vizsgálatnál, a tárcsa összeengedésekor a felületek között nem használható kenőanyag, ezért használat közben összekopnak. A használat gyakoriságával kisebb lesz a súrlódási tényező, vagyis csökken a hiszterézis értéke is. Nagy valószínűséggel állíthatjuk, hogy a megismételt vizsgálatok hatására a mérés eredményei csökkenő tendenciát mutatnak, vagyis az ismételt mérések adataira feltételezett normális eloszlás tényét el kell vetnünk. Emiatt nem lesz megfelelő a megismételhetősége és a rutinszerű R&R vizsgálat ennek következtében nem ad reális eredményt a mérési folyamat bizonytalanságairól.

A fejlesztésünk egy olyan korrekciós R&R módszer megalkotására irányul, melyben kivédhetjük azt a jelenséget, hogy a kapott eredmények a trendszerű összecsiszolódási/kopási folyamat miatt nem megismételhetőek, véletlenszerűségük kétséges. A táblázat lényege, hogy a mérésből kapott adatokat egy tényezővel korrigáljuk, amely lehetővé teszi, hogy a termékről mért értékeket úgy tudjuk kezelni, mintha a hiszterézis értéke független véletlenszerű változó lenne, és nem tartalmazna trendszerű elváltozást.

A táblázat megalkotásához, szükségünk van a tengelykapcsolón végzett trendvizsgálatra, amely az összekopásból eredő változás jellegét – karakterisztikáját – határozza meg.

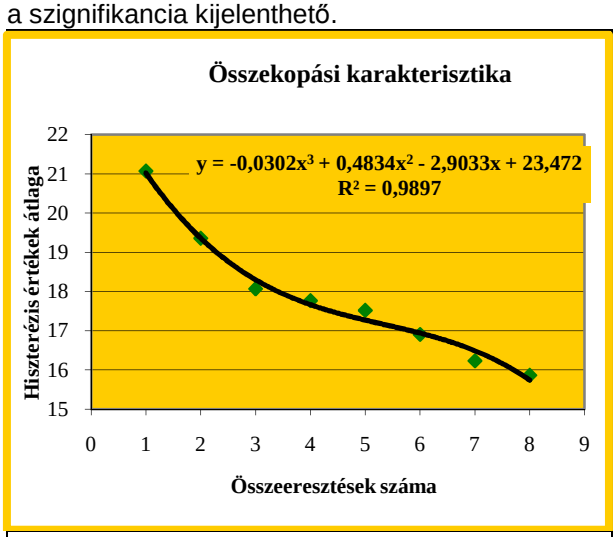
4.1. Hiszterézis értékére vonatkozó vizsgálat

Elsőként vizsgálatot végzünk annak érdekében, hogy meghatározzuk, hogyan változnak a mérési eredményeink az azonos objektumon végzett egymást követő ismételt mérések során.

A kísérlet alapjául véletlenszerű kiválasztással került 10 db minta a vizsgálatba, amely során minden egyes darabon nyolcszor ismételtünk úgy, hogy a mérések között rövid idő telt el, így a környezet, az és az objektumok, valamint az operátor személye sem változott.

4.1.1.Korrelációs és regressziós vizsgálat

A korrelációszámítás egyik feltétele, hogy ha X értékei rögzítettek, akkor az Y eloszlása X minden rögzített értéke esetén normális eloszlást kövessen, ennek eldöntésére alkalmas a normalitás vizsgálat. Ebben az esetben elhagyhatónak véltük a normalitás vizsgálat elvégzését, mivel a kuplungtárcsa gyártása során a hiszterézis értékét azonos kopottsági szinten (pl.: az első, a második, … összeeresztéseknél mért értékeknél) számos tényező befolyásolja. Így a centrális határeloszlás tétele alapján feltételeztük, hogy az egyes összeeresztés számoknál mért hiszterézis értékek véletlenszerűen szórnak, így normális eloszlásúak. A korrelációs és regressziós vizsgálatunk eredményei és megállapításai az alábbi diagramban követhető nyomon. Számításaink, során bebizonyosodott, hogy az összeeresztések száma és a kapott hiszterézis értékeink között szoros összefüggés van. A meghatározottsági együttható értékéből a kapcsolat nagyfokú szorossága mellett a szignifikancia kijelenthető.



