

MECHANIKAI VIZSGÁLATOK

MECHANICAL TESTS

FÁRADÁSOS REPEDÉSTERJEDÉSRE ÉRVÉNYES TERVEZÉSI GÖRBÉK HEGESZTETT SZERKEZETEK INTEGRITÁSÁNAK MEGÍTÉLÉSÉHEZ FATIGUE CRACK PROPAGATION DESIGN CURVES FOR INTEGRITY ASSESSMENT OF WELDED STRUCTURES

LUKÁCS JÁNOS

Kulcsszavak: fáradásos repedésterjedés, tervezési görbék, hegesztett szerkezetek, integritás

Keywords: fatigue crack propagation, design curves, welded structures, integrity

ABSTRACT

There are different standards and prescriptions containing fatigue crack propagation design or limit curves and rules for the prediction of the crack growth. The research work and the publication aimed to investigate of the fatigue crack growth resistance of different steels and their welded joints, and to determine fatigue crack propagation design curves for different structural steels and high strength steels, which have ever-growing role, furthermore their welded joints, characteristically under mode I loading condition.

ÖSSZEFOGLALÁS

A különböző szabványok és előírások tartalmaznak tervezési vagy határgörbéket fáradásos repedésterjedésre és útmutatásokat azok alkalmazására. A közlemény, illetve a kutató munka célja kettős, egyrészt különböző acélok és hegesztett kötések fáradásos repedésterjedéssel szembeni ellenállásának meghatározása; másrészt tervezési görbék származtatása különböző szerkezeti acélokhöz, valamint az egyre nagyobb szerephez jutó nagyszilárdságú acélokhöz és hegesztett kötésekhez, jellemzően I terhelésmódban.

1. BEVEZETÉS

A gépészeti szerkezetek számottevő hányadát napjainkban is jellemzően mechanikai igénybevételre, legtöbbször folyáshatárra méretezik, gyakorlati nem pusztán statikus terhelések esetén is. Ez általában a valós mechanikai terhelések – és nem ritkán a terhelési történet – jelentős egyszerűsítésével jár együtt, ami az adott szerkezet megbízhatóságát veszélyeztetheti. Az ismétlődő igénybevételű szerkezetek, különösen a hegesztett szerkezetek esetében a fáradásos törés bekövetkezésének gyakorisága meghaladja a statikus törését, így e szerkezetek méretezése más koncepciót kíván. A klasszikus, Wöhler-görbén (S-N görbén) alapuló módszerek nem törekednek a károsodás, a tönkremeneteli folyamat (időbeni) követésére, hanem

megengedett feszültségekkel számolnak. E feszültségek valamilyen törési (túlélési) valószínűséghez tartoznak, valamilyen kockázatvállalást tehát tükröznek, a szerkezetben lévő gyártási eredetű és/vagy az üzemeltetés során keletkező eltérések/hibák figyelembevételére azonban nem alkalmasak. Ez indokolta a törésmechanikai szemléletmód előtérbe kerülését a legkülönbözőbb szerkezetek esetében.

A törésmechanika célkitűzése hármas: egyrészt törési kritériumok megfogalmazása és megalkotása (definiálása); másrészt anyagjellemzők és anyagi mérőszámok értelmezése és meghatározása (megmérése) a törési kritériumok alkalmazhatóságához; harmadrészt pedig a törési kritériumok (gyakorlati) alkalmazása repedéseket, illetve repedésszerű hibákat tartalmazó szerkezetekhez, szerkezeti elemekhez.

A törésmechanika gyakorlati alkalmazásához három szakmai terület összhangja szükséges: valorizált számítási módszerek kellenek, amelyek kellő referenciákkal rendelkeznek; roncsolásmentes vizsgálatokra van szükség, amelyekkel szemben követelmény az eltérések/hibák valós méretének megadása; és ismerni kell a mértékadó törésmechanikai anyagjellemzőket, anyagi mérőszámokat, amelyek a számításokhoz nélkülözhetetlenek [1]. A törésmechanikai vizsgálatok, hasonlóan a fázisvizsgálatokhoz, az acélok átvételi vizsgálatai között – egy-két kivételtől eltekintve – napjainkban még nem szerepelnek, így természetes törekvése a gyártóknak az ilyen vizsgálati eredmények katalógusokban, gyártmányismertetőikben való közlése (például [2]).

A fáradásra való méretezésnek alapvetően két koncepciója ismeretes [3, 4, 5]. Az egyik, a biztos élettartamra való méretezés, azt feltételezi, hogy a szerkezet, szerkezeti elem anyagfolytonossági hiányoktól mentes, illetve ha mégis tartalmaz hiányokat, akkor azokból az alkalmazott igénybevételi szinten terjedő repedés nem keletkezik. Ez azt jelenti, hogy a méretezéskor figyelembe vett körülmények között katasztrofális törés nem következik be és a szerkezeti elem cseréjére sem kerül sor a tervezett élettartam lejárta előtt. A másik koncepció, a sérülésbiztos méretezés, azon a felfogáson alapul, hogy az egyes szerkezetekben

Miskolci Egyetem, Gépészmérnöki és Informatikai Kar,
Anyagszerkezet-tani és Anyagtechnológiai Intézet, 3515 Miskolc-
,Egyetemváros
janos.lukacs@uni-miskolc.hu
A 27. Hegesztési konferencián elhangzott előadás írásos változata

vannak anyagfolytonossági hiányok (repedések), és ezek növekednek. Ezen elv szerint a szerkezetnek a hiba felfedezéséig, pontosabban a hiba sorsáról való döntés meghozatalát követő cselekvésig, viselnie kell a terhelést. Utóbbi méretezési filozófia előtérbe kerülését, alkalmazásának szükségességét az alábbiak támasztják alá:

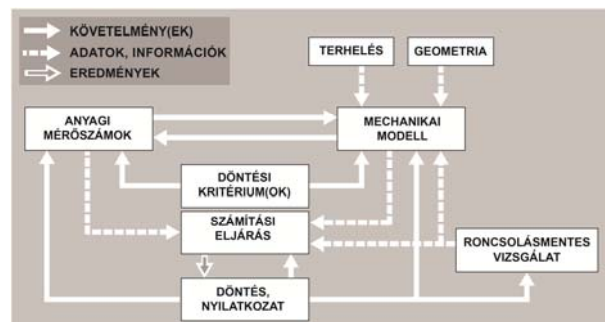
- a biztos élettartamra való méretezés koncepciója sokszor bizonyult elégtelennek, amit a gyakorlatban előfordult sajnálatos káresetek igazolnak [6, 7];
- a maximális tervezési (minimális fáradási) élettartam elérésekor végrehajtott szerkezeti elem csere esetén jelentős fel nem használt élettartam is elveszhet [4], ami az alkatrészek mind teljesebb kihasználására irányuló törekvéseknek mond ellent;
- a gépészeti szerkezetek folytonossági hiányoktól mentes gyártása csak elvben garantálható, ráadásul a különböző hibák nem mutathatók ki 100%-os megbízhatósággal [8];
- egyre erősebb az a gazdaságossági igény, hogy az észlelt hiba esetén ne annak javítása legyen az első gondolat, hiszen a hiba veszélyességének megítélése nélkül elvégzett javítás indokolatlan és gazdaságtalan lehet [9].

A különböző szerkezeteket meghatározott élettartamra tervezik, ugyanakkor a nehezen, vagy egyáltalán nem megszüntethető szerkezetek és/vagy anyagi okok esetében számolni kell a tervezett élettartamon túli üzemeltetéssel is (élettartam kiterjesztés, üzemidő hosszabbítás). Ilyen esetekben fel kell készülni arra, hogy a szerkezetek anyagának tulajdonságai kedvezőtlenül változnak meg, valamint arra, hogy a szerkezetben lévő eltérések/hibák növekednek és újak is keletkeznek [10].

Egy ismétlődő igénybevételű szerkezet, szerkezeti elem fáradásos repedésterjedéssel szembeni ellenállásának megítélésére a tervezés vagy az üzemeltetés során kerülhet sor. Előbbi esetben feltételezett, utóbbi esetben pedig valamilyen roncsolásmentes vizsgálattal kimutatott repedés, repedésszerű hiba veszélyességéről kell nyilatkozni. A felvetődő kérdések megválaszolására alkalmas rendszer két alappillére, az anyagot reprezentáló mérőszámokra és a szerkezetet, szerkezeti elemet, különösen a repedés környezetében megtestesítő mechanikai modellre támaszkodik [3, 11]. E mellett figyelembe kell venni az alkalmazni kívánt, illetve alkalmazott roncsolásmentes vizsgálat megbízhatóságát, a hibák kimutathatóságát stb. is [8, 12].

A rendszer elvi vázlatát és egyes elemeinek kapcsolatát az 1. ábra [13] szemlélteti; működőképességének pedig alapfeltétele, hogy elemei között valamelyik törésmechanikai elméleten nyugvó kapcsolat, összhang legyen. Ez az elmélet leggyakrabban a lineárisan rugalmas törésmecha-

nika (LRTM) elmélete, a feszültségállapot leírására a repedéscsúcs környezetében pedig a feszültségintenzitási tényező tartományát (ΔK) használják [14, 15].



1. ábra. Az élettartam gazdálkodás rendszerének felépítése [13]

Ennek megfelelően az anyagi mérőszámok a fáradásos repedésterjedés kinetikai diagramjából származtathatók [16, 17], amely fáradásos repedésterjedési sebesség vizsgálatok eredménye. A megbízható alkalmazás érdekében kívánatos és szükséges, hogy ne egyedi eredményeket használjunk, hanem vizsgálatsorozatokból, matematikai-statisztikai módszerekkel származtatott tervezési határgörbéket. Az ilyen törekvés a törésmechanika gyakorlati alkalmazásának több területén is teret nyert már (például [18, 19]).

A fáradásos repedésterjedésre érvényes határgörbék és a számítások (az értékelések) háttérében két alapvető elem áll, egyrészt a fáradásos repedésterjedési sebesség vizsgálatok eredményeinek statisztikai feldolgozása, másrészt a repedésterjedést leíró valamilyen összefüggés, leggyakrabban a Paris-Erdogan összefüggés [20]:

$$\frac{da}{dN} = C \Delta K^n, \quad (1)$$

ahol da/dN a fáradásos repedésterjedési sebesség, ΔK a feszültségintenzitási tényező tartománya, C és n pedig állandók.

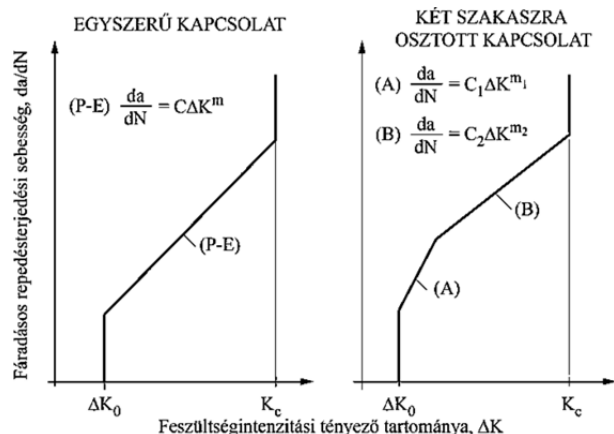
A közlemény, illetve a kutató munka célja mindezek után kettős, egyrészt különböző acélok és hegesztett kötéseik fáradásos repedésterjedéssel szembeni ellenállásának meghatározása; másrészt tervezési görbék [13, 21] származtatása különböző szerkezeti acélokhöz, valamint az egyre nagyobb szerephez jutó nagyszilárdságú acélokhöz [22] és hegesztett kötéseikhez, I (tehát nyitó vagy húzó) terhelésmódban.

2. TERVEZÉSI GÖRBÉK FÁRADÁSOS REPE- DÉSTERJEDÉSRE

A tervezési görbék jelentőségét – a mérnöki szemléletmód támasztotta általános igény mellett – két további tény is fokozza. Egyfelől az, hogy a fáradásos repedésterjedési sebesség vizsgálatok átvételi vizsgálatként való előírása még nem

általánosan elterjedt; másfelől pedig az, hogy a hegesztett kötések törésmechanikai anyagjellemzőinek meghatározására legkorábban a szerkezet, szerkezeti elem gyártásával azonos időben kerülhet sor [18]. Ennek megfelelően a különböző előírások, közlemények – tekintettel a fáradásos repedésterjedést befolyásoló tényezőkre [23] – rögzített (behatárolt) körülményekre érvényes határgörbéket javasolnak.

A [24] előírás a határgörbék két típusát különbözteti meg, az egyik típus a kinetikai diagram középső, II. tartományát egy, a másik típus pedig két egyenessel írja le. A két változatot – vázlatosan – a 2. ábra mutatja be ($P-E$ = Paris-Erdogan, $\Delta K_0 = \Delta K_{th}$, $K_c = \Delta K_{fc}$).



2. ábra. Tervezési görbék fáradásos repedésterjedésre a [24] előírás alapján (elvi ábra)

A [25] előírásban (napjainkban hatályos változata [26]) megadott görbe az (1) összefüggésen alapul és a vizsgálati adatok felső határértékéhez tartozik (da/dN : mm/ciklus, ΔK : $MPa\sqrt{m}^{1/2}$):

$$\frac{da}{dN} = 4,71 \cdot 10^{-10} \Delta K^{3,726} \quad (2)$$

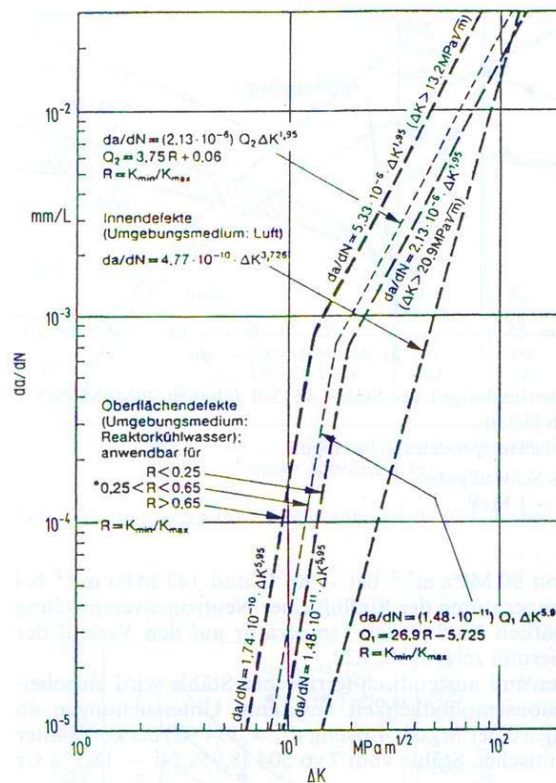
A görbe ötvözetlen és gyengén ötvözött ferrites acélokra, $R = 0-0,8$ terhelés aszimmetria tényező, $T = 20-300$ °C hőmérséklet, $f = 0,17-160$ Hz terhelési frekvencia és $s = 5-100$ mm anyagsvastagság tartományban, levegő közeg esetén érvényes. A hibák pozíciójának változása és a közeg befolyása ettől eltérő (két szakaszra osztott) határgörbéket eredményez, amelyeket a 3. ábra szemléltet [17].

A [27] előírásban közölt görbék szintén az (1) összefüggésen alapulnak. Ferrites, $R_y = 600$ MPa-nál kisebb folyáshatárú acélokra, levegőben és nem agresszív közegekben, a 97,5 %-os túlélési valószínűség alapján számított görbe egyenlete

$$\frac{da}{dN} = 7,4 \cdot 10^{-10} \Delta K^4 \quad (3)$$

a 99,5 %-os túlélési valószínűség alapján számított görbe egyenlete pedig

$$\frac{da}{dN} = 1,7 \cdot 10^{-9} \Delta K^4 \quad (4)$$



3. ábra. Fáradásos repedésterjedésre érvényes tervezési görbék az ASME Boiler and Pressure Vessel Code alapján [17]

Ugyanezen acélokra és hegesztett kötéseikre, a vizsgálati adatok felső határértékéhez tartozó görbe:

$$\frac{da}{dN} = 9,49 \cdot 10^{-9} \Delta K^3 \quad (5)$$

A [24] előírásban a 2. ábrán bemutatott egyszerű kapcsolat acélokra, beleértve az ausztenites acélokat is, $T = 100$ °C hőmérsékletig, levegő, illetve nem agresszív közeg esetén

$$\frac{da}{dN} = 5,21 \cdot 10^{-13} \Delta K^3 \quad (6)$$

alakú, ahol – kivételesen – da/dN mm/ciklus-ban, ΔK pedig $N/mm^{3/2}$ -ben értendő. Növelt hőmérsékleten, $T = 600$ °C-ig, a (6) összefüggés a

$$\frac{da}{dN} = 5,21 \cdot 10^{-13} \left(\frac{E_{RT}}{E_{ET}} \right)^3 \Delta K^3 \quad (7)$$

alakúra módosul, amelyben E_{RT} a rugalmassági modulusz szobahőmérsékleten (20 °C-on), E_{ET} pedig a rugalmassági modulusz a növelt hőmérsékleten. Tengeri környezetben, acélokra, kivéve az ausztenites acélokat, $T = 20$ °C-ig, katódvédelem alkalmazásával, vagy annak alkalmazása nélkül, a görbe egyenlete az alábbi:

$$\frac{da}{dN} = 2,3 \cdot 10^{-12} \Delta K^3 \quad (8)$$

A két szakaszra osztott kapcsolatokat (2. ábra jobb oldali ábrarészlete) két acél anyagminőség csoportra adja meg az előírás. Az egyik csoportba tartozó anyagminőségek folyáshatára $R_y \leq 700 \text{ N/mm}^2$, levegőben, illetve nem agresszív közegekben, $T = 100^\circ\text{C}$ -ig alkalmazhatók. A másik csoportba tartozó anyagminőségek folyáshatára $R_y \leq 600 \text{ N/mm}^2$, tengeri környezetben, $T = 20^\circ\text{C}$ -ig alkalmazhatók. Az erre a csoportra vonatkozó adatok $T = 5-20^\circ\text{C}$ hőmérséklet, $f = 0,17-0,5 \text{ Hz}$ frekvencia tartományokban, mesterséges tenger-vízben vagy 3 % NaCl oldatban végzett vizsgálatokból származnak, így a vonatkozó intervallumokon kívüli felhasználásukhoz külön ellenőrzés (igazolás) szükséges. Mindkét csoportra külön adatokat találhatunk az $R < 0,5$ és az $R \geq 0,5$ terhelés aszimmetria tényező tartományokra. Az előírás megadja a középértékre és a középérték + 2 szórás esetre is az adatokat, a hegesztett kötésekben lévő anyagfolytonossági hiányok értékelésére a középérték + 2 szórás és az $R \geq 0,5$ terhelés aszimmetria tényezőhöz tartozó adatok alkalmazhatók. A különböző esetekre vonatkozó, nagyszámú, konkrét érték az előírásban megtalálható.

A [28] szabvány az (1) összefüggés módosított, a terhelés aszimmetria tényező befolyását kifejező változatát ajánlja, az $R = 0-1$ terhelés aszimmetria tényező intervallumban:

$$\frac{da}{dN} = C \left(\frac{1+R}{1-R} \right) \Delta K^n \quad (9)$$

Az előírás szerkezeti acélokra és hegesztett kötésekre – a vizsgálati eredmények $n = 2-4$ tartománya alapján – az $n = 4$ érték alkalmazását javasolja és az (1) összefüggés két paramétere között meglévő kapcsolat [29, 30, 31] alapján C értékének számítására a

$$C = \frac{5 \cdot 10^{-5}}{17,27^n} \quad (10)$$

összefüggést adja meg.

A [32] előírás, szintén az (1) képletnek megfelelően, a vizsgálati adatok középérték + 2 szórás értékhez tartozó összefüggést ad meg, ami hegesztett kötésekre és nem korrozív közegekre az alábbi:

$$\frac{da}{dN} = 1,42 \cdot 10^{-8} \Delta K^{3,1} \quad (11)$$

A [33] közleményben bemutatott tervezési görbe a [34] és a [35] munkákra támaszkodó

$$\frac{da}{dN} = C_m (\Delta K^m - \Delta K_{th}^m) \quad (12)$$

összefüggésen alapul. Az összefüggés állandóit a [36] publikációban összefoglalt, a [37] és a [38] közleményekben közölt adatokkal kiegészítve, matematikai-statisztikai módszerekkel határozták meg, a tervezéshez a szerzők a 99,5%-os konfidencia intervallumhoz tartozó görbét ajánlják. Ennek egyenlete:

$$\frac{da}{dN} = 2,5 \cdot 10^{-8} (\Delta K^{2,75} - 2^{2,75}) \quad (13)$$

érvényessége pedig a hivatkozott forrásmunkákban részletesen körülírt kísérleti körülményekkel azonos. E körülmények közül kettő kiemelésre is érdemes, az egyik a véletlenszerű terhelés, a másik pedig az, hogy ferrites acélok mellett ausztenites acélokon és hegesztett kötéseiken is végeztek méréseket. A (12) összefüggés mellett a [33] közlemény a

$$\frac{da}{dN} = 1,45 \cdot 10^{-8} (\Delta K^{2,75} - 2,4^{2,75}) \quad (14)$$

formula alkalmazását is megengedi, abban az esetben, ha a biztonsági tényező(k) figyelembevételére a számítások (tervezés, élettartambecslés stb.) elvégzése után kerül sor. További enyhítés, hogy állandó terhelés amplitúdó esetén, ha húzó maradó feszültségek jelenléte kizárható, akkor az adott (konkrét) anyagminőségre meghatározott görbe [36] is felhasználható.

3. VIZSGÁLATOK ÉS EREDMÉNYEIK

A vizsgálatokhoz használt anyagminőségek és hegesztett kötések legfontosabb sajátosságait az 1. táblázat, mechanikai tulajdonságait és az azokból származtatott mennyiségeket (R_y/R_m , illetve $R_m \cdot A_5$) pedig a 2. táblázat foglalja össze.

Az alapanyagok és a hegesztett kötések vizsgálatára, I terhelésmódban, kompakt szakító (CT) és három ponton terhelt hajlító (TPB) próbatesteken, a varratfémek vizsgálatára pedig TPB próbatesteken került sor. A repedések valós szerkezeti elemekben lehetséges terjedési irányainak figyelembe vétele céljából, ahol azt a geometriai méretek lehetővé tették, az alapanyagokból próbatesteket munkáltunk ki a hengerlési iránnyal párhuzamos, az arra merőleges és a vastagság irányban terjedő repedések vizsgálatára. A hegesztett kötések esetében a kötés tengelyével párhuzamosan, az arra merőlegesen, valamint a vastagság irányban terjedő repedéseket egyaránt vizsgáltuk, és tekintettel voltunk a hőhatásövezet különböző zónáira is. A próbatestek ilyen kimunkálása, amely egyfajta fizikai szimulációnként is értelmezhető, biztosította a statisztikai szemléletmód minél teljesebb megközelítését. A 4. ábra – példaként – bemutatja az S690QL és az S960QL alapanyagok hegesztett kötéseiből kimunkált próbatestek elhelyezkedését (RD = hengerlési irány).

Acél típus	Anyagminőség	Hegesztő eljárás	Védőgáz	Hozaganyag
mikroötvözött	37C	VFI (ISO kód: 135)	100 CO ₂	VIH-2
mikroötvözött	E420C	VFI (ISO kód: 135)	80 Ar + 20 CO ₂	Union K56
nagyszilárdságú	X80TM	VFI (ISO kód: 135)	82 Ar + 18 CO ₂	X-90 IG
nagyszilárdságú	QStE690TM	–	–	–
nagyszilárdságú	S690QL	VFI (ISO kód: 135)	82 Ar + 18 CO ₂	INEFIL NiMoCr
nagyszilárdságú	S960QL	VFI (ISO kód: 135)	82 Ar + 18 CO ₂	UNION X 96
nagyszilárdságú	XABO 1100	–	–	–

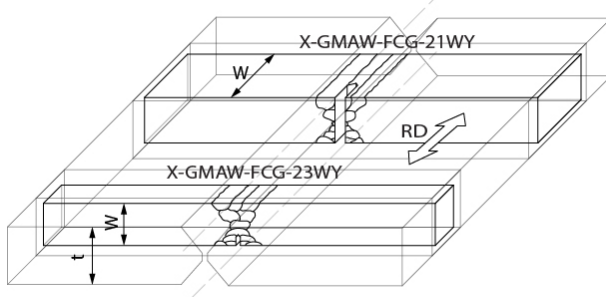
1. táblázat. A vizsgált anyagminőségek és hegesztett kötéseik legfontosabb sajátosságai

Anyagminőség	$R_y^{(1)}$	R_m	R_y/R_m	A_5	$R_m * A_5$
	N/mm ²	N/mm ²	–	%	N/mm ² * %
37C alapanyag	270	405	0,666	33,5	13567
VIH-2 varrat(fém)	410-485	535-585	0,766-0,829	22,0-24,8	≥11770
E420C alapanyag	450	595	0,756	30,7	18266
Union K56 varrat(fém)	≥500	560-720	0,694-0,893	≥22,0	≥12320
X80TM alapanyag	540	625	0,864	25,1	15687
QStE690TM alapanyag	780	850	0,918	18,3	15555
Böhler X90-IG varrat(fém)	≥890	≥940	≈0,947	≥16,0	≥15040
S690QL alapanyag	809	850	0,952	17,0	14450
INEFIL NiMoCr varrat(fém)	750	820	0,915	19,0	15580
S960QL alapanyag	1007	1045	0,964	16,0	16112
UNION X 96 varrat(fém)	>930	>980	≈0,949	>14	>13720
XABO 1100 alapanyag	1125	1339	0,840	11,0 ⁽²⁾	14729 ⁽²⁾

⁽¹⁾ R_y jelentése R_{eH} vagy $R_{p0,2}$.