4. ábra. Összekopási karakterisztika

A regresszió elemzés során a pontsorra, harmadfokú regressziós parabolát illesztettük, mert semmi okunk sincs feltételezni, hogy lineárisan változik és szemmel láthatólag is durva közelítés lett volna. A függvény meredekségének változási jellege alapján a függvénykapcsolatként kapott egyenletünk alapján számolt korrekciós tényezőkkel módosítanánk az R&R elemzésre kerülő értékeket.

4.1.2.Korrekciós táblázat létrehozása

A korrekciós tényező létrehozásakor az utolsó, nyolcadik mérést vettük alapul, mert a helyi tapasztalatok szerint a nyolcadik mérésnél már megközelítőleg összecsiszolódtak az alkatrészek annyira, hogy ezt tekinthessük irányadónak. Ehhez transzformáltuk az ezt megelőző mérések adatait.

A regresszió elemzés során kapott harmadfokú egyenlet segítségével meghatároztuk, hogy az egyes méréseknél milyen hiszterézis érték becsülhető ($\hat{y}_1; \hat{y}_2 ... \hat{y}_8$). Az így kapott eredményekből vontuk ki a nyolcadik mérésnél várható – vélhetően már stabil – hiszterézis értékét ($\hat{y}_8$), amellyel megkaptuk a korrekciós tényezőket ($D_1; D_2 ... D_8$):

$$D_1 = \hat{y}_1 - \hat{y}_8$$

$$D_2 = \hat{y}_2 - \hat{y}_8 ... \text{stb.}$$

Korrekciós tényezők az összeeresztések számának függvényében							
D_1	**D_2**	**D_3**	**D_4**	**D_5**	**D_6**	**D_7**	***D_8***
5,30	3,63	2,57	1,94	1,54	1,21	0,75	***0***

1. táblázat. **Korrekciós tényezők**

A korrekciós tényezők alkalmazásával a hiszterézis értékek tendenciózus jellegét próbáltuk kiszűrni. A fejlesztés eredményességét az bizonyítaná, ha a korrigált hiszterézis értékek statisztikai eloszlásra hasonlítanának. A sok paraméter általi befolyásoltságot is figyelembe véve, ismét feltételezhetjük és egy Gauss-hálón végrehajtott normalitás vizsgálat elvégzésével jó közelítéssel igazolható a normális eloszlás.

4.1.3.Normalitás vizsgálat a korrigált értékekre

A korrekciót követően tehát a transzformált értékekre normalitás vizsgálat szükséges, annak megállapítására, hogy az adathalmazunk normális eloszlást követ-e vagy sem, azaz a hiszterézis értéke mutat-e tendenciából eredő torzulást vagy sem.

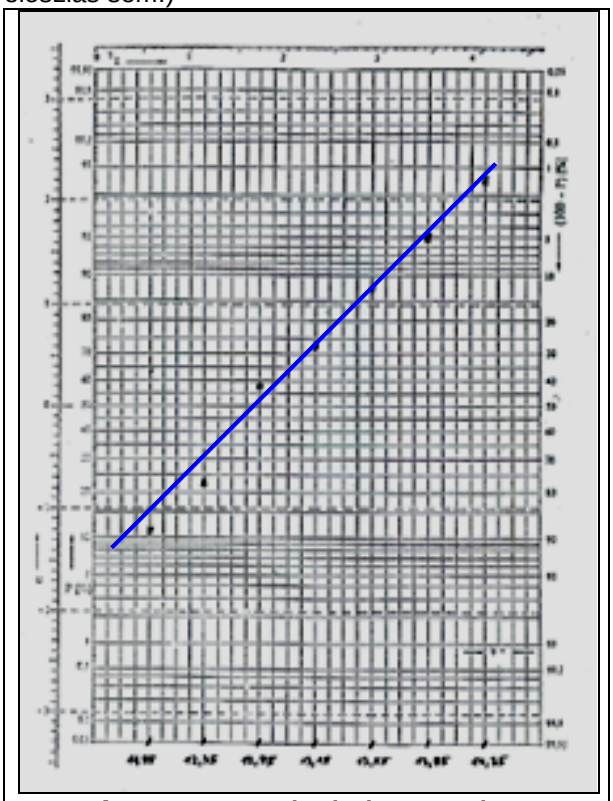
A mérési vizsgálat során kapott 8x10 db adatot a korrekciós tényezőkkel való transzformálás után osztályközbe soroltuk és ennek alapján ábrázoltuk. A pontok egy egyenessel közelíthetők, az eloszlás normális jellegét ez alapján javasolt elfogadni.