⁽²⁾ Ennél az anyagminőségnél A_5 helyett A_{97} .

2. táblázat. A vizsgált anyagminőségek és hegesztő hozaganyagok mechanikai tulajdonságai (fehér oszlopok) és az azokból származtatott mennyiségek (sárga oszlopok)



4. ábra. A próbatestek elhelyezkedése az S690QL és az S960QL alapanyagok hegesztett kötéseiben

A vizsgálatokra a [39] előírás alapján, MTS gyártmányú, univerzális, elektro-hidraulikus anyag-

vizsgáló rendszeren került sor. A vezérlési mód ΔK -csökkentéses és állandó terhelésamplitúdójú, a terhelés aszimmetria tényező pedig állandó értékű ($R = 0,1$) volt. A vizsgálatokat szobahőmérsékleten, laboratóriumi közegben és szinusz alakú terhelési függvénnyel végeztük, a terjedő repedést optikai úton vagy compliance módszerrel követtük.

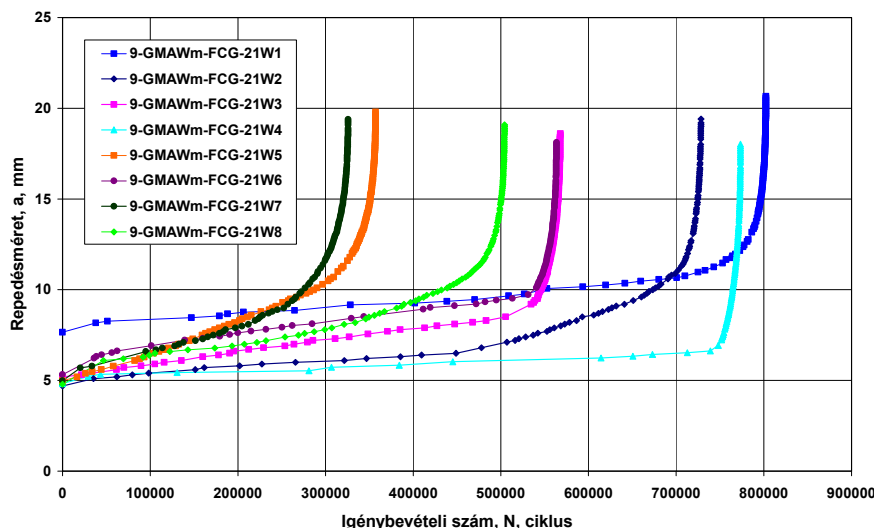
Az 5. ábra – szintén példaként – bemutatja az S960QL alapanyag 21 orientációjú hegesztett kötéseiben ($m = \text{matching hozaganyag}$) elvégzett fáradásos repedésterjedési sebesség vizsgálatok eredményeit, a repedésméret-igénybevételi ciklusszám görbéket ($a-N$).

Az 5. ábra görbéi szemléletesen mutatják azt, hogy a viszonylag nehezen keletkező repedések

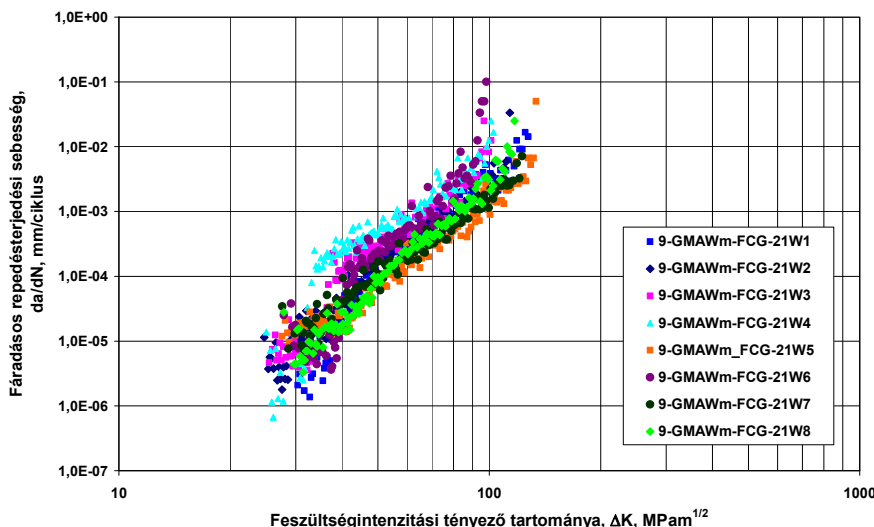
terjedése az igénybevételi ciklusszám növekedésével erősen felgyorsul.

A 6. ábra – ugyancsak példaként – bemutatja a fáradásos repedésterjedés véges differenciák módszerével [39] számított kinetikai diagramjait (fáradásos repedésterjedési sebesség-

feszültségintenzitási tényező tartománya, $da/dN-\Delta K$) a vizsgált S960QL alapanyag hegesztett kötéseiből készített 21 orientációjú próbatesteken. A kapott pontsorok, illetve azok együttese, alátámasztják az elvégzett vizsgálatok megbízhatóságát.



5. ábra Az S960QL alapanyag hegesztett kötéseiből készített 21 orientációjú próbatestek repedésméret-igénybevételi szám ($a-N$) görbéi



6. ábra. Az S960QL alapanyag hegesztett kötéseiből készített 21 orientációjú próbatestek kinetikai diagramjai ($da/dN-\Delta K$)

4. A FÁRADÁSOS REPEDÉSTERJEDÉSRE ÉRVÉNYES TERVEZÉSI GÖRBÉK MEGHATÁROZÁSA

A fáradásos repedésterjedésre érvényes tervezési görbék meghatározása alkalmazott módszer hat lépésből áll [13].

Első lépés: a fáradásos repedésterjedési sebesség vizsgálatok kiértékelése, vagyis a mérési eredmények meghatározása. A feszültségintenzi-

tási tényező tartománya küszöbértékének (ΔK_{th}) és a Paris-Erdogan összefüggés két állandójának (C és n) a meghatározására a [39] előírás alapján kerül sor. A fáradásos repedésterjedési sebesség értékeit a véges differenciák módszerével vagy a hét ponton átmenő polinomos módszerrel számítottam, a ciklikus törési szívósság értékeit (ΔK_{fc}) pedig a vizsgálatok során detektált utolsó repedésméreteket segítségével határoztam meg. Az

eredményeket a 3. táblázat foglalja össze. A mérési sorozat eredményei, különösen a korrelációs indexek, számszerűleg is igazolják az eredmé-

nyek megbízhatóságára, a 6. ábra kapcsán tett megállapítást.

A próbatest jele	C MPam ^{1/2}	n mm/ciklus	Korrelációs index	ΔK_{fc} MPam ^{1/2}
9-GMAWm-FCG-21W1	1,052E-12	4,760	0,9743	128,46
9-GMAWm-FCG-21W2	1,035E-12	4,766	0,9798	115,46
9-GMAWm-FCG-21W3	8,694E-11	3,848	0,9530	101,82
9-GMAWm-FCG-21W4	7,066E-10	3,466	0,9665	103,28
9-GMAWm-FCG-21W5	1,999E-12	4,420	0,9834	134,85
9-GMAWm-FCG-21W6	1,864E-12	4,772	0,9548	98,98
9-GMAWm-FCG-21W7	6,791E-12	4,200	0,9832	123,43
9-GMAWm-FCG-21W8	6,678E-14	5,330	0,9897	117,79

3. táblázat. Az S960QL jelű acél hegesztett kötéseiből készült 21 orientációjú próbatesteken elvégzett fáradásos repedésterjedési sebesség vizsgálatok eredményei

Második lépés: a mérési eredmények statisztikai mintákba rendezése. A mérési eredmények ismeretében (anyagminőségenként, illetve hegesztett kötésenként) megvizsgáltam, hogy a különböző orientációjú próbatesteken elvégzett vizsgálatok eredményei, mint statisztikai minták, szignifikánsan különböznek-e egymástól, vagy sem. Ennek eldöntésére a Wilcoxon-próbát alkalmaztam, $\varepsilon = 0,05$ kétoldali szignifikanciaszinten. Azok a minták, amelyek szignifikánsan nem különböztek egymástól, összevonásra kerültek egy közös mintába. Ezek után kiszámoltam a kapott minták legfontosabb statisztikai jellemzőit: átlag, szórás és szórási együttható. Az S960QL alapanyag hegesztett kötéseiből készített 21 orientációjú próbatestek mintáit a 4. táblázat mutatja be. A táblázatban közölt szórási együtthatók a hegesztett kötések törésmechanikai vizsgálatainál megszokott értékekkel jó összhangban vannak.

Minta	Elem- szám	Átlag	Szórás	Szórási együttható
n	8	4,445	0,594	0,134
ΔK_{fc}	8	115,5	13,20	0,114

4. táblázat. Az S960QL jelű acél hegesztett kötéseiből készült 21 orientációjú próbatesteken elvégzett fáradásos repedésterjedési sebesség vizsgálatok eredményeiből képzett minták

Harmadik lépés: az eloszlásfüggvény típusának megválasztása. Ebben a lépésben annak vizsgálatára került sor, hogy melyik eloszlásfüggvény típus alkalmas az összes minta leírására, a műszaki gyakorlatban általánosan elterjedt normális, a fárasztóvizsgálatok értékelésénél használatos logaritmikus normális és a küszöbparaméterrel bíró háromparaméteres Weibull eloszlás közül. Erre a célra a Shapiro-Wilk, a Kolmogorov-féle egyminőség, valamint a χ^2 -próbákat [40, 41, 42] használ-

tam, minden próba esetén $\varepsilon = 0,05$ szignifikanciaszinten. Eredményül az adódott, hogy csak a háromparaméteres Weibull eloszlás esetében fogadható el az illeszkedés minden mintára, vagyis ez az eloszlásfüggvény alkalmas az összes minta leírására. Megjegyzésre érdemes, hogy a háromparaméteres Weibull eloszlás a törésmechanika alkalmazásának több területén (például [18, 19]) bizonyult már alkalmasnak.

Negyedik lépés: a háromparaméteres Weibull eloszlás eloszlásfüggvényei paramétereinek meghatározása. Ebben a lépésben az

$$F(x) = 1 - \exp \left[- \left(\frac{x - N_0}{\beta} \right)^{1/\alpha} \right], \quad (15)$$

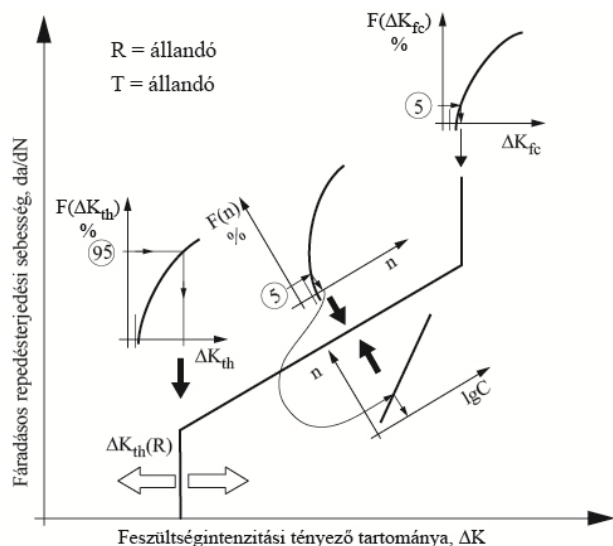
eloszlásfüggvény küszöbparaméterének (N_0), alakparaméterének (α) reciprokának és léptékparaméterének (β) meghatározására került sor.

Ötödik lépés: az eloszlásfüggvények karakterisztikus értékeinek megválasztása. A meghatározott háromparaméteres Weibull eloszlásfüggvényekből, az egyes mennyiségek élettartamra gyakorolt hatása alapján, kiválasztottam a ΔK_{th} , az n és a ΔK_{fc} karakterisztikus értékeit. Ezen értékek segítségével megbízható módszer származtatható a fáradásos repedésterjedésre érvényes tervezési görbék meghatározására, a következők szerint:

- a feszültségintenzitási tényező tartományának küszöbértéke, ΔK_{th} , a vonatkozó eloszlásfüggvény 95%-os (tehát nagy) valószínűséghez tartozó értéke;
- a Paris-Erdogan összefüggés kitevője, n , a vonatkozó eloszlásfüggvény 5%-os (tehát kis) valószínűséghez tartozó értéke;
- a Paris-Erdogan összefüggés állandója, C , a két állandó (C és n) közötti korrelációs kapcsolatból számítható érték;

- a ciklikus törési szívósság, ΔK_{fc} , a vonatkozó eloszlásfüggvény 5%-os (tehát szintén kis) valószínűséghez tartozó értéke.

A Paris-Erdogan összefüggés két állandójának kapcsolatát több közlemény is megemlíti, illetve bemutatja, amelyek közül a már hivatkozott [23, 29-31] munkákat emelem ki. A származtatás módszerét és a tervezési görbe (elvi) alakját – [13] alapján – a 7. ábra szemlélteti.



7. ábra. A fáradásos repedésterjedésre érvényes tervezési határgörbe származtatásának módszere és a határgörbe elvi alakja ([13] alapján)

Hatodik lépés: a fáradásos repedésterjedésre érvényes tervezési görbék paramétereinek számí-

tása. A meghatározott tervezési görbék paramétereit az 5. táblázat foglalja össze. Azokban az esetekben, amikor az egyes orientációkban számított n , illetve ΔK_{fc} értékek szignifikánsan különböztek, a vonatkozó értékek közül a kisebbet vettem figyelembe.

Az 5. táblázatban közölt adatokhoz a következő megjegyzések fűzhetők:

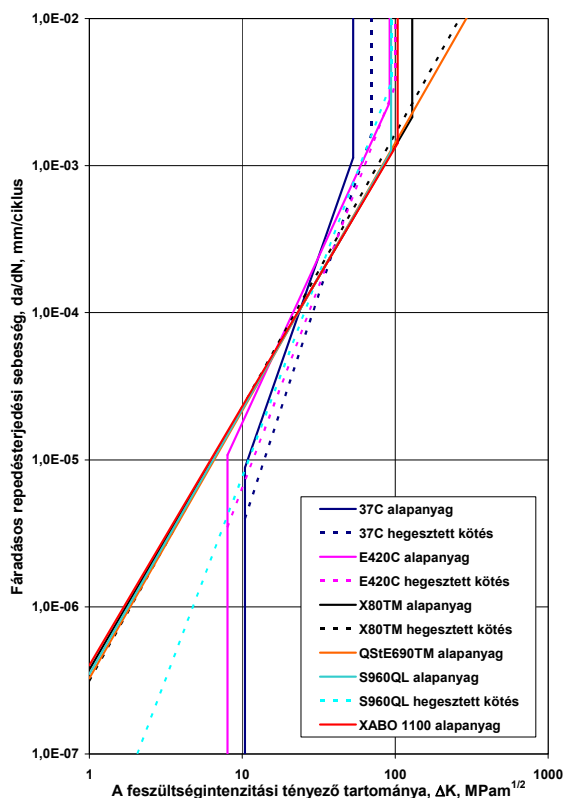
- az adatok I (nyitó) terhelési módra érvényesek;
- a 37 C és az E 420 C jelű anyagminőségek esetében, a hegesztett kötésekre érvényes ΔK_{th} értékek a hegesztési maradó feszültségek jellegének megítélése és nagyságának becslése után az alapanyagra meghatározott értékből származtathatók;
- a 37 C jelű anyagminőség hegesztett kötései-
ből készült 16 próbatesten, nyomó maradó feszültségek jelenléte esetén mért ΔK_{th} értékek átlaga $16,91 \text{ MPam}^{1/2}$;
- az E 420 C jelű anyagminőség hegesztett kötései-
ből készült 4 próbatesten, nyomó maradó feszültségek jelenléte esetén mért ΔK_{th} értékek átlaga $16,29 \text{ MPam}^{1/2}$.
- A előzőekben leírt módszerrel meghatározott és az 5. táblázat szerinti paraméterekkel rendelkező (egyszerű kapcsolat szerinti) tervezési görbéket a 8. ábra szemlélteti. Az ábrán három fajta görbe látható: csak n és C értéke ismert, n és C mellett ΔK_{fc} értéke is ismert, illetve n és C és ΔK_{fc} mellett ΔK_{th} értéke is ismert.

Anyagminőség	ΔK_{th} MPam ^{1/2}	n MPam ^{1/2}	C mm/ciklus	ΔK_{fc} MPam ^{1/2}
37C alapanyag	10,4	2,98	8,22E-09	53
37C hegesztett kötés	–	3,16	2,42E-09	70
E420C alapanyag	8,0	2,26	9,78E-08	92
E420C hegesztett kötés	–	2,74	1,16E-08	101
X80TM alapanyag	–	1,78	3,74E-07	129
X80TM hegesztett kötés	–	1,86	3,13E-07	–
QStE690TM alapanyag	–	1,82	3,27E-07	–
S690QL alapanyag	kidolgozás alatt			
S690QL hegesztett kötés	kidolgozás alatt			
S960QL alapanyag	–	1,80	3,50E-07	94
S690QL hegesztett kötés	–	2,75	1,36E-08	95
XABO 1100 alapanyag	–	1,76	4,00E-07	104

5. táblázat. A különböző alapanyagok és hegesztett kötések fáradásos repedésterjedésre érvényes tervezési görbéinek paramétereit

5. AZ EREDMÉNYEK ÉRTÉKELÉSE

A vizsgált anyagminőségek és hegesztett kötések esetében mind a feszültségintenzitási tényező tartományának küszöbértéke (ΔK_{th}) mind a Paris-Erdogan összefüggés kitevője (n) a szilárdság növekedésével tendenciájában csökken, a ciklikus törési szívósság (ΔK_{fc}) esetében ilyen jellemző irány nem állapítható meg.



8. ábra. A különböző alapanyagok és hegesztett kötések fáradásos repedésterjedésre érvényes tervezési görbéi

A vizsgált anyagminőségeknél mind a Paris-Erdogan összefüggés kitevője (n), mind a ciklikus törési szívósság (ΔK_{fc}) nagyobb értékű a hegesztett kötések esetében, mint az alapanyagoknál.

A meghatározott tervezési görbék a feszültségintenzitási tényező tartománya küszöbértékének (ΔK_{th}) környezetében nyitottak. Ennek értelme kettős. Azokban az esetekben, amikor a feszültségintenzitási tényező tartományának küszöbértéke nincs megadva, akkor a vonatkozó irodalmi forrásokban (például [43, 44]) található adatok alkalmazhatók. Hegesztett kötések esetében, akár adott ΔK_{th} értéke, akár nem, a maradó feszültségek jellegének megítélése és nagyságrendjének becslése után az adott érték módosítható, illetve annak figyelembevételével választandó meg. Nyomó maradó feszültségek esetében ΔK_{th} értéke

növelhető, míg húzó maradó feszültségek esetében csökkenteni kell azt.

A számított tervezési görbék a különböző forrásokban megadott tervezési görbék környezetében, illetve azok között helyezkednek el. Ezt az magyarázza, hogy a hivatkozott források nem konkrét anyagminőségekre, hanem szilárdsági tulajdonság intervallumokat kielégítő anyagminőségek összességére adnak meg határgörbéket. A jelen közleményben szereplő anyagminőségek ezeken az intervallumokon részben kívül esnek (magasabb szilárdságúak), ami egyrészt az alkalmazott módszer megbízhatóságát, másrészt a konkrét anyagminőségekre vonatkozó görbék szükségességét egyaránt alátámasztja.

A saját vizsgálatok eredményeit összehasonlítva az irodalomban (például [45]) található adatokkal, megállapítható azok jó összhangja.

6. KÖVETKEZTETÉSEK

Az elvégzett vizsgálatok, azok eredményei, az eredmények feldolgozása és az irodalomban található vonatkozó adatok, illetve az azokkal elvégzett összehasonlítások alapján az alábbi következtetések fogalmazhatók meg.

- A bemutatott módszer általánosan alkalmazható fáradásos repedésterjedésre érvényes tervezési görbék meghatározására, szerkezeti és nagyszilárdságú acélokhoz és hegesztett kötésekhez, I (nyitó) terhelésmódban.
 - = Megjegyzésre érdemes, hogy a módszer I+II (nyitó+nyíró) terhelésmód esetén is alkalmazható fáradásos repedésterjedésre érvényes tervezési görbék meghatározásához. Ilyenkor a feszültségintenzitási tényező tartománya (ΔK) helyett annak effektív értékét (ΔK_{eff}) kell használni [46, 47, 48].
 - = A módszer további anyagminőségekhez – fémekhez és ötvözetekhez (például nyomástartó edények anyagai, alumíniumötvözetek, ausztemperált gömbgrafitos öntöttvas), illetve nemfém anyagokhoz (például szilícium-nitrid kerámiák, polimerrek, polimer mátrixú kompozitok) – való alkalmazhatóságáról a [49-51] saját közleményekben találhatók információk.
- A [24] előírás bemutatja a fáradásos repedésterjedésre érvényes tervezési görbék olyan típusát is, amely a kinetikai diagram középső tartományát nem egy, hanem két egyenes segítségével írja le. A jelen közleményben vizsgált anyagminőségek, illetve a vizsgálati körülmények ilyen sajátosságot jellemzően nem mutattak, így ennek a típusnak az alkalmazására nem került sor. Más anyagminőségre ta-

lálhatunk alkalmazási példát saját közleményekben (például [52, 53]).

- A bemutatott és alkalmazott módszer érvényesíti az ésszerű kockázatvállalás (nem a legkedvezőtlenebb esetet vesszük figyelembe) és a biztonságra való törekvés (tudjuk, hogy milyen bizonytalansággal dolgozunk) kompromisszumát.
- A meghatározott, fáradásos repedésterjedésre érvényes tervezési görbék segítségével repedést vagy repedésszerű hibát tartalmazó szerkezetek, szerkezeti elemek integritásának megítélését lehetővé tevő, illetve segítő számítások végezhetők. A számítások az alábbiakra terjedhetnek ki:
 - = a terjedőképes és a kritikus (értsd: tönkremenetelt okozó) repedésméretetek meghatározása;
 - = a terjedőképes repedésmérethez tartozó élettartam meghatározása;
 - = a maradó élettartam függvény meghatározása, az azt befolyásoló hatások feltérképezése (paraméter- vagy érzékenységvizsgálat);
 - = a maradó élettartam becslése megbízhatóságának megítélése;
 - = károsodási paraméter(ek) és károsodási függvény(ek) számítása [48, 54].
 - A hegesztett kötésekre vonatkozó vizsgálatokat tovább kell folytatni. Ezek keretében ki kell térni a hegesztéstechnológiára, illetve a hegesztési paraméterekre és azok hatásaira, hiszen azok alapvetően befolyásolják a hegesztett kötések tulajdonságait, illetve megfelelőségét (például [55, 56]).

KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS

A közleményben ismertetett kutatómunka a TÁMOP-4.2.1.B-10/2/KONV-2010-0001 projekt eredményeire alapozva, a TÁMOP-4.2.2/A-11/1-KONV-2012-0029 jelű projekt részeként, – az Új Magyarország Fejlesztési Terv keretében – az Európai Unió támogatásával, az Európai Szociális Alap társfinanszírozásával valósult meg.

IRODALOMJEGYZÉK

- [1] Rittinger J.: Származtatott törésmechanikai anyagjellemzők használata a rideg törésnek kitett szerkezetek ellenőrzésében. Anyagvizsgálók Lapja, www.anyagvizsgaloklapja.hu, 2004/3, pp. 87-88.
- [2] Outline of fatigue of welded joints or six ways of counteracting fatigue. SSAB OX TechSupport, Information from SSAB Oxelösund #42, S-42-fatigue-uk-v1-2004.
- [3] D. V. Hoepfner, W. E. Krupp: Prediction of component life by application of fatigue crack growth. Engineering Fracture Mechanics, 1974, Vol. 6, pp. 47-70.
- [4] A. C. Pickard: Component lifing. Materials Science and Technology, September, 1987, Vol. 3, pp. 743-749.
- [5] D. Radaj: Assessment of fatigue strength of welded structures based on local parameters. Fatigue design 1995, Helsinki, 5-8 September, 1995. Eds.: G. Marquis, J. Solin. Technical Research Centre of Finland, Espoo, 1995, Vol. III, pp. 349-366.
- [6] K.-O. Edel: Mit Rissen leben? Zur Betriebssicherheit rissgeschaedigter Bauteile. Fachhochschule Brandenburg, Hochschulreihe 1/93, Fachhochschule Brandenburg, 1993.
- [7] Zsáry Á.: Méretezés kifáradásra a gépészetben. Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1965.
- [8] Romvári P., P. Speier, Tóth L.: Varrathibák kimutathatóságát befolyásoló tényezők. V. Roncsolásmentes Anyagvizsgáló Szeminárium, Gyula, 1985. május 30 – június 1. Különlönyomat, pp. 1-9.
- [9] Novotny L.: A törésmechanika alkalmazása hegesztett nyomástartó edényekben lévő hibák megítélésére. Gép, (34) 1982/12, pp. 473-479.
- [10] Rittinger J.: A roncsolásmentes anyagvizsgálat helye és szerepe a termék-megfelelőség tanúsításában és a hegesztett szerkezetek üzemeltetésre való alkalmasságának megítélésében. Anyagvizsgálók Lapja, www.anyagvizsgaloklapja.hu, 2006/3, pp. 90-94.
- [11] S. W. Hopkins, C. A. Rau Jr.: Prediction of structural crack growth behavior under fatigue loading. Fatigue Crack Growth Measurement and Data Analysis, ASTM STP 738. Eds.: S. J. Hudak Jr., R. J. Bucci. ASTM, 1981. pp. 255-270.
- [12] Merkblatt DVS 2401 Teil 2 (April 1989): Bruchmechanische Bewertung von Fehlern in Schweissverbindungen. Praktische Anwendung.
- [13] Lukács J.: Repedést tartalmazó hegesztett kötések megbízhatósága ismétlődő igénybevétel esetén. Kandidátusi értekezés, Miskolc-Budapest, 1992.

- [14] R. J. Allen, G. S. Booth, T. Jutla: A review of fatigue crack growth characterisation by linear elastic fracture mechanics (LEFM). Part I. – Principles and methods of data generation. *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, Vol. 11, No. 1, pp. 45-69, 1988.
- [15] R. J. Allen, G. S. Booth, T. Jutla: A review of fatigue crack growth characterisation by linear elastic fracture mechanics (LEFM). Part II. – Advisory documents and applications within national standards. *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, Vol. 11, No. 2, pp. 71-108, 1988.
- [16] D. Broek: The practical use of fracture mechanics. Kluwer Academic Publishers, 1988.
- [17] H. Blumenauer, G. Pusch: Technische Bruchmechanik. Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig-Stuttgart, 1993.
- [18] Rittinger J.: Referencia görbék jelentősége a törésmechanika gyakorlati alkalmazásánál. *Gép*, (34) 1982/10. pp. 393-399.
- [19] D. E. McCabe, J. G. Merkle, K. Wallin: Technical basis for the master curve concept of fracture toughness evaluations in the transition range. *Fatigue and Fracture Mechanics: 30th Volume*, ASTM STP 1360. Eds.: P. C. Paris, K. L. Jerina. ASTM, West Conshohocken, PA, 2000, pp. 21-30.
- [20] P. Paris, F. Erdogan: A critical analysis of crack propagation laws. *Journal of Basic Engineering*, Transactions of the ASME, December 1963, pp. 528-534.
- [21] Lukács J., Artinger I.: Tervezési határgörbék a fáradásos repedésterjedéssel szembeni ellenállás megítéléséhez. *Gépgyártástechnológia*, (32) 1992/5-6, pp. 183-190.
- [22] Balogh A., Gáspár M., Prém L.: A hegesztett szerkezetek konvencionális és korszerű nagyszilárdságú acéljainak rendszerezése és hegesztési nehézségei. *Gép*, (64) 2013/8. pp. 7-12.
- [23] Rittinger J.: Adatok fáradásos repedésterjedés sebességére. Tanulmány. Készült az ERŐKAR-AÁEFO megbízásából, az SZJH-21611/T/92. alapján. Budapest, 1992.
- [24] BS 7910-1999: Guide on methods for assessing the acceptability of flaws in fusion welded structures.
- [25] ASME Boiler and Pressure Vessel Code-1977: SECTION XI. Rules for Inservice Inspection of Nuclear Power Plant Components. DIVISION 1.
- [26] ASME Boiler and Pressure Vessel Code-2010 Edition.
- [27] BSI PD 6493-1980: Guidance on Some Methods for the Derivation of Acceptance Levels for Defect in Fusion Welded Joints.
- [28] WES 2805-1980: Method of Assessment for Defects in Fusion Welded Joints with Respect to Brittle Fracture.
- [29] Romvári P., Tóth L., Nagy Gy.: Adalékok a fáradt repedés terjedési sebességét leíró összefüggésekhez. *Gép*, (32) 1980/9. pp. 325-333.
- [30] A. Iost: The effect of load ratio on the m - $\ln C$ relationship. *International Journal of Fatigue*, 13, No. 1, January 1991, pp. 25-33.
- [31] W. G. Clark Jr., S. J. Hudak Jr.: Variability in Fatigue Crack Growth Rate Testing. *Journal of Testing and Evaluation*, JTEVA, Vol. 3, No. 6, pp. 454-476, 1975.
- [32] Det norske Veritas, Classification Notes, Note No. 30.2.-August 1984: Fatigue Strength Analysis for Mobile Offshore Units.
- [33] A. Ohta et al.: Fatigue Crack Propagation Curves for Design of Welded Structures. *Transactions of the Japan Welding Society*, Vol. 20, No. 1, April 1989, pp. 17-23.
- [34] M. Klesnil, P. Lukas: Effect of stress cycle asymmetry on fatigue crack growth. *Materials Science and Engineering*, 9 (1972), pp. 231-240.
- [35] A. Ohta, E. Sasaki: Influence of Stress Ratio on the Threshold Level for Fatigue Crack Propagation in High Strength Steels. *Engineering Fracture Mechanics*, 1977, Vol. 9, pp. 307-315.
- [36] A. Ohta et al.: Statistical Evaluation of Fatigue Crack Propagation Properties Including Threshold Stress Intensity Factor. *Engineering Fracture Mechanics*, Vol. 24, No. 6, pp. 789-802.
- [37] Data Sheets on Fatigue Crack Propagation Properties for Butt Welded Joints of SUS304-HP (18Cr-8Ni) Hot Rolled Stainless Steel Plate. *NRIM Fatigue Data Sheet*, No. 54. National Research Institute for Metals, Tokyo, 1986.

- [38] A. Ohta et al.: Near-Threshold Fatigue Crack Propagation in Welded Joints under Random Loading. Transactions of the Japan Welding Society, Vol. 19, No. 2, October 1988, pp. 69-73.
- [39] ASTM E647-11e1: Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rate.
- [40] Vincze I.: Matematikai statisztika ipari alkalmazásokkal. Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1975.
- [41] Balogh A., Dukáti F., Sallay L.: Minőségellenőrzés és megbízhatóság. Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1980.
- [42] D. B. Owen: Handbook of statistical tables. Vychislitel'nyj Centr AN SSSR, Moskva, 1973. (Orosz nyelven.)
- [43] D. Taylor: A compendium of fatigue thresholds and growth rates. EMAS, Warley, 1995.
- [44] Sourcebook on fatigue crack propagation: thresholds and crack closure. Eds.: D. Taylor, L. Jianchun. EMAS, Warley, 1993.
- [45] Bruchmechanische Werkstoffcharakterisierung. Hrsg.: H. Blumenauer. Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1991.
- [46] Lukács J.: Fatigue crack propagation in railway rails under I and I+II loading conditions. Proceedings of the Sixth International Fatigue Congress (FATIGUE'96), Berlin, 6-10 May 1996. Eds.: G. Lütjering, H. Nowack. Pergamon, Vol. II, pp. 1189-1194.
- [47] Lukács J.: Módszer fáradásos repedésterjedésre érvényes tervezési görbék meghatározására és annak alkalmazása nagyszilárdságú acélokhoz. Bányászati és Kohászati Lapok, (145) 2012/3. pp. 43-48.
- [48] Lukács J., Nagy Gy., Harmati I., Koritárné F. R., Kuzsella Lné. K. Zs.: Szemelvények a mérnöki szerkezetek integritása témaköréből, Miskolci Egyetem, Miskolc, 2012.
- [49] Lukács J.: Determination of fatigue crack propagation limit curves and their application for pipelines having crack like defects. Third International Pipeline Technology Conference, Brugge, May 21-24, 2000. Ed.: R. Denys. Elsevier Science B. V., 2000. Vol. II, p. 127-140.
- [50] Lukács J.: Determination of fatigue crack propagation limit curves for metallic and non-metallic materials. Proceedings of the Eighth International Fatigue Congress (FATIGUE 2002), Stockholm, 3-7 June 2002. Ed.: A. F. Blom. EMAS, West Midlands, 2002. Vol. 2/5. p. 1179-1186.
- [51] Lukács J.: Fatigue crack propagation limit curves for different metallic and non-metallic materials. Materials Science Forum, Vols. 414-415, (2003) pp. 31-36.
- [52] Lukács J.: Two Methods for Determination of Fatigue Crack Propagation Limit Curves and their Application for Different Materials. Key Engineering Materials, Vols. 345-346, (2007) pp. 395-398.
- [53] Lukács J.: Two Methods for Determination of Fatigue Crack Propagation Limit Curves and their Application for High Strength Steels. International Conference on New Developments on Metallurgy and Applications of High Strength Steels, Buenos Aires, 26-28 May, 2008. Proceedings on CD-ROM, 2008, pp. 1-13.
- [54] Lukács J.: Determination of fatigue crack propagation limit curves and one possibility of their application. International Conference on Metal Structures (ICMS-03), Miskolc, April 3-5, 2003. Metal Structures – Design, Fabrication, Economy. Eds.: Jármái K., Farkas J. Millpress, Rotterdam, 2003. p. 33-38.
- [55] Gáspár M.: A hőmérsékletmező előállítása nagyszilárdságú acélok hegesztésének végeselemes modellezésekor. Gép, (64) 2013/5. pp. 37-42.
- [56] Gáspár M., Balogh A.: GMAW experiments for advanced (Q+T) high strength steel. Production Processes and Systems, Vol. 6, (2013) No. 1, pp. 9-24.

ELEKTRONDIFFRAKCIÓS TECHNIKÁK A TRANZMISSZIÓS ELEKTRONMIKROSKÓPOS ANYAGVIZSGÁLATBAN ELECTRON DIFFRACTION METHODS IN TRANSMISSION ELECTRON MICROSCOPIC MATERIAL TESTING

CORA ILDIKÓ^{1,2} – PEKKER PÉTER¹ – DÓDONY ISTVÁN²

Kulcsszavak: transzmissziós elektronmikroszkópia, precessziós elektrondiffrakció, kristályszerkezet-meghatározás

Keywords: submicron size materials, nanotechnology, structural study, transmission electron microscopy

ABSTRACT

In our technology-based world our knowledge about materials plays a distinguished role. Revealing their atomic-scale structures makes it possible to manipulate the matter on an atomic scale, engineer their properties, and assure their quality. In structural crystallography single crystal X-ray diffraction still has hegemony beside e.g. electron beam techniques. The crystal size is the main limiting factor in its applicability. Nanotechnology - the mainstream research trend nowadays - mainly applies and requires the electron beam techniques, such as transmission electron microscopy. Now it is possible to determine the structure of submicron-, nanometer-sized single crystals with the recently developed precession electron diffraction technique in combination with diffraction tomography. These techniques are also available at University of Miskolc. In this article we describe electron diffraction based techniques and the evaluation methods of the datasets and their applicability through a case study.

ÖSSZEFOGLALÁS

A szubmikrométeres, nanoméretű anyagok szerkezetvizsgálatához kiváló technika a transzmissziós elektronmikroszkópia. A Magyar Tudományos Akadémia – Miskolci Egyetem Anyagtudományi Kutatócsoport (továbbiakban MTA-ME AKCs) / Bay Z. Kft. elektronmikroszkópos laboratóriumában is elérhető transzmissziós elektronmikroszkóp (TEM) számos vizsgálati lehetőséget biztosít, melyek közül az elektrondiffrakción alapuló szerkezetvizsgálati módszereket, értékelésüket foglalja össze e cikk. E módszerek alkalmazhatóságát egy esettanulmányon keresztül is bemutatjuk.

BEVEZETÉS

Technikai alapú világunkban meghatározó szerepe van az anyagismeretnek. A gyártott és alkalmazott anyagok tulajdonságainak tervezhetőségét, minőségbiztosításukat csak atomi szintig terjedő ismeretük teszi lehetővé.

Anyagismeretünk az alkalmazott vizsgálati eszközökkel és módszerekkel együtt fejlődik. Ezen a téren – Laue (1912 - első röntgendiffrakciós kísérlet) korszakos munkájától számítva – robbanásszerű fejlődés zajlik. Az egykristály-röntgendiffrakciós szerkezet-meghatározás a mai napig vezető technika a szerkezeti krisztallográfiában, alkalmazásának elsősorban az egykristályok mérete szab határt. A mára jelentőssé vált „nanotechnológiára” való igény hívta életre az új – zömmel elektronsugaras – technikákat. Szubmikrométeres, nanoméretű anyagok szerkezetének meghatározásához a technikai / műszeres háttér kialakítása az utóbbi évek komoly kihívása volt, és a transzmissziós elektronmikroszkópia mindebben élenjárónak bizonyult.

A transzmissziós elektronmikroszkópia két, egymást kiegészítő területe ismert, melyek

- 1) a képalkotás és
- 2) a diffrakció.

A képalkotás – mely jelentős fejlődésen ment keresztül – és a diffrakció egymást kiegészítő technikák, melyek kombinációja igen hatékonyan alkalmazható a szerkezetvizsgálatban.

Adott nyomás-hőmérséklet-összetétel tartományban stabilis kristály (fázis) pontos leírását a rácsparamétereinek, tércsoportjának (szimmetria), kémiai összetételének és a rácsát alkotó atomok pozícióinak ismerete jelenti. A legtöbb esetben korábban már leírt fázist/kristályszerkezetet szeretnénk azonosítani. Az 1. fejezetben tárgyalt elektrondiffrakciós fázisazonosításhoz a vizsgált kristály elemi cellájának, kémiai összetételének és tércsoportjának referenciával való azonosítása szükséges. Amennyiben nem ismert a vizsgált fázis, akkor annak szerkezetét meg kell határoznunk. Az elektrondiffrakción alapuló szerkezet-meghatározás egyik legnagyobb akadályát - eddig - a dinamikus (többszörös) szórás jelentette. Azonban a nemrégiben kifejlesztett precessziós technikával [1] (ld. 2.4 fejezet) a többszörös szórás jelentősen redukálható, így a mért intenzitások és a számított amplitúdók közvetlenül felhasználhatók és alkalmasak szerkezet-meghatározásra. Így kinyílt előttünk a kapu a szubmikrométeres egykristályok szerkezet-meghatározására. Az elektrondiffrakció előnye a képalkotási módhoz

¹Magyar Tudományos Akadémia – Miskolci Egyetem
Anyagtudományi Kutatócsoport

²Eötvös Loránd Tudományegyetem Ásványtani Tanszék

képet, hogy jóval nagyobb felbontás érhető el vele és az objektív lencse aberrációi döntően nem befolyásolják a diffrakciós kép minőségét (felbontás, intenzitás).

1. ELEKTRONDIFFRAKCIÓS FÁZISAZONOSÍTÁS

Kristályok szerkezetvizsgálatának gyakorlatában igen gyakori probléma, hogy a vizsgálni tervezett anyagok (ötvözetek, kerámiák, ásványok stb.) méretükből adódóan alkalmatlanok egykristály röntgendiffrakciós vagy neutrondiffrakciós vizsgálatra. Por(polikristály) diffrakciós vizsgálatok során a módszer alapvető korlátai (csúcsátlapolódás; polifázisú, polikristályos minta) miatt a fázisazonosításhoz szükséges adatok egyes esetekben nem elégségesek. Transzmissziós elektronmikroszkóppal igen kis térfogatokról nyerhetünk információkat. Egy ~10 nm vastagságú minta kis területéről (néhány 10 nm-től néhány µm-ig) TEM-mel rutinszerűen az alábbi információkat nyerhetjük ki (a teljesség igénye nélkül): nagyfelbontású kép (0.2 nm-es pontfelbontással), amplitúdókontrasztos kép (világos és sötét látóterű), elektrondiffrakciós kép, kémiai összetétel mérése, textúra, orientációs viszonyok stb. [2].

Fázisazonosításhoz a vizsgált anyag elemi celláját (rácsállandóit), szimmetriáját és kémiai összetételét kell meghatározni, majd a mért értékeket adatbázisokban találhatóakhoz illeszteni. A már ismert fázisok adatait pl. a Szervetlen Kristályok Szerkezeti Adatbázisa (*Inorganic Crystal Structure Database* - ICSD) tartalmazza. Függetlenül attól, hogy a vizsgált anyag szerepel-e az adatbázisban, vagy egy eddig le nem írt fázissal van dolgunk, minden esetben szükséges a fent leírtak megismerése. A következőkben az elemi cella meghatározásának kísérleti körülményeit és kritériumait írjuk le röviden.

A kristályrácsra (azaz a kristály periodikus potenciálsíkjain) szóró (diffraktált) hullámok (elektronok) interferálnak. Mivel periodikus rácsra történik az elhajlás, így a szórás képen diszkrét intenzitásmaximumok, ún. reflexiók lesznek. A reflexiók halmaza a kristályhoz hasonlóan rácsot alkot, amelyet reciprokrácsnak hívunk. Diffrakciós kísérlet során a vizsgált kristály reciprokrácsának origón átmenő metszetét tudjuk leképezni (1. ábra) (ld. Ewald-szerkesztés). Ahhoz, hogy megismerjük az anyag elemi celláját, annak a reciprokrácsát kell, hogy megismerjük, feltérképezzük. Ezt - célszerűen - zónatengely felőli, orientált diffrakciós képek döntési sorozatával végezzük. Orientált diffrakciós felvételeknél - ideális kísérleti körülmények mellett - a Friedel-párok (*hkl* és *-h-k-l*) intenzitásai megegyeznek. Zónatengely felőli diffrakciós képek döntési sorozatából a döntési szög és irány ismeretében rekonstruálni tudjuk a 3 dimenziós reciprokrácsot (1. ábra). Az intenzitásviszonyok, kioltá-

sok, és geometria alapján megállapíthatjuk a kristály elemi celláját, és a választott elemi cellához tartozó szimmetriát a 230 tércsoport közül.³ Egy rácsban számos elemi cella vehető fel, melyek közül a legkisebbet és a legmagasabb szimmetriájút célszerű kiválasztani. A kémiai összetétel megismerése után a talált elemi cellához és szimmetriához illeszthető keresünk a Szervetlen Kristályok Szerkezeti Adatbázisában. Amennyiben nem találunk ilyet, úgy egy új, eddig le nem írt szerkezettel van dolgunk, melyek pontos megismeréséhez, leírásához egykristály-diffrakciós szerkezet-meghatározásra van szükség (ld. következő fejezet).

2. EGYKRISTÁLY-DIFFRAKCIÓS SZERKEZET-MEGHATÁROZÁS

2.1. BEVEZETÉS ÉS A FÁZISPROBLÉMA

A szerkezet-meghatározás célja a kristály szerkezetének (az atomok helyének) megismerése, azaz az elemi cella (töltés-, elektron-, tömeg-) sűrűségfüggvényének meghatározása. A szóró hullámok intenzitás készletét használva végezhetünk szerkezet-meghatározást.

A valós rács ($\rho(r)$) szórócentrumain (vagyis a sűrűségfüggvényen) szóró hullámok interferenciáját a már említett reciprokrácsban írjuk le, ami a $\rho(r)$ függvény Fourier-transzformáltja. Periodikus rács esetében a reciprokrács nem folytonos függvény, hanem diszkrét, csak az ún. Bragg-irányokban lesz interferencia (első közelítésben). A szóró hullámot leíró függvényt struktúrfaktornak vagy szerkezeti tényezőnek nevezzük, amit a következőképpen írhatunk fel:

$$F_h = \frac{1}{V_c} \int_{V_c} \rho(r) \exp[2\pi i(\mathbf{h} \cdot \mathbf{r})] d\mathbf{r} = \sum_{j=1}^N f_j \left(\frac{\sin \theta}{\lambda} \right) \exp[2\pi i(\mathbf{h} \cdot \mathbf{r}_j)] \quad (1)$$

,ahol

$f_j \left(\frac{\sin \theta}{\lambda} \right)$: atomi szóró tényező függvény $\mathbf{h}$ -hoz tartozó értéke

N: atomok száma az elemi cellában

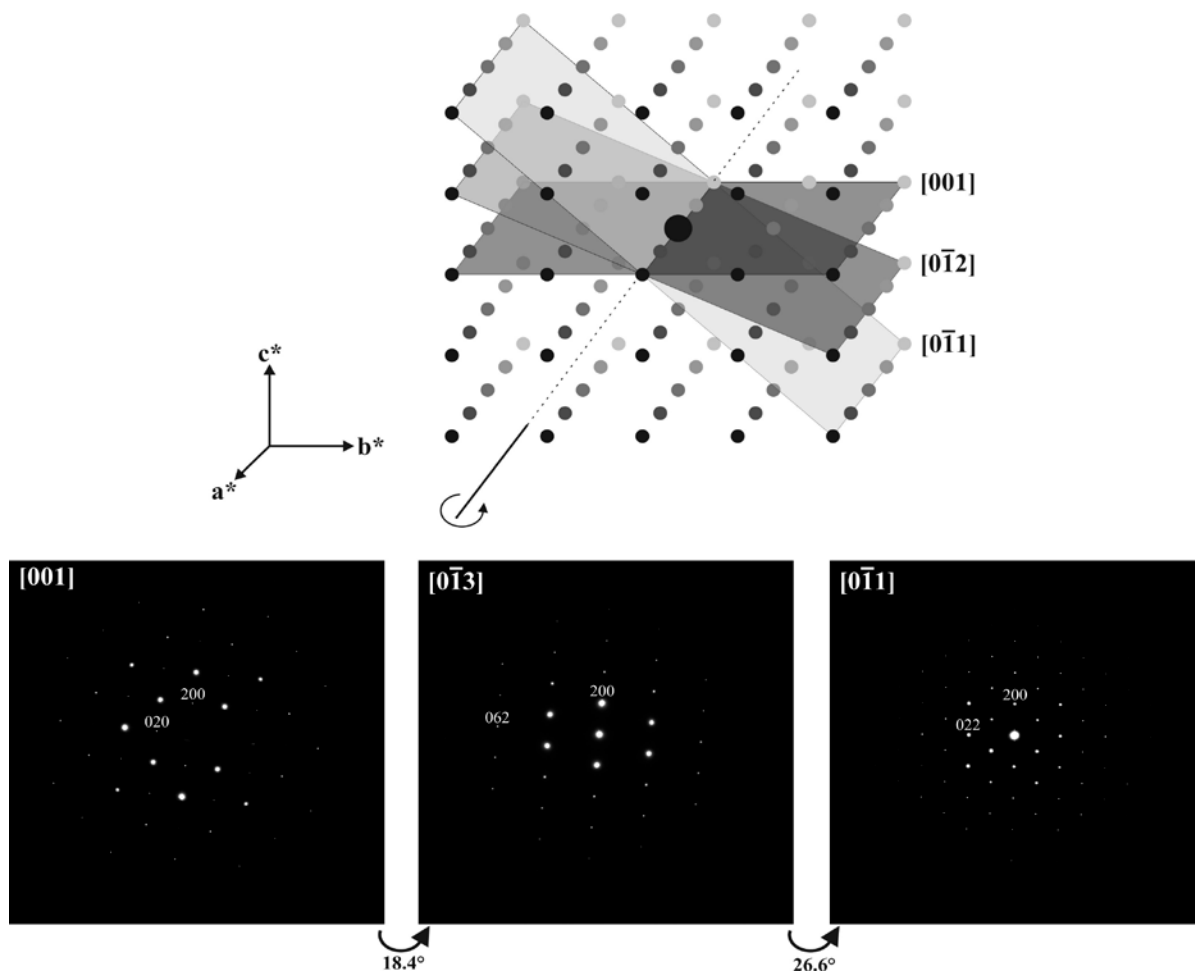
V_c : elemi cella térfogata

$\mathbf{h}$: hkl Miller-index, reciprokrács pont

$\mathbf{r}_j$: (xyz) helyvektor a valós rácsban

A reciprokrácsnak mindig csak origón átmenő metszetét tudjuk leképezni (ld. Ewald-gömb, Ewald-szerkesztés).