4.1. R&R vizsgálat

A vizsgálat célja annak a megállapítása, hogy a használt eszköz és a mérőrendszer elég kis hibával használható-e ahhoz, hogy vele a folyamatról megbízható információt szerezzünk.

Az R&R vizsgálatnál azt elemezzük, hogy a mérőeszközzel való mérés ismételhetősége, a különböző személyek általi reprodukálhatósága hogyan viszonyul egymáshoz és a mérendő objektumok közötti különbséghez, és egyúttal becslést is adunk az eltérés-összetevők varianciájára. (Bár a jelentős darabeltéréseket a hagyományos

(MSA[1]-ban ismertetett) módszertan képes kezelni, esetünkben azonban nem a szerkezetek közt van a jelentős eltérés és nem igaz a véletlenszerű eloszlás sem.)



5. ábra. A korrigált értékeken végzett normalitás vizsgálat

A mérésnek tulajdonítható ingadozás is két részből áll:

$$\sigma^2_{mérés} = \sigma^2_{reprod} + \sigma^2_{ism}$$

Tovább bontva a reprodukálhatóság varianciáját:

$$\sigma^2_{reprod} = \sigma^2_{kezelő} + \sigma^2_{alkatrész*kezelő}$$

A varianciákat egy egyszerű módszer szerint terjedelemből célszerű becsülnünk. Először az ismétlések varianciájának becslését végezzük el:

$$\sigma_{ism} = \frac{\overline{\overline{R}}_{ism}}{d_2}$$

ahol $\overline{\overline{R}}_{ism}$ az ismétlések átlagos terjedelmének átlaga, vagyis vesszük az egyes operátoroknál az ismétlések terjedelmének átlagát és osztjuk egy táblázatból veendő[2], ismétlésszámtól függő statisztikai értékkel (d_2).

A mérési eredmények a következő okokból különböznek:

- Az alkatrészek különbözőek, remélhetően ez adja az eltérések döntő részét;
- A mérés ismétlésekor a mérőeszköz jellegétől függően minden kezelő általában véletlen mérési hibákat követhetnek el (pl. parallaxis-hibát, a vastagságmérőt jobban vagy kevésbé szorítja rá az alkatrészre, a nyomaték-hiszterézis mérőt eltérő sebességgel használják, …), ez határozza meg a mérés ismételhetőségét.
- A kezelő ügyessége, figyelmessége, munkájuk megbízhatósága is különböző lehet, ez határozza meg a mérés reprodukálhatóságát.
- Lehetséges, hogy egyes kezelők a különböző alkatrészeket különböző hibával képesek mérni, vagyis kölcsönhatás lehet a kezelő és az alkatrészek között.
- A kopás különleges fizikai folyamata, amely jelentős eltéréseket is okozhat.

Ennek megfelelően a különböző alkatrészekre kapott mérési eredmények eltérését (ingadozását) jellemző variancia a következőképpen bontható fel.

$$\sigma^2_{teljes} = \sigma^2_{alkatrész} + \sigma^2_{mérés}$$

Ha képet akarunk kapni, hogy a teljes ingadozás mekkora, nemcsak az alkatrészek mérhető ingadozását, hanem a mérés bizonytalanságát is ismernünk kell.

Az egyik R&R vizsgálat az alkatrészek jellemzőjének ingadozásával együtt méri a mérés bizonytalanságát. Ez azonban csak véletlenszerű változásokat produkáló eredmények elemzésére alkalmas.