³ Ideálisan vékony minta esetében a Friedel-párok identikusak, ezért a relatív intenzitásviszonyokból a kristály Laue-csoportját tudjuk meghatározni



1. ábra: Az ábra felső részén a reciprokrácsot láthatjuk, ahol a zónatengely szerinti döntési sorozattal a reciproktér metszeteit tudjuk leképezni⁴. Alul pedig egy választott tengely mentén döntött minta orientált diffrakciós képeit láthatjuk. A diffrakciós képek közötti döntési szögeket az ábra alsó részén tüntettük fel.

A reciprokrács inverz Fourier-transzformáltja a sűrűségfüggvény ($\rho_{(r)}$ függvény), azaz a valós kristályrács.

$$\begin{aligned}\rho_{(r)} &= \text{FT}^{-1}[F_h] = \\ &= \int F_h \exp[-2\pi i(\mathbf{h} \cdot \mathbf{r})] \quad 2\end{aligned}$$

Ismertnek feltételezve a szórt hullámokat a következőképpen számolhatjuk ki $\rho_{(r)}$ -t:

$$\begin{aligned}\rho_{(r)} &= \sum F_h \exp[-2\pi i(\mathbf{h} \cdot \mathbf{r})] = \\ &= \sum |F_h| \cdot \cos[2\pi(\mathbf{h} \cdot \mathbf{r}) - \varphi_h] \quad 3\end{aligned}$$

A képletben szerepel a szórt hullámok amplitúdója ($|F_h|$) és fázisa (φ_h). A rögzített diffrakciós képen a szórt hullámoknak csak az intenzitását, azaz amplitúdójuk négyzetét ($I_h = |F_h|^2$) tudjuk mérni, tehát a hullám fázisát nem.⁵ Ezt nevezzük *fázisproblémának*. Az ismeretlen mennyiség (r_j -atom pozíciók) a trigonometrikus függvény argumentumában van. Azonban a fenti egyenletből felépített nem-lineáris egyenletrendszereket nem lehet megoldani analitikai úton, még akkor sem, ha az ismert összefüggések messze meghaladják az ismeretlenek számát. A szerkezetek megfejtésére a nem-lineáris egyenletrendszereken keresztül csak akkor van lehetőség, ha van már egy kezdeti modellünk.

⁴ Az Ewald-gömb sugara elektrondiffrakció során 1-2 nagyságrenddel nagyobb, mint röntgendiffrakció során. Ebből kifolyólag ábrázoltuk síkként a reciprokrácsot viszonyítva kis görbületű gömbfelületet az ábrán.

⁵ HRTEM képek megfelelő korrekciója után kapott vetített töltéssűrűség függvényből/képből/térképből mérhetők a fázisok.

2.2. DIREKT MÓDSZEREK

Az első, mért intenzitásokon alapuló szerkezet-meghatározások sikeréhez számos korábbi meghatározó felfedezés is hozzájárult.

- 1895 – W.C. Röntgen, X-sugárzás felfedezése (1901. Nobel-díj)
- 1912 – Max von Laue, P. Knipping és W. Friedrich; első röntgendiffrakciós kísérlet (1914. Nobel-díj)
- 1914 – W.H. Bragg és W.L. Bragg, diffraktométer és Bragg-egyenlet (1915. Nobel-díj)
- 1927 – első elektrondiffrakciós kísérlet - C.H. Davisson és L.H. Germer (Bell Laboratórium) és G.P. Thomson (Aberdeeni Egyetem) - de Broglie-féle hullám-részecske kettősség elméletének (1924) első két kísérleti bizonyítéka
- 1931 – első transzmissziós elektronmikroszkóp - E. Ruska és M. Knoll (E. Ruska – 1986. Nobel-díj)
- 1930-40-es évektől – első kristályszerkezet-meghatározások

Nem sokkal az első sikeres röntgendiffrakciós kísérlet után (kalkantit diffrakciós képe) már az 1930-as évektől kezdve dolgoztak azon, hogy amplitúdó adatkészletből hogyan lehet fázisok közötti összefüggéseket kinyerni. A felismert matematikai összefüggéseket összefoglalóan *direkt módszereknek* nevezzük. Nevüket onnan kapták, hogy a „vektor-módszerekkel” ellentétben nincs szükség a szerkezetről előzetes ismeretekre, az „direkt” meghatározható a szórt hullámok mérhető amplitúdóiból. A következő részben igen röviden áttekintjük a direkt módszerek legfontosabb alapelemeit fontosabb levezetések nélkül.

A szórt hullámok fázisát diffrakciós technikával nem tudjuk mérni (ld. fázisprobléma). A direkt módszerek lényege, hogy az amplitúdók ($|F|$) ismeretéből kiindulva fázisok (φ) közötti összefüggéseket állítson fel, amelyekből egyedi fázisokat lehet kiszámolni. A cél az, hogy viszonylag gyorsan, ön-konzisztens fáziskombinációkat találjunk, melyek között a helyes megoldáshoz legközelebbi is megtalálható. Ezen matematikai összefüggések kidolgozásához csak általános elvekből származó *a priori* információkat használtak fel határfeltételként. Ezek közül néhányat említünk:

- 1) *atomicitás*: A szórás atomokon jön létre, ezért a kiszámolt sűrűségfüggvénynek is „atomosnak” kell lennie: a csúcshullámok elektronok sűrűség maximumoknak atomi helyekkel kell megfelelniük.
- 2) *elemi cella sűrűsége*: Az elemi cella nagy részében a sűrűség ($\sim$) zérus, ami az atomok közötti helyeknek feleltethető meg.
- 3) *pozitivitás*: a sűrűségfüggvény sehol sem negatív ($\rho(r) \geq 0$).

A direkt módszerek legfontosabb mérföldkövei a következők (a módszerek lényegét, és gyakorlati alkalmazásukat jelen cikkben, annak célszerű rövide/sűrűsége miatt, itt nem részletezzük.): Sayre-egyenlet (triplet reláció) [3], Karle-Hauptman-determináns [4], tangens formula [4], valószínűségi elméletek és relációk [5,6], szummanégyzet formula [7], kvartet formula [7], szerkezeti invariánsok és szemiinvariánsok felírása [8], „reprezentációs” módszerek (többek között: [9,10])⁶.

A szerkezet-meghatározás lényege, hogy egy jó kiinduló fáziskészletet kapjunk. Az így kapott (számolt szerkezet) közelíti a valóságot, de lehetnek kisebb-nagyobb eltérések (hiányzó atomok, felesleges atomok, atomok felcserélődése, helytelen atompozíciók, stb.). Ez után következik a szerkezet finomítása, mely során az előzetes szerkezetünk meghatározását befejezzük (hiányzó atomok keresése, felesleges atomok törlése, atompozíciók és egyéb paraméterek finomítása, stb.).

A szerkezetfinomítás módszerének alapja, hogy a legkisebb négyzetösszeg módszer alapján minimalizáljuk a mért amplitúdók (F_o) és a szerkezetből (x,y,z, U) kalkulált amplitúdók (F_c) közötti különbséget. A finomítás, és egyben szerkezetünk minőségének mutatói mindig erre a különbségre vonatkoznak. Az egyik legfontosabb mutató az R_1 , jósági tényező (*residual/reliability factor*), amit a következőképp számolunk:

$$R = \frac{\sum |F_{obs}| - |F_{calc}|}{\sum |F_{obs}|} \quad 4$$

Minél jobban közelítik a kristályszerkezeti modellünkben számolt értékek a mért értékeket, annál kisebb lesz a jósági tényező (R).

A jósági tényezőn kívül számos statisztikai mutató létezik még, amelyek indikátorai számolt kristályszerkezetünk jóságának. A statisztikai változókat relatív intenzitás vagy fölbontás szerinti reflexiócsoportokra is érdemes kiszámolni, melyekből hasznos következtetéseket lehet levonni, hibákat lehet kiszűrni.

Szerkezet-meghatározáshoz szükséges, ún. bemenő adatok a szórt hullámok intenzitásai (I_{hkl}) és a mért kémiai összetétel (at.%), tércsoport.

⁶ Nem soroljuk a direkt módszerek közé a *charge flipping* algoritmust [11,12], de hatékonysága és hazai vonatkozása miatt említést érdemel. A *charge flipping* algoritmus igazi *ab initio* szerkezetmeghatározó módszer. Elektrondiffrakciós adatokon alapuló szerkezetmeghatározáshoz azonban ma csak magas szimmetriájú kristályok esetében alkalmazható.

Egykristály-röntgendiffrakciós szerkezet-meghatározást a következő paraméterekkel szokás elfogadhatónak venni: (IUCr alapján)

Reflexiók periódusértékeinek (d_{hkl}) felbon-
tása: 0.08 nm

R1 < 5-6%

Az elektrondiffrakción alapuló szerkezet-meghatározásban elfogadott statisztikai mutatók egy nagyságrenddel nagyobbak, R1 ~ 20-38 % körül már elfogadhatónak tartjuk a meghatározott és finomított szerkezetet.

2.3. DINAMIKUS SZÓRÁS

Röntgendiffrakció során az egyszerűen, rugalmasan szórt fotonok aránya a gerjesztő sugárhoz képest kicsi (~1%), így a többszörös (dinamikus) szórási valószínűsége még kisebb lesz. Így láthatjuk, hogy a röntgendiffrakciós szerkezet-meghatározásnál a többszörös szórási nem játszik döntő szerepet. Nem így van ez elektronok diffrakciójánál, ahol az anyag-elektron kölcsönhatás sokkal intenzívebb. Az egyszerűen szórt elektronok valószínűsége/mennyisége a szórást nem szenvedettekhöz képest ~1/6. Így a többszörös szórási is jelentőséget kap. Az egyszer diffraktált nyalábok a kristályban tovahaladva újra szóródnak. Ezt úgy képzelhetjük el, mintha a diffraktált nyaláb, mint direkt/gerjesztő sugár halad tovább, és újra diffraktál. Így a mért intenzitás nem lesz arányos az amplitúdó négyzetével ($I_h^{obs} \neq |F_h|^2$).

A dinamikus szórási kép leírására, diffraktált intenzitások számítására két módszer van: 1) a „multislice” közelítés [14,15] és 2) a Bloch-hullám elmélet [16,17]. A „multislice” módszernél a szórt hullámfüggvényt a minta minden, néhány Å vastagságú szeletére kiszámolják (numerikusan integrálással). A Bloch-elmélet a Schrödinger-egyenlet nagy energiájú elektronokra számolt megoldásán alapszik.⁷

Az egyszerűen és a többszörösen szórt hullámok arányát a következő tényezők jelentősen befolyásolják:

- a kristály vastagsága (t); a vastagság csökkenésével a többszörös szórási valószínűsége csökken;
- alkalmazott gyorsítófeszültség; a gyorsítófeszültség növelésével a hullámhossz csökken, és a dinamikus szórási valószínűsége is csökken;

⁷ A Bloch-hullám egy periodikus potenciálban tartózkodó részecske állapotát leíró hullámfüggvény, mely egy síkhullám (bejövő sugárzás) és egy periodikus függvény (a kristály potenciáltere) szorzataként áll elő. A függvény periodicitása megegyezik a potenciál periodicitásával. Ezen elmélet alapján is számolják a dinamikus szórást

- kisszögű döntés; a kristály orientált helyzetéhez viszonyított kis szögű döntésével a lehetséges többszörös diffrakciós sugárutak száma csökkenni fog.

Ezen kísérleti körülmények azonban nem mindig érhetők el, és láthatjuk, hogy a többszörös szórási mekkora problémát jelent elektrondiffrakciónál. Már igen korán megfogalmazódott az igény egy olyan módszerre, amivel a dinamikus szórási erősen redukálható. Precessziós technikával ez megvalósítható.

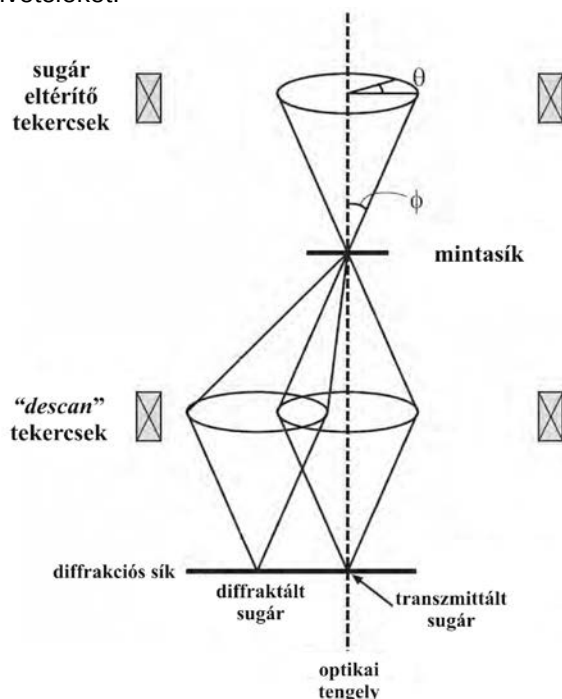
2.4. PRECESSZIÓS ELEKTRONDIFFRAKCIÓ (PED)

A precessziós elektrondiffrakciós technikát Vincent és Midgley (Bristol, UK, 1994, [1]) dolgozta ki/fedezte fel. A technika a konvergens sugaras elektrondiffrakcióból nőtt ki.⁸ A módszer gyakorlati alkalmazására (azaz TEM-ben való kiépítésére) majd egy évtized után került sor egyszerre több helyen: az Oslo Egyetemen [18,19], Bolognában [18,19] és a Northwestern Egyetemen („L. Marks Group”, [22]). A precessziós technika (hardver és szoftver) kommercializálását a NanoMEGAS cég indította el 2004 után Spinning Star, majd Digistar néven.

A precessziós elektrondiffrakciós technikát az 2. ábra szemlélteti. Az ún. deflektorokkal az elektronsugarat egy kis nyílásszögű (0–3°) – csúcsával a vizsgált területet érő – kúpfelület mentén ~100 Hz-cel precesszáljuk, mely kúpnak a tengelye megegyezik a mikroszkóp optikai tengelyével. A direkt és diffraktált nyalábokat így nem egy-egy pontba, hanem körökbe képeznénk le, azonban más deflektorokkal mindezt korrigálni tudjuk, így a diffrakciós síkban továbbra is pontszerű reflexiókat kapunk. Döntött sugárral a lehetséges többszörös szórási vektorok száma jelentősen lecsökken, egyszerre mindig csak kevés reflexió lesz (Bragg) diffrakciós helyzetben. A sugár precesszálásával az Ewald-gömb is precesszál, ennek fontos következménye: 1) a reflexiók integrált intenzitását mérhetjük (ha a precesszió szöge nagyobb, mint az adott periodicitáshoz tartozó Bragg-szög); 2) az Ewald-gömb a reciproktér nagyobb térfogatát fogja metszeni, így a precessziós elektrondiffrakciós kép fölbontása nagyobb lesz, mint konvencionális elektrondiffrakció esetén (3. ábra). Zónatengely felőli orientált kristálynál (Laue-orientációkban) a legnagyobb a többszörös szórási valószínűsége (lehetséges többszörös szórási utak száma nagyobb). Így ha még inkább kinematikust közelítő intenzitásokat szeretnénk mérni, akkor érdemes

⁸ Nem melléleg a módszer azonos a Buerger-féle precessziós röntgendiffrakciós technikával, csak itt a kristály helyett az elektronsugarat precesszáljuk.

nem zónatengely felőli, hanem tetszőleges orientációban készíteni precessziós elektrondiffrakciós (PED) felvételeket.



2. ábra: A precessziós elektrondiffrakció sematikus ábrája. Ábra forrása: Own, 2005.

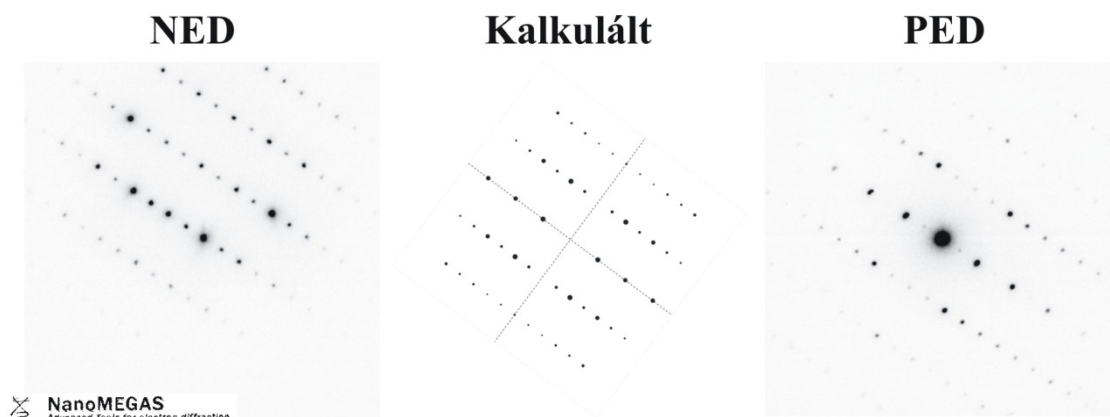
A precessziós elektrondiffrakciós adatok alkalmasak szerkezet-meghatározásra [23], ehhez azonban 3D-s intenzitás-adatkészlet szükséges. PED adatokon alapuló szerkezet-meghatározásra 3 stratégia ismert [24]:

- 1) Több zónatengely felőli PED adatok feldolgozásával.
- 2) Tetszőleges (nem zóna-) tengely körüli döntési sorozattal a reciproktér egy hányada leképezhető, a reciproktér egy hányada rekonstruálható. (diffrakciós tomográfia, ld. 2.6 fejezet)
- 3) Zónatengely felőli PED képek és röntgen-pordiffrakciós mérések kombinációjával

2.5. DIFFRAKCIÓS TOMOGRAFIA

Diffrakciós tomográfiánál az adatgyűjtés lehet automatizált (Mainzi Egyetem, Ute Kolb csoportja), ill. manuális (ME-MTA AKCs. / Bay Z. Kft.). Egy - a mintatartó tengelyével párhuzamos - tengely körül döntjük a mintát és valahány fokként a PED képet rögzítjük. Mintatartótól függően $\pm 70^\circ$ -os döntési tartomány érhető el, azaz a teljes reciproktér (360°) jelentős hányada (280°) képezhető le (4. ábra). A reciproktér rekonstrukcióját és az intenzitás adatkészlet (I_{hkl}) kinyerését rögzített PED felvételek sorozatából az ADT3D szoftver segítségével [25,26] végezhetjük el. A reciproktér rekonstrukciója során a főbb lépések a következők:

- 1) PED képekből (pixel) a 3D-s reciproktér (voxel) rekonstrukciója,
- 2) reflexiók, azaz lokális intenzitásmaximumok keresése,
- 3) elemi cella keresése,
- 4) reflexiók intenzitásának integrálása egy tetszőlegesen választott térfogatban
- 5) $hkl - I_{hkl} - \sigma_{hkl}$ adatok listázása.



3. ábra: A precessziós elektrondiffrakciós (PED) felvétel, jobban közelíti a kinematikus elmélet alapján kalkulált intenzitás-eloszlást, mint a normál elektrondiffrakciós (NED) felvétel. Ábra forrása:

www.nanomegas.com.

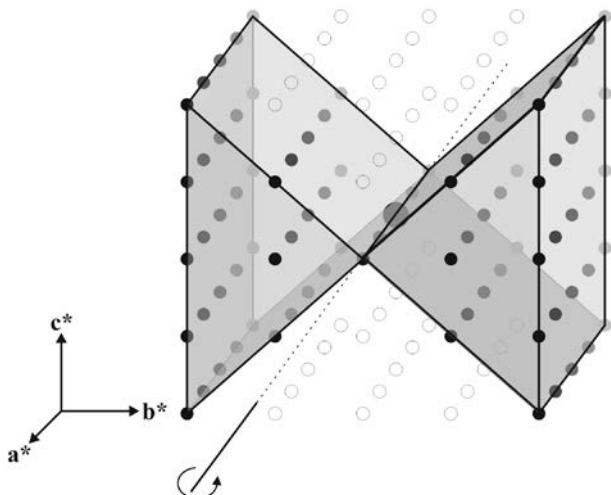
2.6. PRECESSZIÓS ELEKTRONDIFFRAKCIÓS INTENZITÁSOK

Az utóbbi évek egyik központi kérdése: hogyan kezeljük/kezelhetjük a kvázi-kinematikusnak nevezett precessziós elektrondiffrakciós intenzitásokat? Erre három megközelítés van:

- 1) kinematikus közelítés (azaz $I_{(h)} \sim |F_{(h)}|^2$) (*kinematical approximation and refinement*)
- 2) két gerjesztett sugár közelítés (*two-beam dynamical approximation and refinement*) [22,27,28,29,30].
- 3) teljes dinamikus közelítés (*full dynamical approximation and refinement*) [14,15]

1) A kinematikus közelítés azon a feltételezésen alapszik, hogy a PED intenzitások kinematikus szórás eredményei. Ez az alapfeltevés nem elégséges közelítése a mért intenzitásoknak [29,18,31], azonban gyakran eredményez stabil/konvergens szerkezet-meghatározást és -finomítást. A finomított paraméterek hibái nem vagy igen rosszul becsülhetők. Mindemellett az elmúlt években számos szerkezet-meghatározás született kinematikus finomítást alkalmazva [32,33,34,23,35,36,37,38,39].

2) 3) A precessziós elektrondiffrakciós intenzitások eme két közelítése a szerkezet-meghatározás gyakorlatában nem terjedt el a módszerek számolásigénye és bonyolultsága miatt. Palatinus *et al.* (2013) [31] az első ilyen munka. Szerkezet-meghatározásaink során mi kinematikus közelítést alkalmaztunk.



4. ábra: Az ábra a diffrakciós tomográfia módszert szemlélteti. Egy tetszőlegesen választott tengely körül döntjük a kristályt és 1°-onként rögzítjük a diffrakciós képet. Tomográfias mintatartóval $\pm 70^\circ$ -os döntési tartomány érhető el, így a reciproktér jelentős hányada feltérképezhető. Megjegyzés: Az ábrán az egyszerűség kedvéért kis indexű tengely körüli döntési sort ábrázoltunk.

2.7. SZERKEZET-MEGHATÁROZÁS A GYAKORLATBAN - ESETTANULMÁNY

E fejezetben szeretnénk bemutatni, hogy a fent vázolt módszer és mérés technika ma a gyakorlatban kivitelezhető az egyetem Elektronmikroszkópos Laboratóriumában. Példaként a kaoliniten végzett szerkezet-meghatározásunk eredményeit mutatjuk be [40]. (Két különböző Ag-Cu-Zr ötvözetben végzett szerkezet-meghatározásunk publikálás alatt van.)

A kaolinit egy legfeljebb mikron-, inkább szubmikrométeres, $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ összetételű agyagásvány, melynek kitüntetett szerepe van nem csak a talajtanban és a geológiában, hanem az iparban is: a kerámia- és papírgyártás egyik alapanyaga, nanokompozitok alkotórésze. A kaolinit szerkezete főként röntgen-pordiffrakciós munkák [41,42] és molekuladinamikai számítások alapján [43,44] ismert. A pordiffrakciós adatok értékelhetőségét nehezíti, hogy számos politípjé és polimorfja létezik.

A kaolinit, mint rétegszilikát, Al-központú oktaéderek és szilikát tetraéderek alkotta rétegekből épül fel. Az $[\text{SiO}_4]^{4-}$ tetraéderek három csúcsukon kapcsolódva gyűrűt és azok kapcsolódásával egy réteget formálnak. Az él-él kapcsolódású oktaéderek szintén egy réteget formálnak. A tetraédes és az oktaédes rétegek közös oxigénnel kapcsolódnak egymáshoz (5. ábra). Az oktaéderek négy csúcsa hidroxil.

Célunk volt Mádról gyűjtött kaolinit egykristály szerkezetének meghatározása a fent ismertetett precessziós elektrondiffrakciós technikával (PED, [1,45]) kombinált diffrakciós tomográfiával, mely a Miskolci Egyetem Elektronmikroszkópos Laboratóriumában elérhető. Egyúttal tesztelni akartuk, hogy az alkalmazott technika alkalmas-e az elektronsugár alatt viszonylag könnyen átalakuló kaolinit szerkezetének meghatározására.

2.7.1 KÍSÉRLETI KÖRÜLMÉNYEK ÉS EREDMÉNYEK

Vizes szuszpenzióból szénhátyára preparált mádi kaolinit egykristályról a precessziós elektrondiffrakciós adatokat egy FEI Tecnai G^2 (X-Twin) transzmissziós elektronmikroszkóppal (CeB_6 katód, 200 kV gyorsítófeszültség) gyűjtöttük. A diffrakciós felvételek 1° -os precessziós szöggel készültek 90° -os döntési tartományban 1° -os lépésszögenként. A felvételeket Eagle CCD kamerával rögzítettük (2048 x 2048 px; 1px = 33.333 μm , 16bit). A reciproktér rekonstrukciója után (ADT3D) 428 ($\geq 4 \sigma$) reflexió került integrálásra és indexelésre 0.08 nm-es felbontási határig. A diffrakciós adatgyűjtés során a kristály nem káros-

dott (nem érte kontamináció, a kristály nem amorfizálódott, nem bomlott).

Kioltási szabályok alapján ($h+k=2n$) megállapítottuk, hogy a vizsgált kaolinit egykristály C-centrált. A mádi kaolinit szerkezet-meghatározását a következő pszeudo-monoklin elemi cellában végeztük: $a_0=0.521(1)$ nm, $b_0=0.912(2)$ nm, $c_0=0.748(2)$ nm, $\alpha=88.7(2)^\circ$, $\beta=104.2(2)^\circ$, $\gamma=90.3(2)^\circ$ nem-konvencionális C1 tércsoportban. A szerkezet meghatározását SIR2011, míg annak finomítását SHELXL97 programmal végeztük ($R_1=0.215$, $wR_2=0.509$, 234 szimmetria-független reflexióval). A szerkezet-meghatározás és -finomítás részleteit az 1. táblázat foglalja össze. Az atomkoordinátákat a 2. táblázat tartalmazza. A mádi kaolinit tetraéder-gyűrűi nem tökéletesen hatszögesek, hanem ditrigonálisak. A tetraéderek rotációs szögei a hatszöges gyűrűhöz képest 4.0° - 6.4° tartományban változnak, 5.2° -os átlaggal (5. ábra).

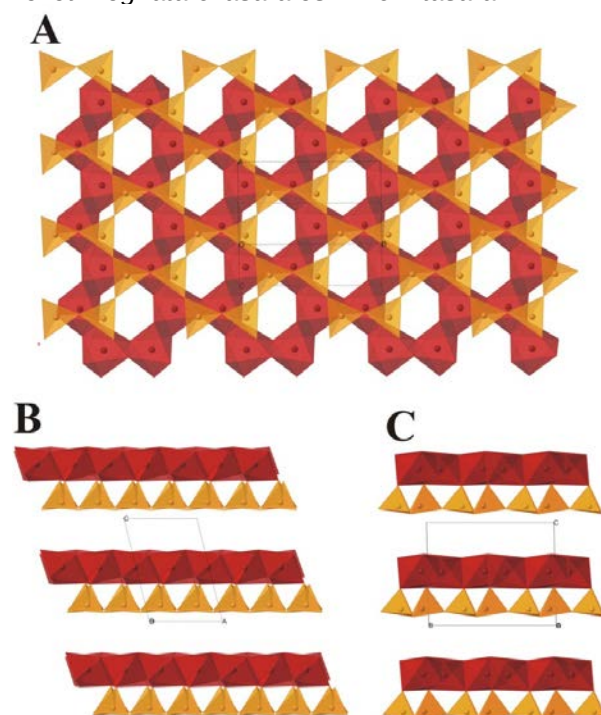
Képlet:	$\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$
Tércsoport:	C 1
a_0	$5.21(1) \text{ \AA}$
b_0	$9.12(2) \text{ \AA}$
c_0	$7.48(4) \text{ \AA}$
α	$88.72(20)^\circ$
β	$104.18(20)^\circ$
γ	$90.24(20)^\circ$
V	$345.0(30) \text{ \AA}^3$
Z	2
Hullámhossz:	$0.025 \text{ \AA}$
Hőmérséklet:	293 K
Mért reflexiók száma:	428
Szimmetria független reflexiók száma:	234
Felbontás:	$0.8 \text{ \AA}$
Teljesség (completeness) %	47.6
Rint	0.0
Finomítás F2-en volt	
R_1	0.215
wR^2	0.509
Goodness-of-fit (S):	5.18
Paraméterek száma:	53
Megkötések száma:	0

1. táblázat. A mádi kaoliniten végzett szerkezet-meghatározás és -finomítás részletei.

	x	y	z	U_{eq}
Si1	0.192(3)	0.049(2)	0.162(5)	0.026(5)
Si2	0.206(3)	-0.2854(19)	0.157(4)	0.023(5)
Al1	0.487(3)	-0.453(2)	0.526(4)	0.020(5)
Al2	0.490(3)	-0.116(2)	0.521(5)	0.019(4)
O1	0.320(3)	-0.282(2)	0.360(5)	0.005(4)
O2	0.669(4)	-0.267(3)	0.660(6)	0.019(5)
O3	0.722(4)	-0.603(3)	0.654(6)	0.020(6)
O4	0.228(4)	-0.124(3)	0.132(6)	0.015(5)
O5	0.242(7)	-0.475(5)	0.697(10)	0.047(9)
O6	0.415(4)	0.131(3)	0.110(6)	0.025(6)
O7	-0.103(4)	0.118(3)	0.083(6)	0.026(7)
O8	0.751(3)	-0.486(2)	0.371(4)	0.006(4)
O9	0.281(4)	-0.601(3)	0.432(5)	0.019(6)

2. táblázat: A mádi kaolinit finomított atomkoordinátái.

Röviden összefoglalva megállapíthatjuk, hogy a diffrakciós tomográfiával kombinált precessziós elektrondiffrakció alkalmasnak bizonyult szubmikrométeres szemcseméretű fázisok (mint például az agyagásványok, vagy ötvözetek) szerkezet-meghatározására és -finomítására.



5. ábra: A mádi kaolinit szerkezeti ábrája poliéderez megjelenítésben. Piros: $[\text{AlO}_2(\text{OH})_4]^{5-}$ oktaéderek; sárga: $[\text{SiO}_4]^{4-}$ tetraéderek. A: [103], B: [010], C: [100] vetületekben.

3. KIEGÉSZÍTÉS

Röviden összefoglaltuk, hogy diffrakciós amplitúdó adatkészletből matematikai úton hogyan

tudjuk rekonstruálni a sűrűségfüggvényt ($\rho(r)$), azaz a kristályszerkezetet. Ez a közelítés feltételezi, hogy egykristályként kezeljük a vizsgált szemcsét. A diffrakció előnye a normál képalkotási módhoz képest, hogy jóval nagyobb felbontás érhető el vele és TEM-ben az objektív lencse aberrációi nem befolyásolják a diffrakciós kép minőségét (fölbontás, intenzitás). Azonban érdemes és célszerű a kapott szerkezeti modellt más módszerekkel is ellenőrizni/tovább vizsgálni. Mint korábban említettük TEM-ben lehetőségünk van a szerkezetünkről kísérleti úton képet készíteni. Nagyfelbontású transzmissziós elektronmikroszkópos (HRTEM) technikával le tudjuk képezni a sűrűségfüggvényünk (azaz a kristályszerkezet) valamilyen felbontású, torzított vetületét. A szférikus aberráció miatt az objektív lencse adott defókusz érték mellett a különböző periodicitásokat különböző átvitelrel (intenzitással és fázissal) képezi le. Az objektív lencse átvitelét az ún. kontraszt-transzfer függvény (CTF) írja le. A CTF függvényt kísérleti úton meg tudjuk határozni. A CTF ismeretében rekonstruálható a vizsgált anyagunk vetített töltéssűrűség függvénye (PCD). A szerkezet teljesebb/pontosabb megismeréséhez célszerű ezeket a technikákat együtt alkalmazni, amennyiben van rá lehetőség.

KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS

Cora Ildikó publikációt megalapozó kutatása a TÁMOP 4.2.4.A/1-11-1-2012-0001 azonosító számú Nemzeti Kiválóság Program – Hazai hallgatói, illetve kutatói személyi támogatást biztosító rendszer kidolgozása és működtetése országos program című kiemelt projekt keretében zajlott. A projekt az Európai Unió támogatásával, az Európai Szociális Alap társfinanszírozásával valósult meg.

A cikkben ismertetett kutató munka infrastrukturális háttere a TÁMOP-4.2.2.A-11/1/KONV-2012-0019 jelű projekt részeként – az Új Széchenyi Terv keretében – az Európai Unió támogatásával, az Európai Szociális Alap társfinanszírozásával valósult meg.

HIVATKOZOTT IRODALOMJEGYZÉK

- [1] Vincent, R. and Midgley, P.A. (1994): Double conical beam-rocking system for measurement of integrated electron diffraction intensities. *Ultramicroscopy* **53**, 271–282.
- [2] Hegman N., Pekker, P., Kristály F., Váczi T. (2011): Nanometrológia, Miskolci Egyetem, p. 310.
- [3] Sayre, D. (1952): The squaring method: a new method for phase determination. *Acta Cryst.* **5**, 60–65.
- [4] Karle, J., Hauptman, H. (1950): The phases and magnitudes of the structure factors. *Acta Cryst.* **3**, 181–187.
- [5] Cochran, W. (1955): Relations between the phases of structure factors. *Acta Cryst.* **8**, 473–478.
- [6] Cochran, W., Woolfson, M.M. (1955): The theory of sign relations between structure factors. *Acta Cryst.* **8**, 1–12.
- [7] Hauptman, H., Karle, J. (1953): Solution of the Phase Problem, 1. The Centrosymmetric Crystal. American Crystallographical Association Monograph No. 3.
- [8] Karle, J., Hauptman, H. (1953): The probability distribution of the magnitude of a structure factor. II. The non-centrosymmetric crystal. *Acta Cryst.* **6**, 136–141.
- [9] Giacovazzo, C. (1977): A general approach to phase relationships: the method of representations. *Acta Cryst.* **A33**, 933–944.
- [10] Giacovazzo, C. (1980): The method of representations of structure seminvariants. II. New theoretical and practical aspects. *Acta Cryst.* **A36**, 362–372.
- [11] Oszlányi, G., Sütő, A. (2004): Ab initio structure solution by charge flipping. *Acta Cryst.* **A60**, 134–141.
- [12] Oszlányi, G., Sütő, A. (2005): Ab initio structure solution by charge flipping. II. Use of weak reflections. *Acta Cryst.* **A61**, 147–152.
- [13] Wilson, J.C. (1942): Determination of Absolute from Relative X-Ray Intensity Data. *Nature* **150**, 105–152.
- [14] Cowley, J.M., Moodie, A.F. (1957): The scattering of electrons by atoms and crystals. I. A new theoretical approach. *Acta Cryst.* **10**, 609–619.
- [15] Self, P.G., O'Keefe, M.A. (1988): Calculation of diffraction patterns and images for fast electrons. In High-Resolution Transmission Electron Microscopy and Associated Techniques, edited by Busek, P.R., Cowley, J.M., Eyring, L., Oxford University Press.
- [16] Bethe, H. (1928): Theorie der Beugung von Elektronen an Kristallen. *Ann. Phys.* **392**, 55–129.
- [17] Humphreys, C.J. (1979): Scattering of fast electrons by crystals. *Rep. Prog. Phys.* **42**, 1825–1887.
- [18] Gjønnes, J., Hansen, V., Berg, B.S., Runde, P., Cheng, Y.F., Gjønnes, K., Dorset, D.L.,

- Gilmore, C.J. (1998): Structure model for the phase Al_mFe derived from three-dimensional electron diffraction intensity data collected by a precession technique. Comparison with convergent-beam diffraction. *Acta Cryst.* **A54**, 306–319.
- [19] Berg, B.S., Hansen, V., Midgley, P.A., Gjønnes, J. (1998): Measurement of three-dimensional intensity data in electron diffraction by the precession technique. *Ultramicroscopy* **74**, 147–157.
- [20] Gemmi, M., Righi, L., Calestani, G., Migliori, A., Speghini, A., Santarosa M., Bettinelli M. (2000): Structure determination of $\varphi\text{-Bi}_8\text{Pb}_5\text{O}_{17}$ by electron and powder X-ray diffraction. *Ultramicroscopy* **84**, 133–142.
- [21] Gemmi, M., Zou, X., Hovmöller, S., Migliori, A., Vennström, M., Anderson Y. (2003): Structure of Ti_2P solved by three-dimensional electron diffraction data collected with the precession technique and high-resolution electron microscopy. *Acta Cryst.* **A59**, 117–126.
- [22] Own, C. S. (2005): System Design and Verification of the Precession Electron Diffraction Technique. *Ph.D. thesis*, Northwestern University, <http://www.numis.northwestern.edu/Research/Current/precession.shtml>
- [23] Rozhdestvenskaya, I., Mugnaioli, E., Czank, M., Depmeier, W., Kolb, U., Reinholdt, A., Weirich, T. (2010): The structure of charoite, $(\text{K},\text{Sr},\text{Ba},\text{Mn})_{15}\text{-}_{16}(\text{Ca},\text{Na})_{32}[(\text{Si}_{70}(\text{O},\text{OH})_{180})](\text{OH},\text{F})_{4.0}\cdot n\text{H}_2\text{O}$, solved by conventional and automated electron diffraction. *Mineral. Mag.* **74**, 159–177.
- [24] Nicolopoulos, S., Bultreys, D. (2011): Precession electron diffraction and TEM applications. 43rd Electron Crystallography New Methods to Explore Structure and Properties of the Nano World, Erice Book
- [25] Kolb, U., Gorelik, T., Kübel, C., Otten, M.T. and Hubert, D. (2007): Towards automated diffraction tomography: Part I—Data acquisition. *Ultramicroscopy* **107**, 507–513.
- [26] Kolb, U., Gorelik, T. and Otten, M.T. (2008): Towards automated diffraction tomography. Part II—Cell parameter determination. *Ultramicroscopy* **108**, 763–772.
- [27] Hirsch, P., Howie, A., Nicholson, R., Pashley, D., Whelan, M. (1977): Electron Microscopy of Thin Crystals. Robert E. Krieger, Florida
- [28] Spence, J., Zuo, J.M. (1992): Electron Microdiffraction. Plenum Press, New York
- [29] Sinkler, W., Own, C.S., Marks, L.D. (2007): Application of a 2-beam model for improving the structure factors from precession electron diffraction intensities. *Ultramicroscopy*, **107**, 543–550.
- [30] Sinkler W., Marks L.D. (2010): Characteristics of precession electron diffraction intensities from dynamical simulations. *Z. Kristallogr.* **225**, 56–66.
- [31] Palatinus, L., Jacob, D., Cuvillier, P., Klementová, M., Sinkler W., Marks, L. D. (2013): Structure refinement from precession electron diffraction data. *Acta Cryst.* **A69**, 171–188.
- [32] Mugnaioli, E., Kolb, U. (2013): Applications of automated diffraction tomography (ADT) on nanocrystalline porous materials. *Microporous and Mesoporous Materials* **166**, 93–101.
- [33] Hadermann, J., Abakumov, A.M., Tsirlin, A.A., Filonenko, V.P., Gonnissen, J., Tan, H., Verbeeck, J., Gemmi, M., Antipov, E.V., Rosner H. (2010): Direct space structure solution from precession electron diffraction data: Resolving heavy and light scatterers in $\text{Pb}_{13}\text{Mn}_9\text{O}_{25}$. *Ultramicroscopy* **110**, 881–890.
- [34] Birkel, C. S., Mugnaioli, E., Gorelik, T., Kolb, U., Panthoefer, M., Tremel, W. (2010): Solution Synthesis of a New Thermoelectric Zn_{1+x}Sb Nanophase and its Structure Determination Using Automated Electron Diffraction Tomography. *J. Am. Chem. Soc.* **132**, 9881–9889.
- [35] White, T.A., Sergio Moreno, M., Midgley, P.A. (2010): Structure determination of the intermediate tin oxide Sn_3O_4 by precession electron diffraction. *Z. Kristallogr.* **225**, 56–66.
- [36] Gemmi, M., Klein, H., Rageau, A., Strobel, P., Le Cras, F. (2010): Structure solution of the new titanate $\text{Li}_4\text{Ti}_8\text{Ni}_3\text{O}_{21}$ using precession electron diffraction. *Acta Cryst.* **B66**, 60–68.
- [37] Gemmi, M., Campostrini, I., Demartin, F., Gorelik, T.E., Gramaccioli, C.M. (2012): Structure of the new mineral sarrabusite, $\text{Pb}_5\text{CuCl}_4(\text{SeO}_3)_4$, solved by manual electron-diffraction tomography. *Acta Cryst.* **B68**, 15–23.
- [38] Palatinus, L., Klementova, M., Drinek, V., Jarosova, M., Petricek, V. (2011): An Incommensurately Modulated Structure of

- η' -Phase of Cu_{3+x}Si Determined by Quantitative Electron Diffraction Tomography. *Inorg. Chem.* **50**, 3743–3751.
- [39] Klein, H. (2011): Precession electron diffraction of Mn_2O_3 and $\text{PbMnO}_{2.75}$: solving structures where X-rays fail. *Acta Cryst. A* **67**, 303–309.
- [40] Cora, I., Dódony, I., Pekker, P., (2014): kaolinit
- [41] Bish, D.L., Von Dreele, R.B. (1989): Rietveld refinement of non-hydrogen atom positions in kaolinite. *Clays and Clay Minerals* **37**, 289–296.
- [42] Neder, R.B., Burghammer, M., Grasl, T.Z., Schulz, H., Bram, A., Fiedler, S. (1999): Refinement of the kaolinite structure from single-crystal synchrotron data. *Clays and Clay Minerals* **47**, 487–494.
- [43] Hobbs, J.D., Cygan, R.T., Nagy, K.L., Schultz, R.A., Sears, M.P. (1997): All-atom ab initio energy minimization of the kaolinite crystal structure. *American Mineralogist* **82**, 657–662.
- [44] Benco, L., Tunega, D., Hafner, J., Lischka, H. (2001): Orientation of OH groups in kaolinite and dickite: Ab initio molecular dynamics study. *American Mineralogist* **86**, 1057–1065.
- [45] Avilov, A., Kuligin, K., Nicolopoulos, S., Nickolskiy, M., Boulahya, K., Portillo, J., Lepeshov, G., Sobolev, B., Collette, J.P., Martin, N., Robins, A.C. and Fischione, P. (2007): Precession technique and electron diffractometry as new tools for crystal structure analysis and chemical bonding determination. *Ultramicroscopy* **107**, 431–444.

MÁRVÁNY DERÉKSZÖGŰ CSATLAKOZÁSOK MECHANIKAI VISELKEDÉSÉNEK VIZSGÁLATA INNOVATÍV KÍSÉRLETI TECHNIKÁKKAL

THE MECHANICAL RESPONSE OF MARBLE EPISTYLES STUDIED WITH THE AID OF INNOVATIVE EXPERIMENTAL TECHNIQUES

KOURKOULIS^{1*} S. K., PASIOU¹ E. D., I. STAVRAKAS², HLOUPIS² G., TRIANTIS² D.

Kulcsszavak: márvány, csatlakozások, tradicionális és innovatív kísérleti technikák

Keywords: marble, epistyles, traditional and innovative techniques

ABSTRACT

An experimental protocol is presented aiming at the description of the mechanical behaviour and fracture of interconnected epistyles under shear loading. The originality of the study lies in the fact that a novel measuring/sensing system was improvised consisting of both traditional and innovative techniques, permitting (among others) pumping of data from the interior of the specimens rather than from its surface exclusively. It was concluded that both premature and final fractures follow precursor signals detected by both the Pressure Stimulated Currents and the Acoustic Emissions recorded by the constituent elements of the measuring/sensing system used.

ÖSSZEFOGLALÁS

Egy olyan kísérleti elrendezést mutatnak be, melynek segítségével vizsgálták a nyíró terhelésnek alávetett sarok csatlakozások mechanikai és törési viselkedését. A vizsgálatok újszerűsége abban áll, hogy egyidejűleg alkalmazták a tradicionális és innovatív technikákat, megvalósítva azt, hogy nemcsak a felületről, hanem az anyag belsejéből nyertek adatokat. Megállapították, mind a törést megelőző, mind pedig a végső törési folyamatot mind a nyomás okozta áram, mind pedig az az akusztikus emisszió jelei rögzíthetők voltak a használt mérő/érzékelő elemekkel.

1. INTRODUCTION

Most of ancient Greek temples are stone monuments with dry joints. The Parthenon Temple on the Acropolis of Athens, built using marble blocks joined to each other by means of iron connectors, is a typical example. Its epistyles are interconnected by either "I"-shaped connectors (in case of blocks within the same layer) or "dowels" (in case of blocks of sequential layers), as it is shown schematically in Fig.1. The connectors were

placed in grooves (mortises) sculptured in the marble volume. As a final step these grooves were filled with molten lead [1]. In order to describe the all-over mechanical behaviour of such structures one should gain clear insight of the response of these joints to various combinations of mechanical loads.

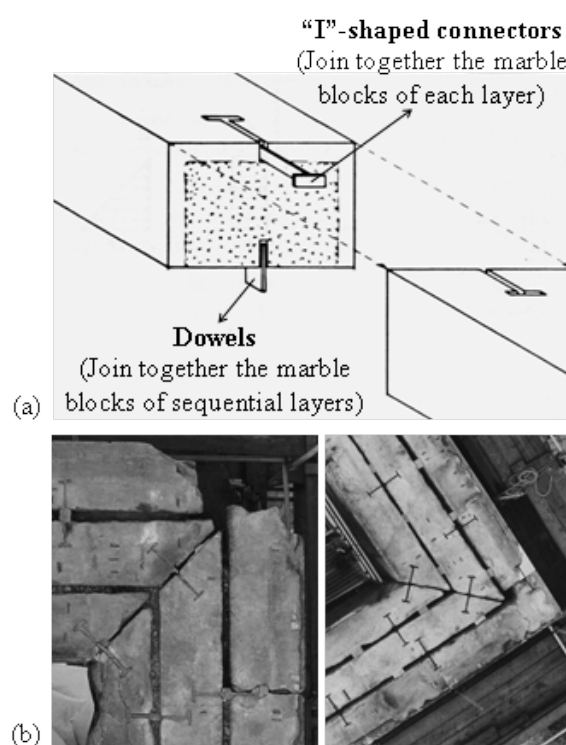


Figure 1: (a) Schematic representation of typical connections of marble blocks.
(b) Epistyles of the Parthenon Temple before and after their restoration.

The Parthenon Temple is under restoration/conservation since the early eighties according to the latest achievements of all scientific branches involved [2]. For the restoration of its epistyles' interconnection the approach adopted by the scientific team responsible for the project (after very lengthy and laborious study [3-5]) is based on the substitution of damaged ancient iron connectors by (geometrical similar) titanium ones [6, 7] while instead of molten lead a suitable mortar is qualified [8-10].

¹ National Technical University of Athens, Dept. of Mechanics, Laboratory of Testing and Materials, Theocaris Bld, Zografou Campus, 157 73, Athens, Greece.

² Technological Educational Institution of Athens, Laboratory of Electrical Characterization of Materials and Electronic Devices, 122 10, Athens, Greece.

* Corresponding author

The study of the mechanical response of the marble-mortar-titanium complex is very complicated since in case of excessive loading failure is expected to start from the interior of the complex, in the immediate vicinity of the corners of the grooves accommodating the metallic element. Pumping experimentally data from these regions is a very difficult laboratory task. It is however imperative to be accomplished, in order to explore the mechanisms leading to premature fracture of the marble body rather than of the metallic reinforcing element (as it is dictated by the "Venice Charter" [11]). Unfortunately traditional experimental techniques (like strain gauges) or even some modern ones (like the Digital Image Correlation - DIC) provide data pumped from the outer surface of the specimens although internal fracture mechanisms, are activated well before any visible phenomena appear on the surface. It is thus necessary to devise novel experimental systems which provide data directly from the interior of the specimens. Such systems are mainly based on detection of elastic waves (acoustic emissions), the electrical resistance variation [12] of the specimen etc. The main limitation is that their data are rather quantitative while a direct correlation with the respective data of traditional techniques is not as yet available.