4.2. A korrekciós R&R táblázat alkalmazása

Az R&R vizsgálat során a korrekciós tényezőket ki kell vonni az operátorok által mért adatokból. Az első mérés eredményénél D_1-es, a második mérésből D_2-es korrekciós tényezőt alkalmazva és így tovább. Ez lénygében egy transzformáció, ami a trendszerű értékeket az összeeresztések számának függvényében transzformálja az R&R táblázatba írható értékké. [10]

A kuplungtárcsákon mért hiszterézis értékek trendszerű csökkenésének kiszűrésére így korrek-

[1] **M**easurement **S**ystem **A**nalyses – a mérőrenszerek elemzésére vonatkozó referencia kézikönyv az autóiparban

[2] Az MSA kézikönyvben és SPC-t ismertető szakkönyvekben használt táblázatok

ciós tényezőket hoztunk létre a kopási folyamat megismerésével. A korrekciós tényezők használatához átalakítottuk a rutinszerűen alkalmazott *R&R jegyzőkönyvet és számolótáblát*, amelynek eredményeképp az új számolótábla megfelelő rovataiba felvitt értékekből automatikusan kivonja a megfelelő korrekciós tényezőket. A korrigált értékekkel automatikusan számolja az *R&R értékeket és készít jegyzőkönyvet.*

Tapasztalatunk szerint a más geometriájú, de különösen az eltérő súrlódó anyagpárokat tartalmazó szériáknál egy rövid kísérletsorozattal a korrekciós értékeket újból aktualizálni kell. Kijelenthető ugyanis, hogy a trendre rajzolt regressziós görbe alakja és paraméterei lényegében egy anyagpár és a szerkezeti jellemző – mint például egy rugó karakterisztikája – függvényében válik egyedivé.

5. A módszer gyakorlati alkalmazása

Ahhoz, hogy meggyőződjünk arról, hogy az új korrigált R&R táblázat eredményes és használható, egy valós R&R vizsgálatnál kell alkalmazni az új módszert. Az R&R vizsgálatot az eddigi kísérlet alapjául szolgáló tengelykapcsoló típussal végeztük el.

A kiválasztott kuplungtárcsából 10 darabot a vizsgálati utasításban rögzítettek szerint végeztük el az R&R vizsgálatot. A mért értékeket felvezettük a módosított R&R jegyzőkönyvbe, amely a beírt értékből automatikusan kivonja a megfelelő korrekciós tényezőket. A hiszterézis mérés %-os R&R értéke a korrigálást követően a korábbi 60%-ára csökkent. Bár így az eredmény kielégítő, amit a vevői reklamációk is alátámasztanak, a többi bizonytalansági tényező elemzésével és rendszeres gondozásával tovább csökkenthető.

A kutatás alapját és gyakorlati részét a Budapesti Műszaki Főiskola (ma Óbudai Egyetem) Rejtő Sándor Könnyűipari és Környezetmérnöki Kar Minőségirányítási és Technológiai Szakcsoportján készült záródolgozat mérései képezik. A kidolgozott módszertanból előadás is született az *Anyagvizsgálat a Gyakorlatban* című szakmai szimpóziumon.

6. Irodalomjegyzék

[1] Gregász Tibor - Fekete Beatrix: R&R vizsgálatok fejlesztése trendes jellemző mérési rendszerére *(Anyagvizsgálat a Gyakorlatban (4. AGY) Szakmai Szeminárium 2008. Kecskemét)*,

[2] Fekete Beatrix: R&R módszertan fejlesztése a tengelykapcsoló gyártásban, BMF záródolgozat (konzulens: Gregász Tibor adjunktus)

[3] Koczor Z., Göndör V., Gregász T.: A mérési tevékenység folyamatos fejlesztése (Magyar Minőség – 2005/5)

[4] Mérési Rendszerek Elemzése (AIAG MSA–4:2008) (referencia kézikönyv 2008)

[5] Kemény, Papp, Deák: Statisztikai Minőség - (Megfelelőség) Szabályozás, Műszaki Könyvkiadó - Magyar Minőség Társaság, 2001

[6] Bánkuti László: A mérési bizonytalanságról, Műszerügyi és méréstechnikai közlemények 63.szám. 1999

[7] Keller Ervin - Nagy Károly: Gépjárműszerkezetek karbantartása és javítása, Műszaki Könyvkiadó, 1984

[8] Dr.Paless Gyula: A szabályozás fogalmai

[9] Koczor Z, – Takács Á.: Engineering evaluation about the role of innovation in a globalized economy, Acta Polytechnica Hungarica No.3, 2008, p. 65- 73.