In this context a combined experimental arrangement is described in the present study providing data from both the interior and the surface of a marble-cement-titanium complex, for

comparison and calibration reasons. The insight gained demonstrated clearly that the innovative experimental techniques used permit the detection of precursor signals designating the onset of processes leading to catastrophic fractures while at the same time the combined use of traditional techniques permits quantification and calibration of the data gathered.

2 MATERIALS, SPECIMENS AND THE EXPERIMENTAL SET-UP

2.1 MATERIALS AND SPECIMENS

For the needs of the experimental protocol specimens were constructed simulating epistyles of ancient stone monuments mutually connected with a metallic "I-shaped" connector and suitable mortar. They were made of Dionysos marble due to the close similarity of its properties [13, 14] with the respective ones of the authentic material of the Temple i.e. Pentelic marble [15, 16]. The specimens were prepared by experienced technicians of the Parthenon work-site. After the two marble blocks (one of dimensions 25x26x20 cm³ and a second one of dimensions 25x33x20 cm³) were prepared a groove of depth equal to 7 cm was sculptured in both blocks, as it shown in Fig.2a. The titanium connector was placed in the groove which was then filled with liquid mortar (Fig.2b). The mortar consisted of one part of white cement and three parts of silica sand. Before tested the specimens were cured for at least 28 days.

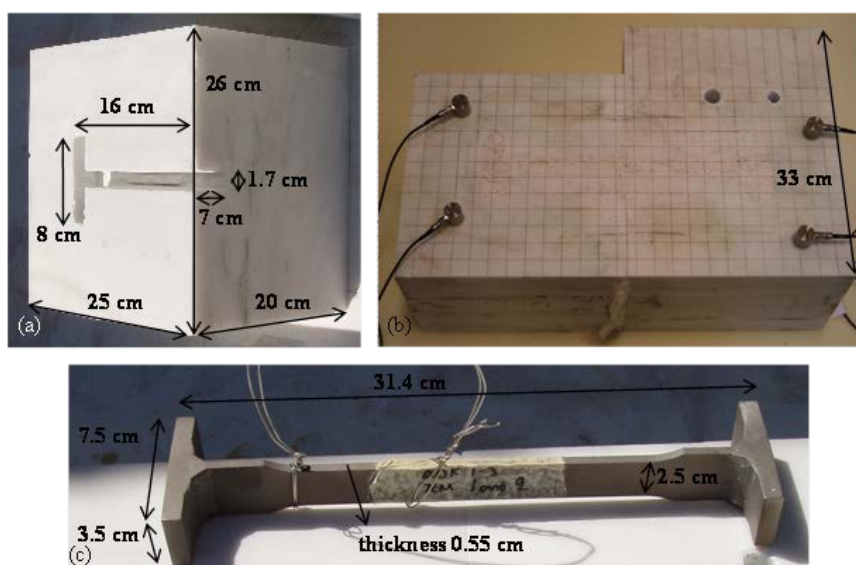


Figure 2: (a) The geometric characteristics of the fixed epistyle and the half groove.
 (b) A typical specimen after its construction.
 (c) A typical "I"-shaped metallic connector.

2.2 THE EXPERIMENTAL SET-UP AND PROCEDURE

Given that the behaviour of connections under direct tension has been already studied [9, 10], the present protocol was focused to their behaviour under pure shear. Indeed in-situ observation of the Parthenon epistyles indicates that a number of them have failed by shear forces as it can be seen in Fig.3. The implementation of shear loading, which is by itself an experimental challenge, was achieved by a properly designed system of gripping and immobilizing devices, limiting to the minimum possible, any parasitic effects. These effects include bending and/or torsional moments which appear inevitably due to the inherent geometric asymmetries of the specimens (recall that the grooves and therefore the position of the connectors are not symmetric with respect to any plane of material symmetry of the complex, Figs.1,2). More specifically, the left epistyle was rigidly clamped on the loading frame by means of a rigid metallic plate, two "Γ" shaped rigid metallic elements and six (three in front of the specimen and three behind the specimen) extremely stiff threaded metallic bars. The loading platen was fixed on the other marble block with the aid of two "Π"-shaped metallic elements. A typical specimen placed on the frame's table is shown in Fig.4.

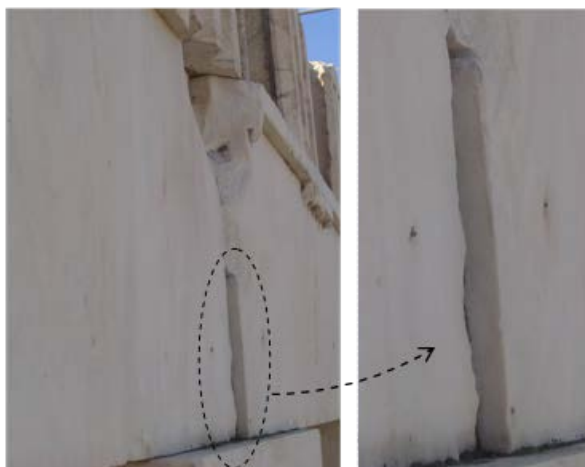


Figure 3: Transverse relative translation of two marble epistyles of the Parthenon Temple.

For the measurement of displacements and also for the detection of various signals from the interior of the specimens a novel complex system was improvised consisting of:

- (a) A set-up permitting detection and measure of weak electrical current emissions (known as Pressure Stimulated Currents - PSC) [12]. For the application of the PSC technique a pair of electrodes was attached on

the front surface of the specimens close to the area where marble's fracture is expected. The electrical current was measured with the aid of a Keithley 6517A electrometer resolving currents as low as 0.1 fA.

- (b) A commercial 8-channel Acoustic Emission (AE) system (Physical Acoustics) permitting fig
- (c) 3-D localization of acoustic events.
- (d) A novel 3-D Digital Image Correlation (DIC) system by Limes.
- (e) Two clip-gauge extensometers measuring the relative displacement of the two blocks of the specimens.
- (f) Four traditional dial gauges measuring parasitic displacements and rotations.

The force was exerted using a stiff 250 kN INSTRON servo-hydraulic loading frame and it was measured with the aid of a 50 kN load cell, calibrated by means of a certified load ring. The experiments were carried under displacement control mode at a rate equal to 0.2 mm/sec.

The constituent elements of this system can be seen in Fig.4.

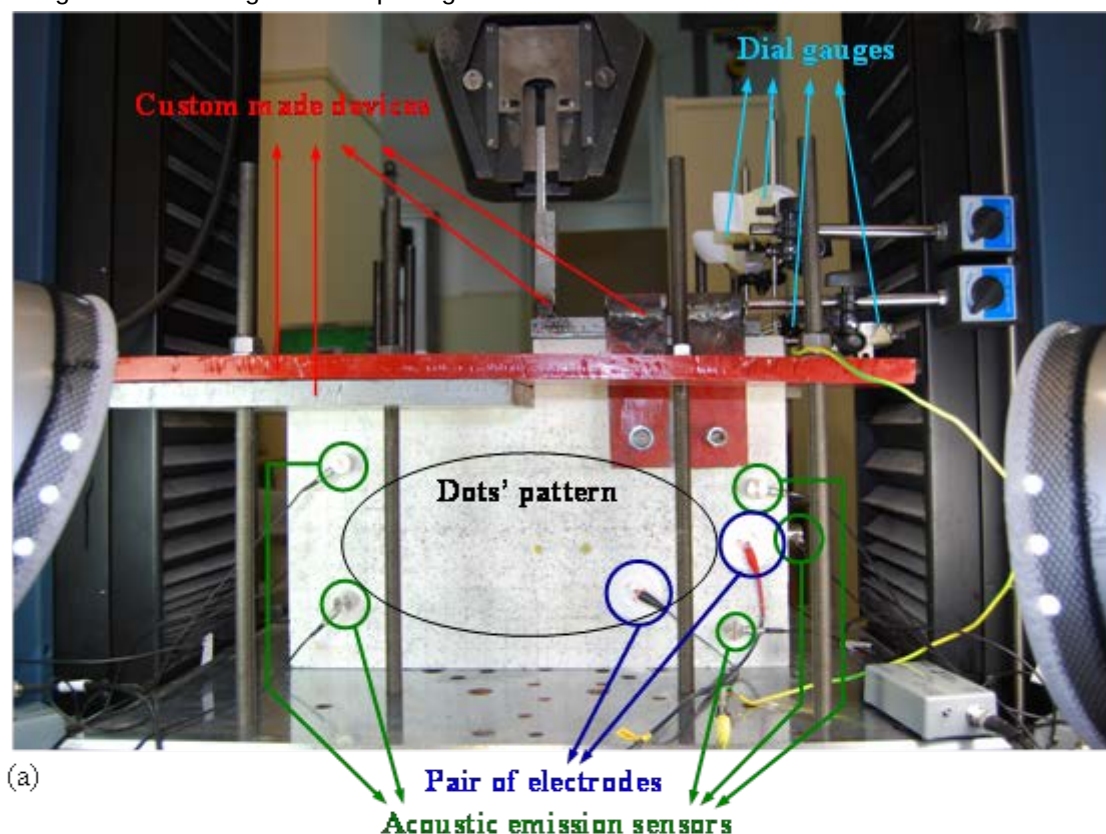
3 EXPERIMENTAL RESULTS

The force induced by the loading frame on a typical specimen is plotted as a function of time in Fig.5. It is seen that after a small non-linear portion of very small slope (due to inevitable bedding errors) the force becomes an almost linear function of time until a limit equal to about 11.0 kN where a sudden load-drop is observed. From this point on the force becomes again a monotonous function of time (or equivalently of the displacement, since the test is under constant displacement control mode), almost linear until a level equal to about 20 kN. Then the force - displacement relation becomes strongly non-linear with gradually decreasing slope until a maximum force equal to 25.5 kN is reached. At this instant the moving marble block is fractured into two pieces as it is shown in Fig.6.

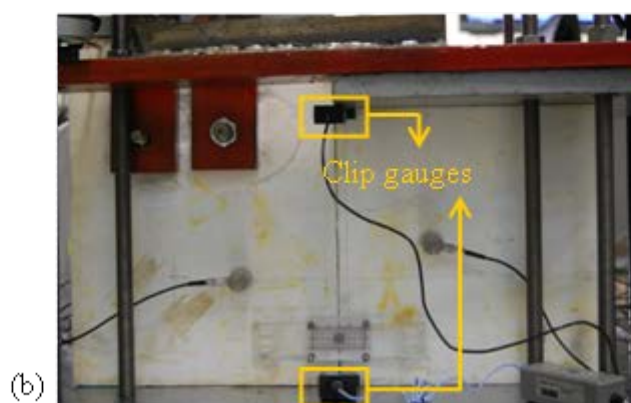
In Fig.5 the time variation of the pressure stimulated current (PSC) is also plotted in juxtaposition to that of the force. It is very interesting to note that a few seconds before the first abrupt load drop the PSC exhibits a significant decrease equal to about 40% of its current value. Then the value of PSC starts increasing according to a monotonous manner until the time instant at which the force-displacement curve starts changing its slope. From this instant on the time-dependence of PSC becomes wavy along an almost horizontal mid-line.

The two clip gauges capture also the results of the early damage mode detected either as load- or PSC-drop at a force level equal to 11.0 kN, as it shown in Figs.6b. In this figure the opening dis-

placement recorded along the interfacial line of the two blocks (see Fig.4b), is plotted against time (or overall vertical displacement).



(a)



(b)

Figure 4: The experimental set-up.

- (a) The dots' pattern for the DIC technique, the acoustic sensors and the electrodes for the PSC technique in the front surface of the specimen are clearly seen.
- (b) The back surface of the specimen with the two clip gauges attached on it and two out of the eight acoustic sensors.

As a next step a 3D-location analysis of the acoustic events was performed. The first acoustic

events appeared at the center of the specimen, in the vicinity of the epistyles' interface. As the force induced is increased the acoustic events in this

area increase while additional events are also detected around the "heads" of the groove (Fig.7a). For an optimum representation of the acoustic events' location to be achieved, the specimen was divided in five parts as it is shown in Fig.7b. The cumulative number of events is plotted in Fig.7c, for each one of all five regions of Fig.7b, in juxtaposition to the respective variation of the force induced by the loading frame. To gain better insight of the cumulative number of events in the four regions surrounding the central one (which are shadowed by the number of events in the central portion of the specimen) they are plotted again in Fig.7d, without the respective variation at the central region. Well before the final fracture, the cumulative number of events at the lower part of

the right epistyle starts exceeding the events at the other three parts. It is noticed that the number of events in all five regions becomes measurable only after the first load- (and PSC-) drop and then their number starts increasing abruptly until the final fracture of the moving block. It is very interesting to observe that as the fracture load level is approached the cumulative number of events at the lower part of the right epistyle (the area where the final catastrophic crack will appear) starts increasing at a higher rate exceeding significantly the events recorded at the other three parts. Moreover it is to be highlighted that the above change of the events accumulation rate at the region of final crack appearance is designated also by the slope-change of the load-displacement curve.

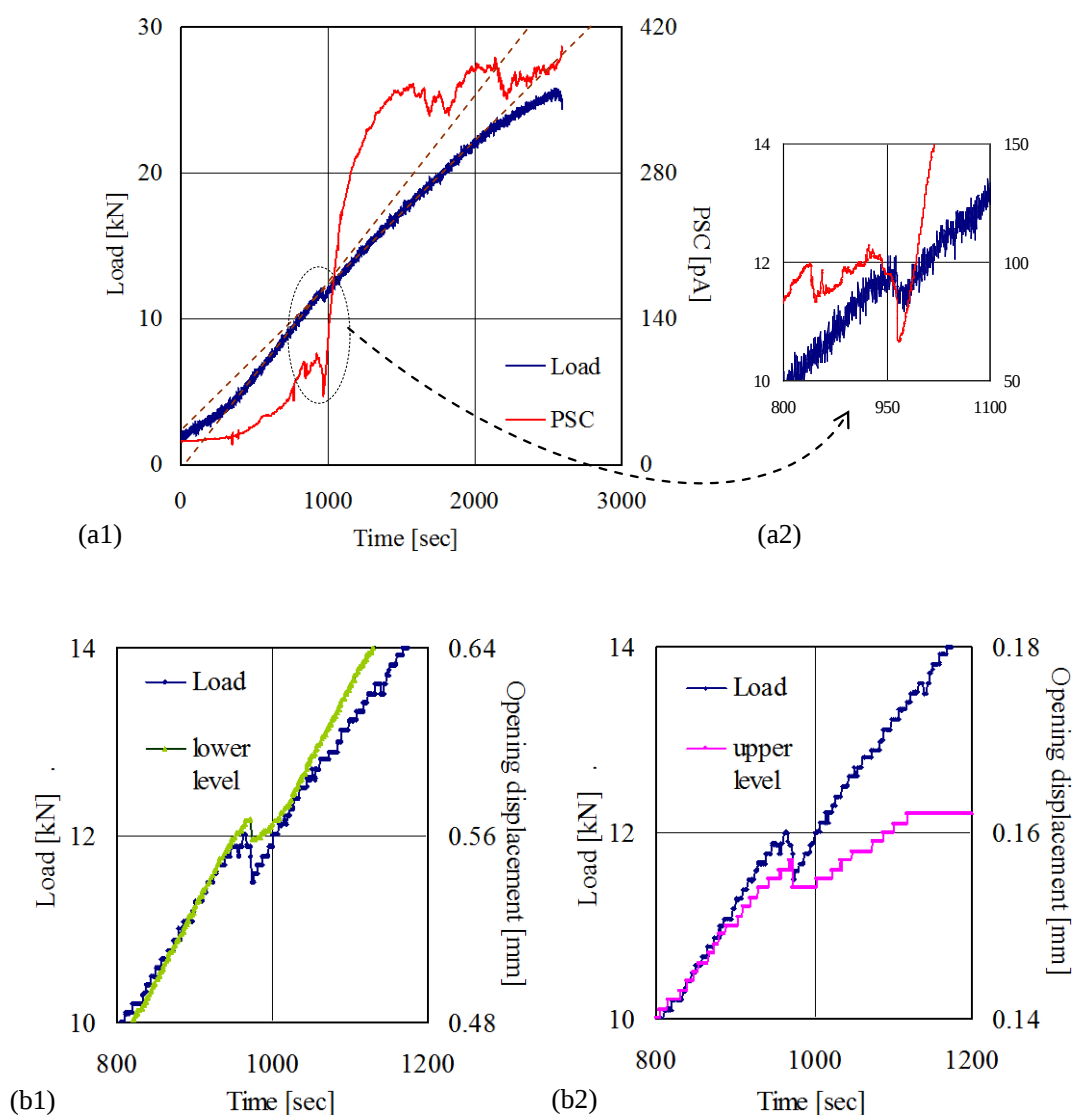


Figure 5: The variation of the load induced in juxtaposition to the electric current produced (a1). The load drop is accompanied by a simultaneous current drop (a2) and an instantaneous closing of the epistyles (b1,b2).

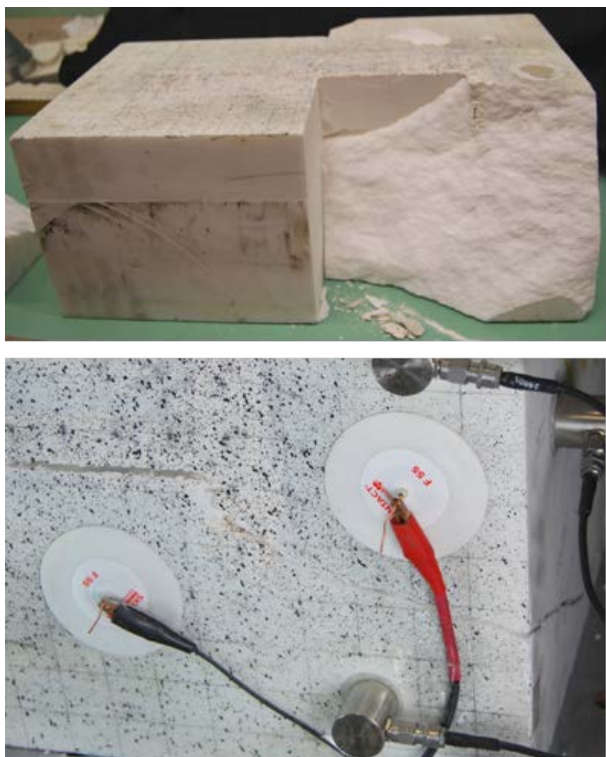


Figure 6: A typical conical fracture of the epistyle.

As far as it concerns the data gathered from the surface of the specimen using the DIC technique their main contribution was the detection and

quantification of parasitic phenomena. In this direction the variation of the displacement field components along the x-axis (the axis of the connector) and y-axis were recorded as functions of time. It was definitely concluded that the right marble block (i.e. the one on which the load is applied) does not behave as a rigid body: Indeed as the load induced increases its right part experiences larger displacement along the y axis while its lower part experiences larger displacement along the x axis. The final distributions of these displacement components can be seen in Fig.8: The development of a parasitic bending moment in the xy-plane is obvious.

The DIC technique was proved very helpful also for the study of the mortar's behaviour around the marbles' interface. Focusing attention at the center of the specimen, two areas of mortar were isolated on both sides of the interface and their displacements along the x axis were plotted versus the force induced in Fig. 9. It is seen that initially (i.e. before the first load drop) the mortar behaves as a rigid body. From this point on it is evident that the mortar splits in two parts which start moving almost independently. The above observation supports the opinion that the first load drop is related to the failure of the mortar, in the region of the specimens' blocks interface.

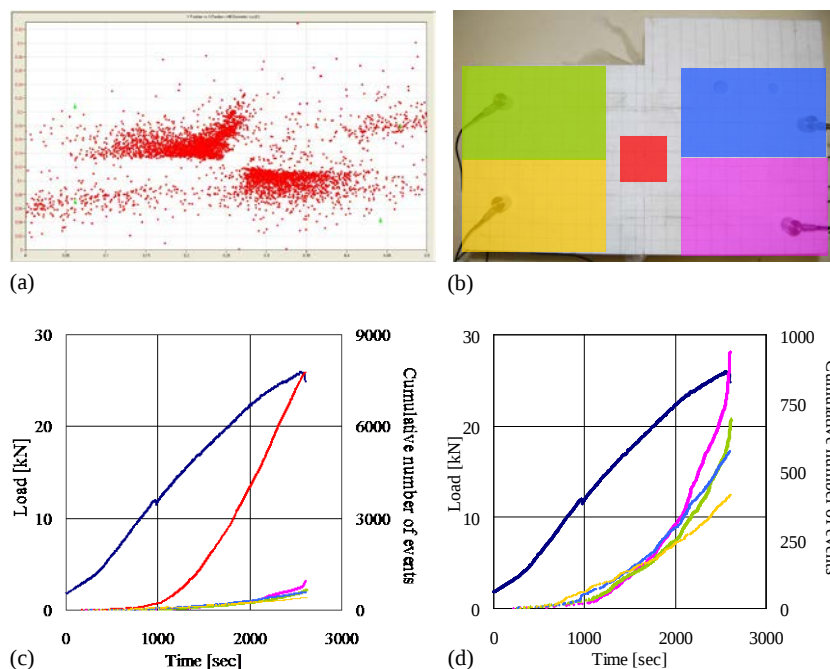


Figure 7: (a) The two dimensional distribution of the acoustic events.
(b) The five regions of the specimen in which the acoustic events were quantified.
(c) The cumulative number of acoustic events as detected in the five regions of the specimen and the load imposed vs. time.
(d) The cumulative number of acoustic events as detected in the four regions around the flanges of the

groove and the load imposed vs. time. It is clearly seen that the rate of the acoustic events produced in the region where the final fracture takes place becomes larger than the ones of the other three regions well before the crack appears.

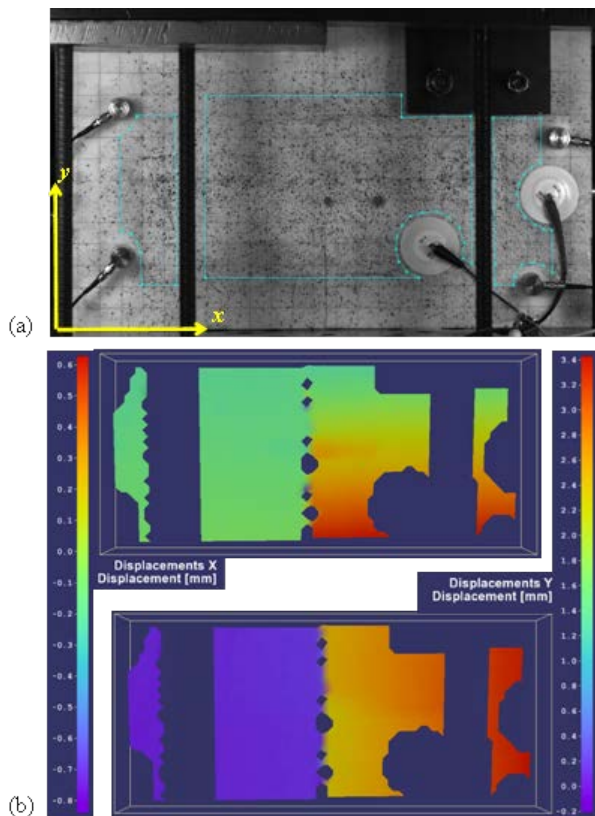


Figure 8: (a) A typical photo as captured by the cameras of the DIC technique.
(b) The distribution of the x- and y-component of the displacement field developed in the front surface of the specimen during the last photo captured before the epistyle's fracture.

4. DISCUSSION AND CONCLUSIONS

Detailed analysis of all the data gathered from this combined "attack" indicates that not only the mortar's failure but also the fracture of the marble volume itself follows after clear warning signals recorded by both the PSC and AE sensors well before anything is macroscopically visible at the surface of the specimens.

Indeed the first failure of the specimen, i.e. the mortar's fracture accompanied by an early abrupt load, follows a significant current decrease while the acoustic events are localized in the immediate vicinity of the epistyles' interface. On the other hand the onset of the epistyles' final fracture follows also a clearly distinguishable PSC drop and an increase of the acoustic events in the specific area.

Concluding it could be safely stated that, although the laboratory reproduction of shear is itself a difficult experimental task (quite often shadowed by the presence of parasitic phenomena), the present protocol provided some rather interesting conclusions supporting the approach that the techniques used could be suggested as easy-to-use tools providing well in advance precursor signals about upcoming failures. Moreover the PSC technique due to its simplicity and the low cost of its application could be qualified as an irreplaceable tool for in-situ continuous spatially monitoring of the mechanical damage evolution.

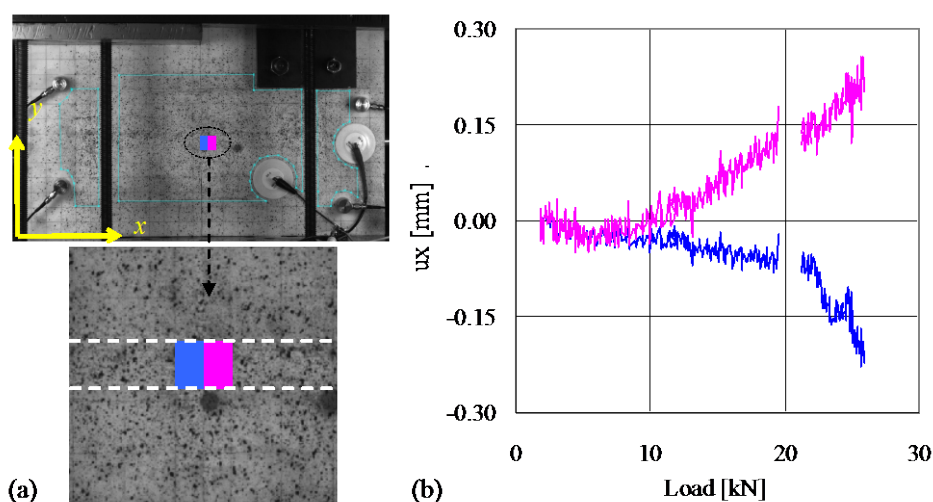


Figure 9: (a) The isolated mortar's areas used to study the state of the mortar.
(b) The variation of the x-component of the displacement field developed in mortar on both sides of the epistyles' interface.

ACKNOWLEDGEMENTS

This research has been co-financed by the European Social Fund (ESF) and Greek national funds through the Operational Program "Education and Lifelong Learning" of the National Strategic Reference Framework - Research Funding Program: Heracleitus II. Investing in knowledge society through the ESF. The kind assistance of Mr Nikos Toganidis (Former architect in-charge of the Parthenon's restoration worksite) and of Mrs Antigone Vrouva and Mr Ignatios Chiou (Civil Engineer and marble-craftsman, respectively, of the Parthenon restoration worksite) is kindly acknowledged.

REFERENCES

- Korres M., Bouras Ch. (1983). *Study for the Parthenon's restoration* (in Greek). Ministry of Culture, Committee for the Conservation of the Acropolis Monuments, Athens, Greece.
- Egglezos D., Ioannidou M., Moullou D., Kalogeras I. (2013). Geotechnical issues of the Athenian Acropolis. In: *Geotechnics and Heritage - Case Histories*, E. Bilotta, A. Flora, S. Lirer, C. Viggiani (eds.), CRC Press, Chapter 2, 13–47.
- Livadefs C.J. (1956). The structural iron of the Parthenon. *Journal of the Iron and Steel Institute*, 182:49-66.
- Conofagos K., Papadimitriou G. (1981). The steel connectors of the Erechtheion were constructed with the same technique as the one used for "Damascus swords" in Middle Ages. *Proceedings of the Academy of Athens*, 56:173-190.
- Varoufakis G.J. (1992). The iron clamps and dowels from the Parthenon and Erechthion. *The Journal of the Historical Metallurgy Society*, 26:1-18.
- Skoulikidis Th. (1972). Deterioration des matériaux de construction et notamment des marbres par la corrosion d'acier incorporé. Cas de l'Acropole. In: *Proceedings of the 1st International Symposium on the Deterioration of Building Stones*, 11 - 16 September 1972, Centre de Recherches et d'Etudes Océanographiques, La Rochelle, France, Les Imprimeries Reunies de Chambéry, 41-45.
- Angelides S. (1976). Replacement of steel connectors by titanium alloy, The Acropolis. Problems-Studies-Measures to be taken. In: *Proceedings of the 2nd International Symposium on the Deterioration of Building Stones*, 27 September – 1 October 1976, Athens, Greece, National Technical University of Athens, 351-352.
- Zambas C. (1992). Structural repairs to the monuments of the Acropolis - The Parthenon. In: *Proceedings of the Institution of Civil Engineers, Civil Engineering*, 92:166-176.
- Zambas C. (1994). Study for the restoration of the Parthenon (in Greek), Vol.3b. Ministry of Culture, Committee for the Conservation of the Acropolis Monuments, Athens, Greece.
- Zambas C., Bouras Ch. (2001). The works of the Committee for the Conservation of the Acropolis Monuments on the Athenian Acropolis. *Archaeological Receipts Fund*, Athens, Greece.
- ICOMOS (1976). Venice Charter under review by ICOMOS, *ICOMOS Newsletter*, 8:2.
- Stavrakas I., Anastasiadis C., Triantis D., Vallianatos F. (2003). *Natural Hazards and Earth System Sciences*, 3: 243-247.
- Exadaktylos G.E., Vardoulakis I., Kourkoulis S.K. (2001). Influence of Nonlinearity and Double Elasticity on Flexure of Rock Beams – II. Characterization of Dionysos Marble. *International Journal of Solids and Structures* 38: 4119-4145.
- Kourkoulis S.K. (2012). Critical aspects of the mechanical behaviour and failure of Dionysos marble under direct tension. *Journal of the Serbian Society for Computational Mechanics*, 6: 199-215.
- Tassogiannopoulos A.G. (1986). A contribution to the study of the properties of structural natural stones of Greece (in Greek). Ph.D. Dissertation, National Technical University of Athens, Greece.
- Zambas C. (2004). Mechanical properties of Pentelick marble (in Greek). Ministry of Culture, Committee for the Preservation of Parthenon Publications, Athens, Greece.

SZINTETIKUS MAKRO SZÁLERŐSÍTÉSŰ BETON GERENDAVIZSGÁLATOK KIÉRTÉKELÉSE A VALÓS SZÁLELOSZLÁS VIZSGÁLATA ALAPJÁN

EVALUATION OF SYNTHETIC MACRO FIBRE REINFORCED CONCRETE BEAM TEST RESULTS BASED ON EXAMINATION THE REAL FIBRE DISTRIBUTION
JUHÁSZ KÁROLY PÉTER

Kulcsszavak: beton, szálerősítésű beton, gerendateszt, teszteredmények kiértékelése
Keywords: concrete, fibre reinforced concrete, beam test, evaluation of test results

KIVONAT

Szálerősítésű beton gerendák szabványos vizsgálata az 1 vagy 2 ponton terhelt kéttámaszú gerendateszt, melynek útvezérelt vizsgálat során a terhelő erőt, középponti relatív lehajlást és/vagy a CMOD értéket mérjük. A szálak hatása leginkább a húzó-hajlító szilárdság elérése, azaz a repedés megjelenése után jelentkezik, mint maradó feszültség. Ezt a feszültséget mérjük ki az irányelvek alapján definiált lehajlásig vagy repedéstágasságig. A szálerősítésű beton definíciójából következően feltételezzük, hogy a szálak a beton testben véletlenül, minden irányban és egyenletesen helyezkednek el. Ez az egyenletes elhelyezkedés azonban csak a szál és a keresztmetszet méretétől függően nagy reprezentatív méretnél feltételezhető. Ezt a reprezentatív méretet a tesztelt gerenda elemek számának vagy keresztmetszeti méretének növelésével érjük el.

Szálerősítésű lőtt betonoknál gerendateszt helyett négyzetes vagy kör alakú panel tesztek készítenek, ahol ez a reprezentatív méret a tesztelt anyag térfogatához képest relatív nagyobb. Hátránya a repedések megjelenésének kontrolálhatatlansága, így a CMOD mérés nem lehetséges.

Jelen cikkemben azt vizsgálom, hogy a szabványos gerendatesztnél ezt a szórást hogyan csökkenthetjük egyszerű vizsgálati módszer alkalmazásával szintetikus makro szálerősítésű beton gerendáknál.

ABSTRACT

The standard test methods for fibre reinforced concrete (FRC) are the 3 or 4 points bending beam tests with displacement control measuring the force, middle point deflection and/or CMOD. The fibres will take effect after reaching the flexural strength, e.g. after crack as residual post crack stress. This residual stress is measured until certain deflection or crack opening defined in the

guidelines. According to the definition of the FRC the fibres are located in the concrete randomly and uniformly in all direction. This uniformity could be presumed at a sufficiently large representative size depending on the fibre and section size. This representative size could be reached by increasing the number of the beams or the area of the section.

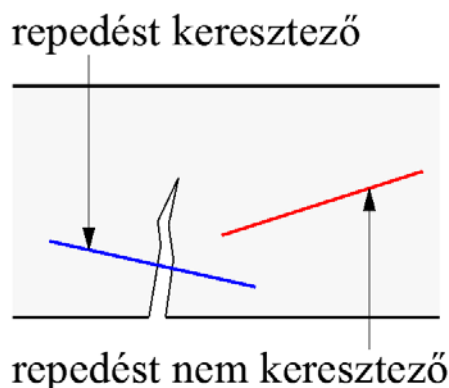
At fibre reinforced shot-concrete (FRS) round or square panel test is used where this representative size is relatively larger compared to the element volume. Disadvantage of this is the uncontrolled crack propagation, thus measuring the CMOD isn't possible.

In this article the possibility of decreasing of dispersion is researched with simple method at synthetic fibre reinforced beams.

BEVEZETÉS

Szálerősítésű betonok repedés utáni hatása leginkább a szál anyagától, geometriájától és a vizsgált repedéshez viszonyított elhelyezkedésétől függ. Jelen cikkben ennek az elhelyezkedésnek az eredményre gyakorolt hatását vizsgálom. A szálakat elhelyezkedésük alapján két fő csoportba rendezhetjük:

- repedést nem keresztező;
- repedést keresztező szálak (1. ábra).

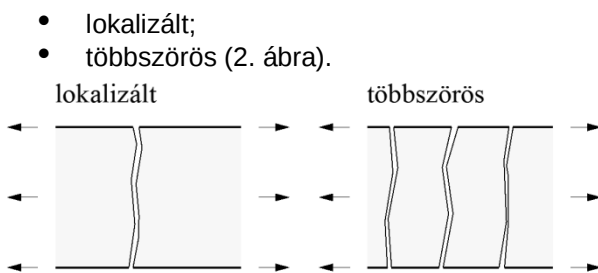


1. ábra: repedés elhelyezkedése

Fig. 1 crack location

A gerendán megjelent repedés pedig két féle lehet:

Szilárdságtani és Tartószerkezeti Tanszék;
Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi
Egyetem, Czákó Adolf Laboratórium,
laborvezető, juhasz@sztt.bme.hu



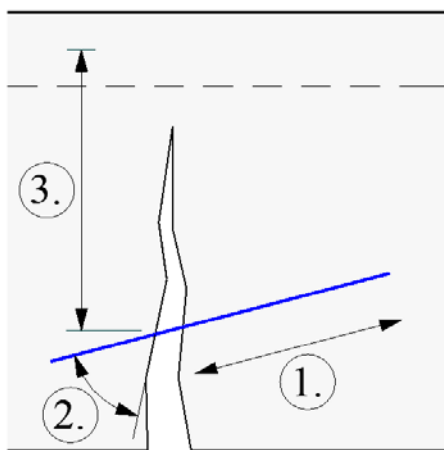
2. ábra: lokalizált és többszörös repedés

Fig. 2 localized and multiply crack

A többszörös repedés magas adagolású acél-szálaknál lehetséges, ebben az esetben a feszültség repedéstágasság diagramnál a beton húzószilárdság elérése után felkeményedés van. Szintetikus makroszálaknál és szokványos adagolású acélszálaknál a feszültség repedéstágasság diagram a húzószilárdság elérése után visszaesik, amely a repedés lokalizációjában manifesztálódik. Ebben a cikkben a lokalizált repedésekkel foglalkozom.

Belátható, hogy a szálerősítésű beton gerenda vizsgálati végeredményére a repedést keresztező szálak vannak leginkább hatással, a repedést nem keresztező szálak hatása a beton rugalmas tartományában jelentéktelenül kicsi. A maradó feszültség szempontjából a repedést keresztező szálak legfontosabb geometriai paraméterei a következők (3. ábra):

- szál lehorgonyzott hossza (1);
- szál és a repedés keresztmetszet között bezárt szög (2);
- szál távolsága a nyomott betonzóna súlypontjától (3).



3. ábra: szál geometriai paraméterei

Fig. 3 geometrical parameters of the fibre

A szintetikus polipropilén szálak rugalmassági modulusa nagyságrendileg kisebb, mint az acél-szálé, ugyanakkor bizonyos adagolásnál a maradó feszültségre gyakorolt hatása azonos [2]. Ez csak

úgy érhető el, ha térfogatszázalékban több szálát alkalmazunk, azaz egy szátra kisebb feszültség jut, illetve a dolgozó szál hossza is kisebb, azaz a makroszálak nem a végükön vannak lehorgonyozva, hanem a felület mentén folytonosan. Acélszálak esetében feltételezzük, hogy a rövidebben lehorgonyzott szátfél húzódik ki a betonból, a másik mozdulatlan marad [5] már kis repedéstágasságnál is. Szintetikus szálaknál még nagyobb repedésnél is csak kisebb szálhossz dolgozik [1]. Mivel a szintetikus makro szálak hossza az acél szálak hosszának a nagyságrendjében van (3-5 cm), így a lehorgonyzási hosszának kisebb a szerepe.

A szálak és a repedés keresztmetszet között bezárt szög hatással van a szál kihúzására, utólagos vizsgálata és kimérése azonban nehézkes. A szál nyomott betonzónától való távolsága viszont egyszerűen kimérhető érték, így ennek a hatását vizsgálom a végeredményre. A nyomott zóna a keresztmetszet méreteihez képest elhanyagolhatóan vékony betonsáv, így a gerenda felső szélétől lehet mérni a távolságokat.

A KÍSÉRLET LEÍRÁSA

Egy tudományos kísérlet során a szálak hatását vizsgáltam különféle adalékanyaggal készült betonban, ahol az eredmények összehasonlításánál fontos volt valóban hasonlóan homogén szálerősítésű gerendákat keresni. Ennek kapcsán kerestem egy olyan vizsgálati eljárást, amelynél relatív kis munkával sokkal pontosabb eredményt kapok.

Egy szériában 6 gerenda szerepelt, 4 féle betonban 2 féle száltípussal és adagolással. A betonok jellemzői az 1. táblázatban, míg a szálak jellemzői a 2. táblázatban szerepelnek

Beton neve	adalékanyaga
Beton-A	$d_{\max} = 4$ mm habarcs
Beton-B	$d_{\max} = 8$ mm gömbölyű kavics
Beton-C	$d_{\max} = 22$ mm zúzott kavics
Beton-D	$d_{\max} = 16$ mm liapor

1. táblázat: betonok

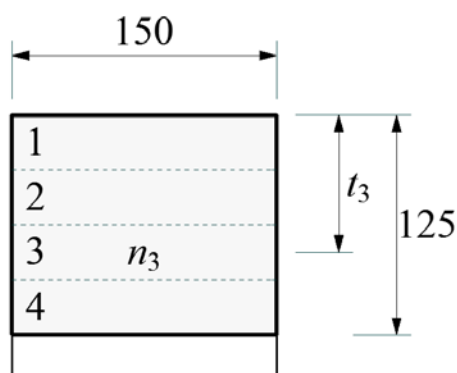
Table 1. concretes

Az elkészült beton próbagerendákat a RILEM TC162 ajánlásai alapján [4] 4 mm-es lehajlásig terheltem, közben mértem az erőt és a repedéstágasságot.

Szál neve	adagolása	szálhossz	szálátmérő	szál darabszám
Szál-1	6 kg/m ³	48 mm	0,5 x 1,3 mm	60241 db/kg
Szál-2	4 kg/m ³	54 mm	0,4 x 1,4 mm	35587 db/kg

2. táblázat: szálak

Table 2 fibres



4. ábra: zónák az eltört felületen

Fig. 4. zones on the cracked surface

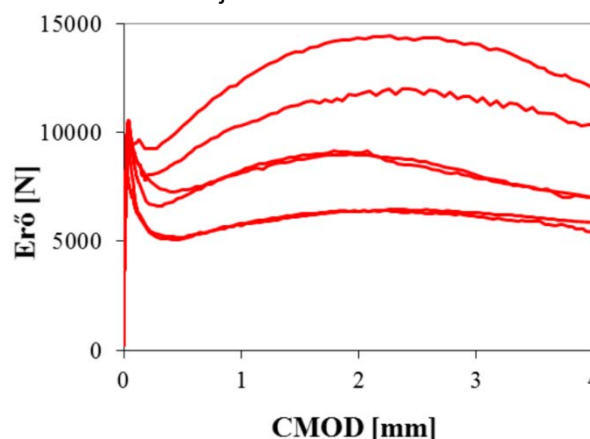
A szál-elhelyezkedés vizsgálata a következőképp zajlott:

- a gerendateszt elvégzése után a gerendát ketté törtem;
- a ketté tört keresztmetszetet mindkét gerenda félben 4 horizontális zónára osztottam;
- a zónákban található szálakat megszámláltam, a kihúzódtott szálakat 1-szeres szorzóval, a szakadt szálakat 0,5-os szorzóval;
- a szál darabszámot összesítettem mindegyik zónában külön (4. ábra).

EREDMÉNYEK KIÉRTÉKELÉSE

Az erő-CMOD diagramokban nagy szórás jelentkezett, holott a beton és a száladagolás azonos volt (5. ábra). Ez a nagy szórás több, a kísérleti módszerben rejlő pontatlanság együttes hatása-ként jön létre. Ha egy keverésből több gerendát öntünk és az egyik gerendában több szál lesz, akkor természetesen a másikban kevesebb. A szálak nyomott betontól mért távolsága is nagyban befolyásolja az eredményeket: a nyomott oldalhoz közeli szálak erőkarja kisebb, mint a bemetszésnél levő szálaké. Valós alkalmazásoknál azonban a szálak nagy keresztmetszeti felületen dolgoznak, ahol ezek a keverési problémák nem okoznak gondot: a gyengébb keresztmetszet szerepét átveszi a mellette lévő erősebb keresztmetszet. Kísérletekből ezt a keverési pontatlanságot kellene kiküszöbölni és a szálak betonmátrixszal való együttműködésének hatására fókuszálni. Meg-

jegyzem, tiszta húzókísérletnél a repedés keresztmetszeten áthaladó szálak elhelyezkedése nem, csak darabszáma fontos, hiszen ott a teljes keresztmetszet húzott és az ellenállást a szálakban ébredő erők összege adja. A tiszta húzókísérlet elvégzése azonban nehézkes, próbatest alakja bonyolultabb, szabványosítva nincs. Ezen okok miatt az iparban főleg a gerendateszt vizsgálat terjedt el, ahol azonban számít a szálak nyomott zónától mért erőkarja is.



5. ábra: A-beton és Szál-1 széria erő-CMOD eredményei

Fig. 5. Force-CMOD results of Concrete-A and Fibre-1

Az egyes eredményekből egy szálerősítésű betonra jellemző munka mértékegységű értéket képeztem, a szálmunkát (W_f), amely az erő-CMOD diagram 4 mm-es CMOD értékig vett görbéje alatti terület az 5. ábra szerint. Mértékegysége Joule. A szálmunka nem azonos a szálak által végzett munkával, de arányos vele, így kvalitatív összehasonlításokhoz alkalmas.

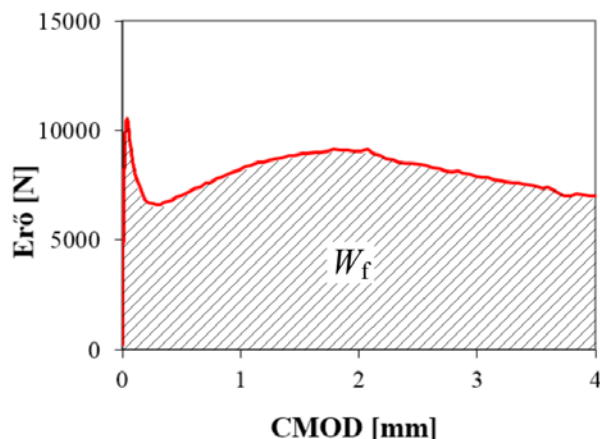
Inverz kísérleti eredmények alapján a szintetikus szálakban keletkező feszültségek nagyjából azonosak a repedéstágasság növekedése esetén, ezért a keresztmetszeten elhelyezkedő szálakhoz egy szálnyomatékok (S_f) tudok rendelni az alábbi képlettel:

$$S_f = \sum_{i=1}^4 t_i n_i \quad (1)$$

ahol:

S_f : szálnyomaték;

- t_i : szálmézők távolsága a nyomott szélső száltól (4. ábra);
 n_i : szálak darabszáma az aktuális mezőben;
 a : egy szál keresztmetszeti területe, egységnyi.



6. ábra: szálak által 4 mm-es CMOD értékig végzett munka

Fig. 6. fibre work until 4 mm of CMOD

A szálnyomaték számításakor a szál keresztmetszeti területét egységnyinek vettem, így a mértékegysége méter.

A szálmunkákat és a szálnyomatékokat szál típusonként egy-egy diagramba rendeztem, amelyek a 7. ábrán láthatóak.

AJÁNLOTT KIÉRTÉKELÉS

A 7. ábrán jól látható, hogy a nagyobb szálnyomatékhoz nagyobb szálmunka is tartozik, bizonyos szórás mellett. A megrajzolt lineáris trendvonalak azonban jól mutatják az eredmények középértékének a változását. Ha feltételezünk egy tökéletes száeloszlást és tudjuk a fajlagos keresztmetszeten áthaladó szálak darabszámát, akkor kiszámítható az ehhez a keresztmetszethez tartozó szálnyomaték is. A trendvonal és a hozzá tartozó szórás ezen szálnyomatéknál vett értéke vehető a szálerősítésű gerenda azon középértékének, amelynél a szálak elhelyezkedéséből adódó szórás részben kiküszöböltek.

Romualdi és Mandel [3] levezetése alapján a véletlenszerűen elhelyezkedő szálak távolsága illetve a fajlagos keresztmetszeti felülethez tartozó darabszáma a következő:

$$T_{se} = \sqrt[3]{\frac{V}{0,41 N}} \quad (2)$$

ahol:

- T_{se} : hatékony szálak távolsága;
 V : térfogat;

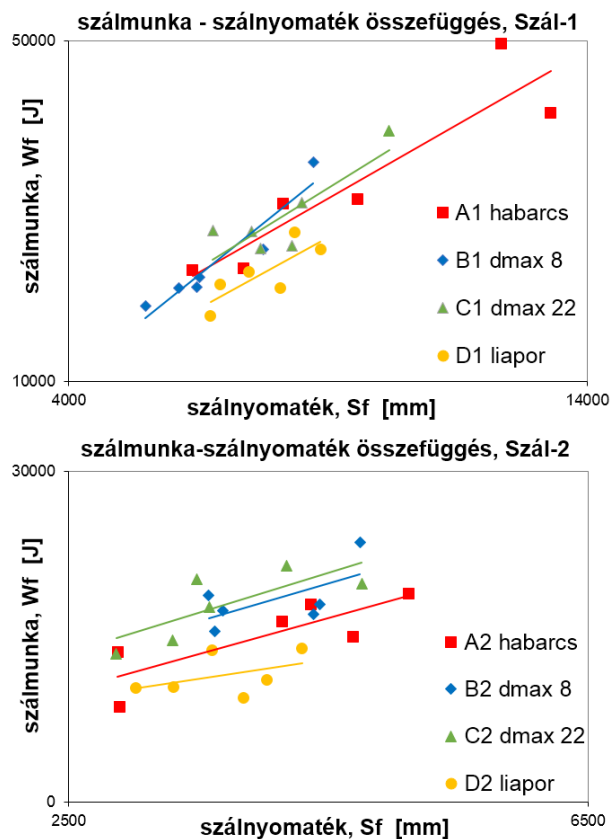
N : szálak darabszáma a térfogatban.

$$n_a = \frac{l}{T_{se}^3} = \frac{0,41 N l}{V} \quad (3)$$

ahol:

- n_a : fajlagos keresztmetszetre eső szálak darabszáma;
 l : szálhossz.

Ezekből az egyenletekből jelen esetben a 3. táblázatban levő értékeket kapjuk.