[10] Göndör V., Nemethné E.K., Koczor Z., Kertész Z.: User-oriented management of the results of composite experiments, International Textile Conference, 2008.

ANYAGVIZSGÁLÓK LAPJA Elektronikus folyóirat
MINŐSÉGBIZTOSÍTÁS * ÁLLAPOTELLENŐRZÉS 2010/3

Beszámoló a Nemzetközi Hegesztési Intézet 2010. évi közgyűléséről
Az V. bizottság (Hegesztett szerkezetek roncsolásmentes vizsgálata és minőségbiztosítása) tevékenysége

A Nemzetközi Hegesztési Intézet (*International Institute of Welding, IIW* www.iiw-iis.org) 2010. július 12-e és 16-a között Isztanbulban tartotta éves közgyűlését. A közgyűlés programjának lényeges részét tették ki a bizottságok ülései. Az IIW-nek 16 szakmai bizottsága van, én az V. bizottság magyar delegátusa vagyok, így elsősorban ennek a bizottságnak a munkájában vettem részt. Az V. bizottság a hegesztett szerkezetek roncsolásmentes vizsgálatával és minőségbiztosításával foglalkozik. A bizottságok a szakterületük fejlődését elősegítő munkaterv alapján végzik munkájukat, dokumentumokat készítenek, szakmai állásfoglalásokat és javaslatokat dolgoznak ki, a tagok által beterjesztett szakmai anyagokat (kutatási eredményeket) véleményeznek, illetve fogadnak el a *Welding in the World* folyóiratban történő publikálásra.

Az V. bizottságnak jelenleg négy albizottsága van: radiográfiai varratvizsgálatok; ultrahangos varratvizsgálatok; varratvizsgálat elektromos, mágneses és optikai módszerrel; valamint roncsolásmentes vizsgálatok megbízhatósága és szimulációja. Az egyes albizottságok munkájának fő irányai a következők:

VA. albizottság (vezetője: Prof. Uwe Ewert, Németország): Radiográfiai varratvizsgálatok

Az albizottsági munka az utóbbi években egyértelműen a digitális radiográfiára összpontosít, tárgyalva annak technikai lehetőségeit, előnyeit és korlátait.

VC. albizottság (vezetője: Dr. Eric Sjerve, Kanada): Ultrahangos varratvizsgálatok

A legintenzívebben tárgyalt téma a fázisvezérelt vizsgálat. Az albizottság által felkért szerzőgárda egy kézikönyvet dolgozott ki, amelynek nyomdába adásáról döntött az isztanbuli ülés. A kézikönyv ismereteim szerint az eddig kiadott legrészletesebb és évekig meghatározó irodalom lesz a fázisvezérelt vizsgálatok területén. Hasonló dokumentum kidolgozása van előkészítés alatt vezetett hullámokkal végzett vizsgálat témában.

VE. albizottság (vezetője: Dr. Gerd Dobmann, Németország): Varratvizsgálat elektromos, mágneses és optikai módszerrel

Ennek az albizottságnak a tevékenysége a nevével jelzett vizsgálatok széles körét foglalja magába, különös tekintettel a fizikai és mechanikai tulajdonságok meghatározására. Évek óta foglalkozik az albizottság a 3M módszerrel (Metal Magnetic Memory).

VF. albizottság (vezetője: Dr. Philippe Benoist, Franciaország, aki egyben a bizottság vezetője is): Roncsolásmentes vizsgálatok megbízhatósága és szimulációja

Ez az albizottság a közelmúltban alakult, egyelőre keresi a legmegfelelőbb témát, amit részletesen fel fog dolgozni. Az isztanbuli ülésen a szimulációs módszer validálásával foglalkoztunk.

Dr. Trampus Péter