7. ábra: szálmunka és szálnyomaték összefüggése

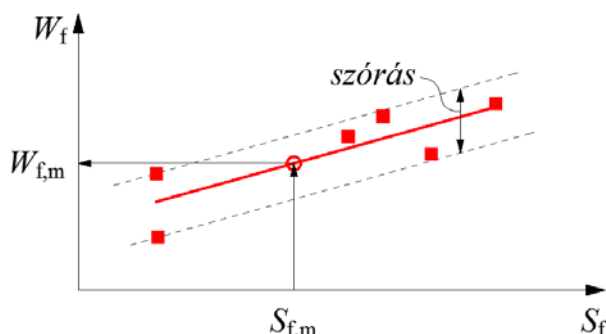
Fig. 7. relation of the fibre work and fibre moment

A mért és a számolt értékek közel állnak egymáshoz, így Romualdi és Mandel képlete alkalmasnak látszik az átlagos szál darabszám számítására, amelyből számolható az átlagos szálnyomaték: $S_{f,m}$. A trendvonal ehhez a nyomatékhoz tartozó értékéből kapható a szálmunka átlagértéke: $W_{f,m}$, melyből a szórással származtatható a szálmunka karakterisztikus és tervezési értéke (8. ábra). Az anyagmodell ebből az irodalomban ismertett számos módszerrel meghatározható [4].

	szálak darabszáma 1 m ³ -ben N [db]	szálak hatékony távolsága S_{se} [mm]	szálak darabszáma eltört felületen (125x150 mm) n_a [db]	szálak darabszámának átlaga, mért érték [db]
Szál-1	60 241 x 6 = 361 446	18,89 mm	133,3	129,9
Szál-2	35 587 x 4 = 142 348	25,78 mm	59,0	64,8

3. táblázat: szálak darabszáma az eltört felületen

Table 3. number of fibres on the cracked surface



8. ábra: kiértékelés módszere

Fig. 8. method of evaluation

MEGÁLLAPÍTÁSOK

A diagramokról jól látható, hogy a szálnyomaték növekedésével arányosan növekszik a szálak munkája is. Egy trendvonal meghúzásával a szálak munkájának a szórása is látszódik, amely a trendvonal két oldalán levő legtovábbi értékek trendvonalától mért távolságának összege. Ha ismerjük, hogy a keresztmetszeten hány szálnak kell átlagosan áthaladnia, akkor kiszámítható ennek az ideális keresztmetszetnek a szálnyomatóka, majd a trendvonalnál lévő értékből becsülhető a szálerősítésű beton átlagos szálmunkája is. Ebből az értékből a szórás segítségével kiszámítható a karakterisztikus illetve tervezési szálmunka is. Ez a fajta kiértékelési módszer így figyelmen kívül hagyja a keverési pontatlanságot, ami a hajlított elemnél a szálak erőkarjainak változása miatt többszöröződik. Nem veszi viszont figyelembe a szálak által bezárt szöveget, így a repedéssel kis szöveget bezáró, gyengén vagy alig dolgozó szálat is teljes értékkel veszi figyelembe, akárcsak a repedésre merőleges szálat. Ezt azonban nehezen lehetne a vizsgálatba beépíteni, kimérni, és az eredmények azt igazolják, hogy nem is szükséges.

A kiértékelési módszer továbbá alkalmas kutatási eredmények összehasonlítására, ahol nem elsősorban a szálerősítésű beton teljesítményének kimérése a fontos, hanem hasonlóan elkeveredett szálak betonra mért hatásának kvalitatív összehasonlítása.

ÖSSZEFOGLALÁS

Egy új, relatív egyszerű módszert mutattam szintetikus makro szálerősítésű betonok gerenda vizsgálatának pontosabb kiértékelésére, amely mind az iparban, mind a tudományos kutatásokban jól hasznosítható eljárás. Az eljárást elsősorban szintetikus makro szálakra vizsgáltam, ahol a szál lehorgonyzási hosszának kisebb a szerepe még nagy repedéstágasságnál is. Acélszálak esetében a szálak lehorgonyzása nagyban módosíthat az eredményen, így alkalmazása további kísérletekkel ellenőrizendő.

HIVATKOZÁSOK

- [1.] Juhász, K. P. (2013) „Modified fracture energy method for fibre reinforced concrete”, *Fibre Concrete 2013: Technology, Design, Application*, Prága, Csehország, 2013.09.12-2013.09.13. pp. 89-90. Paper p07. ISBN: 978-80-01-05238-9
- [2.] Juhász, K. P., (2014) „Mikro és makro szintetikus szálakkal készített beton próbatestek vizsgálata”, *Építés-építéstudomány*, 42:(1-2) pp. 57-71.
- [3.] Romualdi, J.P., Mandel, J. A. (1964) „Tensile Strength of Concrete Affected by Uniformly Distributed and Closely Spaced Short Lengths of Wire Reinforcement”, *ACI Journal*, 1964. June, pp 657-670
- [4.] Vandewalle, L., et al. (2002) „RILEM TC 162-TDF : Test and design methods for steel fibre reinforced concrete”, *Materials and Structures*, Vol. 33, January-February 2000, pp 3-5
- [5.] Voo, J. Y. L., Foster, S. J., (2003) „Variable Engagement Model for Fibre Reinforced Concrete in Tension”, *Uniciv Report No. R-420*, School of Civil and Environmental Engineering, the University of New South Wales, Sydney, NSW, Australia, June 2003, 86 pp.

MINŐSÉGBIZTOSÍTÁS

QUALITY ASSURANCE

JÁRTASSÁGI VIZSGÁLAT A MAGYAR ANYAGVIZSGÁLÓK EGYESÜLETE SZERVEZÉSÉBEN
PROFICIENCY TEST ORGANISED BY HUNGARIAN MATERIAL TESTING ASSOCIATION

BOCZ ANDRÁS¹, GILLEMOT LÁSZLÓ², MÁRKUS DÉNES¹, NARANCSIK ZSOLT¹

Kulcsszavak: körvizsgálat, jártassági vizsgálat, lapos szakító próbatest, mérési bizonytalanság, z-érték
Keywords: Round Robin test, proficiency test, flat tensile test, measuring uncertainty, z-score

SUMMARY

Hungarian Material Testing Association was re-organised in 2012. Several tasks of the Association are aimed to help the domestic tester staffs. One of them the organisations of the proficiency tests on that fields which were „white area” in Hungary. At the beginning of 2013 started the organization of the first mechanical proficiency test on flat steel tensile tests. These results and experiences are summarised below.

BEVEZETÉS

A 2012-ben újraalakult Magyar Anyagvizsgálók Egyesülete több fontos feladatot tűzött maga elé az anyagvizsgálói szakma művelőinek segítségével. Az egyik ilyen terület a jártassági vizsgálatok szervezésének felvállalása az eddigi le nem fedett szakmai területeken. 2013 év elején a szervezet vezetőségének kezdeményezésére elindult az első MAE körvizsgálat szervezése, aminek eredményeként a résztvevők acéllemezek szakítóvizsgálatában mértek össze.

1. A JÁRTASSÁGI * VIZSGÁLATOKRÓL ÁLTALÁNOSAN

Az ISO/IEC 17025 szabvány szerint akkreditált laboratóriumoktól kötelezően elvárt a jártassági vizsgálatokban való részvétel és a vizsgálat eredményeit „ellenőrizni kell, és ha ezek kívül esnek az előre meghatározott kritériumokon, akkor tervezett intézkedéseket kell tenni a probléma megoldására”.

A nem akkreditált, de az ISO 10012 szabvány szerinti mérésirányítási rendszert működtető szervezetnél a jártassági vizsgálat nagymértékben hozzájárulhat a vevői bizalom elmélyítéséhez.

Akkreditált laboratóriumnak részt kell vennie jártassági vizsgálatban, annak eredményét fel kell dolgoznia, ki kell értékelnie. Ha a körvizsgálat nem a számára elvárt eredményt hozta, úgy meg kell határozni a nem sikeres szereplés okait és intézkedést kell hozni a hibás működés kiküszöbölésére.

Elképzelhető olyan eset is, ahol a körvizsgálat

nem sikeres teljesítése a laboratórium részéről elvárt eredmény, ekkor is a megfelelő intézkedéssel kell lezárni a körvizsgálat kiértékelését.

A jártassági vizsgálat eredménye nem egy statisztikus, „örökre bebetonozott” értékítélet. A körvizsgálat a vizsgálat végrehajtásakor ad egy pillanatképet a laboratórium vizsgálati képességéről.

A körvizsgálatban való sikeres / sikertelen szereplésnek nagyon sok befolyásoló tényezője lehet, ezért helytelen az a gyakorlat, ahol kizárólag a körvizsgálat eredménye alapján minősítik a laboratóriumot. Az lenne az elvárható, ha a körvizsgálatban való részvétel és az eredmények hatására hozott laboratóriumi intézkedések alapján értékelnék a laboratórium működését.

1.2. JÁRTASSÁGI VIZSGÁLATRA JELENTKEZŐK

A laboratóriumok közötti összehasonlító vizsgálatra 12 laboratórium jelentkezett és 10 résztvevő küldött vissza eredményt. A körvizsgálat nyitott volt az akkreditált és a nem akkreditált laboratóriumok számára.

A körvizsgálatra jelentkezők közül 4 független, 3 felsőoktatási és 5 ipari laboratórium szerepelt, ebből 4 fővárosi volt és 8 vidéki.

A körvizsgálatban résztvevő 10 laboratóriumból 8 az ISO/IEC 17025 szerint akkreditált minőségirányítási rendszert működtet.

3. A SZERVEZŐK ÉS A NEMZETKÖZI KÖRVIKSGÁLATI TAPASZTALATAIK

A körvizsgálat szervezését Gillemot László MAE Elnök, a vizsgálat kiértékelését, a próbatestek gyártását és postázását az ISD DUNAFERR ZRt. Anyagvizsgáló és Kalibráló Laboratóriumok Igazgatóságának kollégái vállalták fel. A kollégák között MAE tagok is voltak.

A körvizsgálat indításakor kidolgozásra kerültek a MAE jártassági vizsgálatot szabályzó dokumentumai és minőségügyi feljegyzései.

1. ISD-DUNAFERR ZRT
2. Magyar Anyagvizsgálók Egyesülete

¹ *: Az összehasonlító vagy jártassági vizsgálat szinonimájaként használjuk a körvizsgálat szót, mindhárom kifejezés jelentéseként a **proficiency test** fogalmát értjük.

Az ISD DUNAFERR ZRt. Anyagvizsgáló és Kálbráló Laboratóriumok Igazgatóság laboratóriumi 2001-től rendszeres szereplői a nemzetközi körvizsgálatoknak. A Mechanikai anyagvizsgáló főosztály a német, amerikai és ázsiai körvizsgálatokban vesz részt rendszeresen, igazodva az anyavállalat termékeinek értékesítési elvárásaihoz.

A szervezők a megszerzett tapasztalatok és a vonatkozó szakirodalom alapján készítették el a jártassági vizsgálat kiértékelési algoritmusait és eljárásait.

4. A KÖRVIZSGÁLAT

4.1 PRÓBATESTEK ELŐKÉSZÍTÉSE

A próbatestek kialakításánál az egyik legfontosabb szempont az alapanyag homogenitása volt. Két eltérő tulajdonságú alapanyag került kiválasztásra, az egyik az ISD DUNAFERR ZRt. által gyártott továbbalakítható hidegen hengerelt acéllemez, a másik pedig egy külső beszállító által folyamatos hőkezeléssel kezelt pántoló szalag tekercs. A próbatestek inhomogenitásának megállapítása után a - várhatóan megegyező tulajdonságú, forgácsolással előkészített - lemezekből próbatest csomagok kerültek összeállításra, amit a résztvevők postai úton kaptak meg.

A jártassági vizsgálatot az [MSZ EN] ISO 6892-1 szakítóvizsgálati és az ISO/IEC 17043 szabvány előírásainak figyelembe vételével végezték. A próbatestek az [MSZ EN] ISO 6892-1:2009 szabvány B1 táblázat 2. típusa szerint készültek.

4.2 VIZSGÁLATI EREDMÉNYEK

A körvizsgálat során az alábbi anyagjellemzők kerültek meghatározásra az [MSZ EN] ISO 6892-1 szabvány alapján:

K jelű minta, pántoló szalag, határozott folyással rendelkező, nagy szilárdságú ($R_m > 1000$ MPa), hőkezelt lemez

- o $R_{p0,2}$: Egyezményes folyáshatár meghatározása 0,2% alakváltozásnál
- o R_{eH} : Felső folyáshatár
- o R_{eL} : Alsó folyáshatár
- o R_m : Szakítószilárdság
- o A_{80} : Százalékos nyúlás szakadás után, $L_0 = 80$ mm

S jelű minta, továbbalakítható hidegen hengerelt, határozott folyással nem rendelkező lemez, névleges szakítószilárdsága 310 MPa

- o $R_{p0,2}$: Egyezményes folyáshatár meghatározása 0,2% alakváltozásnál
- o R_m : Szakítószilárdság
- o A_{80} : Százalékos nyúlás szakadás után, $L_0 = 80$ mm

4.3 KIÉRTÉKELÉS

A körvizsgálat statisztikai kiértékelése az ISO 13528 és az ISO/IEC 17043 szabvány előírásai szerint történt. A laboratóriumok értékelése az eredményeik átlagának (M) az összes eredmény-átlag középértékétől (mediánjától) (X) való eltéréseinek számításán alapul.

Mind a táblázatokban, mind pedig az ábrákon szereplő – az áttekintést megkönnyítő – sorszámok nem azonosak a laboratórium kódjával és azzal semmilyen kapcsolatba nem hozhatók.

4.3.1 KIUGRÓ ÉRTÉK

Kiugró értéknek tekintjük azokat az értékeket, amelyek a többi körvizsgálati eredményhez képest túl kicsik vagy túl nagyok. Normális eloszlás esetén kiugró értéknek tekinthetjük azokat, amelyek a szórás háromszorosánál jobban eltérnek az átlagtól. A mérési sokaság kiugró értékeinek kiértékeléséhez – a *nem feltétlenül normális eloszlás miatt* - robusztus módszert használtunk.

A képletekben az M a laboratóriumi átlag, az X pedig az összes laboratóriumi átlag (M) mediánja. A normalizált interkvartilis tartományt, az nIQR-t használjuk a körvizsgálat elvárt szórásának, a σ' meghatározásához. Az interkvartilis terjedelem, az IQR, a felső negyedelő (Q3) és az alsó negyedelő (Q1) közötti különbséget mutatja meg, ebben a tartományban az adatok fele található. Ez azt jelenti, hogy a mérőszám a szélsőséges mérési adatokat nem tartalmazza.

A normalizált interkvartilis terjedelem:

$$nIQR = 0,7413(Q3-Q1) \quad (1)$$

ahol a 0,7413 szorzótényező a normális eloszlásból származik, aminek a középértéke 0 és a szórása 1. A $(Q3-Q1)$ interkvartilis tartomány szélességének eloszlása 1,34898, eredménye az $1/1,34898 = 0,7413$.

A kiugró érték keresésekor a σ' az nIQR értékét veszi fel a Z_0 érték meghatározásához.

$$Z_0 = \frac{M - X}{\sigma'} \quad (2)$$

A $|Z_0| > 3$ értékek kiugró értékek, így nem kerülnek be a következő lépésben számolt σ szórásba és Z érték meghatározásba.

4.3.2 A Z ÉRTÉK

A második lépésben képzett Z értéknél a σ a kiugró eredmények nélküli eredmények szórása. Az így kapott Z-Score / Z érték a mérési eredményre / laboratóriumra jellemző érték.

$$Z = \frac{M - X}{\sigma} \quad (3)$$

A $|Z| \leq 2$ értéknél a laboratórium megfelelt. A laboratórium szempontjából az a legjobb elérhető eredmény, ha a Z értéke 0.

Az EN ISO/IEC 17043 szerinti Z érték (Z score)

megfelelés:

- $|Z| \leq 2$: megfelel
- $|Z| \geq 3$: nem felel meg
- $2 < |Z| < 3$: az eredmény kérdéses

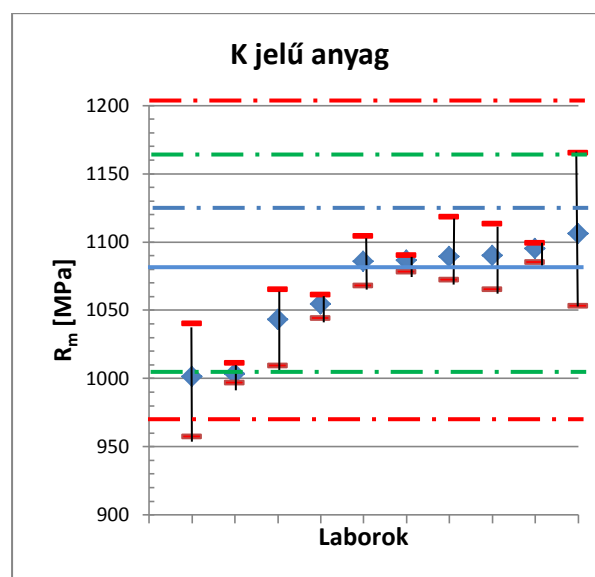
Anyag	ao [mm]	bo [mm]	So [mm ²]	Rp0,2 [MPa]	ReH [MPa]	ReL [MPa]	Rm [MPa]	A80 [%]	E [GPa]	r	n
K	0,85	19,99	16,99	1081,3	1095,2	1067,4	1095,20	4,1			
K	0,90	20,00	18,00	896,4			1001,40	5,72			
K	0,84	19,96	16,69	1073,4			1090,02	6,78			
K	0,85	19,98	16,98	1085,0	1114,6	1081,0	1086,60	3,9			
K	0,86	20,02	17,15	1047,4	1098,8	1047,0	1054,40	7,26			
K	0,84	19,98	16,70	1062,9			1085,84	6,66			
K	0,90	20,03	18,03		1002,5	990,5	1003,24	6,74			
K	0,85	19,98	16,94	1067,1	1086,5	1063,7	1089,27	5,32			
K	0,85	19,93	16,94				1106,20	5,6			
K	0,86	20,01	17,21	257,6			1043,20	4,34			
S	0,95	19,99	18,99	226,7			311,40	38,7	181,6		
S	1,00	20,00	20,00	176,0			264,00	40,2			
S	0,94	19,93	18,78	234,0			305,92	41,6	179,8		
S	0,95	19,94	18,94	239,6			319,00	40,8	196,8		
S	0,98	20,04	19,64	207,4			273,00	40,82	175,8		
S	0,95	19,93	18,86	220,8			302,18	39,6			
S	1,00	20,02	20,02				281,42	42,64			
S	0,96	20,01	19,13	226,9			304,33	40,32	138,6	2,152	0,138
S	0,99	19,98	19,78				292,00	41,22			
S	0,97	19,95	19,35	198,3			302,25	38,55			

1. ábra: Visszaérkezett eredmények listája Lotus Notes adatbázisban

4.3.3 EREDMÉNYEK

K jelű anyag körvizsgálati átlaga, szórása és Z értékhatai

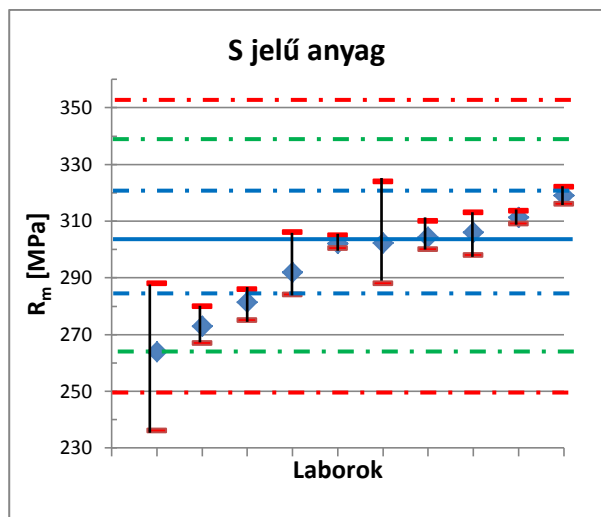
K jel	ReH [MPa]	ReL [MPa]	Rp0,2 [MPa]	Rm [MPa]	A80 [%]
X átlag	1097	1066	1070	1086	5,7
σ	11,8	14,0	13,7	38,3	1,22
Z = -3	1061,7	1023,6	1029,3	971,5	2,00
Z = -2	1073,5	1037,6	1042,9	1009,7	3,22
Z = -1	1085,2	1051,5	1056,6	1048,0	4,44
Z = 1	1108,8	1079,5	1083,9	1124,5	6,88
Z = 2	1120,5	1093,5	1097,5	1162,7	8,10
Z = 3	1132,3	1107,5	1111,2	1201,0	9,32



2. ábra: K anyag szakítószilárdsága résztvevőnként

S jelű anyag körvizsgálati átlaga, szórása és Z értékhatairai

S jelű	R _{p0,2} [MPa]	R _m [MPa]	A ₈₀ [%]
X átlag	224	302	40,6
σ	21,1	17,6	1,3
Z = -3	160,3	249,4	36,8
Z = -2	181,5	267,1	38,0
Z = -1	202,6	284,7	39,3
Z = 1	244,9	320,0	41,8
Z = 2	266,0	337,6	43,1
Z = 3	287,1	355,2	44,4



3. ábra: S anyag szakítószilárdsága résztvevőnként

4.3.4 MÉRÉSI BIZONYTALANSÁG

A körvizsgálati eredményekhez tartozó mérési bizonytalanságot a CWA 15621-2: 2005 előírások alapján, az alábbi paraméterek figyelembe vételével határoztuk meg:

- egyedi mérési eredmények bizonytalansága: u_i
- (egy) laboratórium összes mérésének bizonytalansága: u_{rep}
- a körvizsgálat összes mérésének bizonytalansága: u_x

A körvizsgálatra jellemző, a laboratóriumi eredményekre meghatározott, $k=2$ értékkel kiterjesztett mérési bizonytalanság:

$$U = k \cdot \sqrt{u_i^2 + u_{rep}^2 + u_x^2} \quad (M1)$$

SZAKÍTÓSZILÁRDSÁG - EGYEDI ÉRTÉKEK BIZONYTALANSÁGA

Feszültségi értékek bizonytalansága

$$\sigma = \frac{F}{S_0}, \quad \frac{\partial \sigma}{\partial F} = \frac{1}{S_0}, \quad \frac{\partial \sigma}{\partial S_0} = -\frac{F}{S_0^2},$$

$$u_F = \frac{0,01 \cdot F}{\sqrt{3}} \quad (M2)$$

$$u_\sigma = \sqrt{\left(\frac{1}{S_0}\right)^2 \cdot u_F^2 + \left(-\frac{F}{S_0^2}\right)^2 \cdot u_{S_0}^2} \quad (M3)$$

Lapos próbatest keresztmetszet meghatározásának bizonytalansága

$$u_{S_0} = \sqrt{(b_0)^2 \cdot u_{a_0}^2 + (a_0)^2 \cdot u_{b_0}^2} \quad (M4)$$

Vastagság és szélességméréshez használt mérőeszközök bizonytalansága

$$u_{a_0} = \frac{0,005}{\sqrt{3}} = 0,00289,$$

$$u_{b_0} = \frac{0,005}{\sqrt{3}} = 0,00289 \quad (M5)$$

Százalékos nyúlás szakadás után A_{80} - egyedi értékek bizonytalansága

$$u_A = \sqrt{\frac{1}{L_0^2} \cdot u_{L_u}^2 + \left(-\frac{L_u}{L_0^2}\right)^2 \cdot u_{L_0}^2} \quad (M6)$$

Eredeti és szakadási jeltávolság mérésének bizonytalansága

$$u_{L_0} = \frac{0,005 \cdot L_0}{\sqrt{3}}, \quad u_{L_u} = \frac{0,005 \cdot L_u}{\sqrt{3}},$$

$$L_u = L_0 \cdot (0,01A+1) \quad (M7)$$

Körvizsgálatban mért értékek kiterjesztett mérési bizonytalansága

$$U = k \cdot \sqrt{u_i^2 + u_{rep}^2 + u_x^2},$$

$$\text{ahol } u_i = u_\sigma \text{ illetve } u_i = u_A \quad (M8)$$

Laboratóriumok közötti szórás figyelembe vétele

$$u_{rep} = t \cdot \frac{s}{\sqrt{n}}, \quad u_{rep} = 1,14 \cdot \frac{s}{\sqrt{5}},$$

$$1,14 \text{ (5 mérés)} \quad 1,26 \text{ (4 mérés)} \quad (M9)$$

s : egy laboratórium méréseinek szórása

n : mérések száma

Körvizsgálat mérési bizonytalansága

$$u_x = \frac{1,25 \cdot \sigma}{\sqrt{p}} \quad (M10)$$

σ: összes mérés szórása

p: összes mérés száma

SZÁMÍTOTT MÉRÉSI BIZONYTALANSÁG ÉRTÉKEK

A körvizsgálat R_m értékeire meghatározott $\pm U$, a $k=2$ tényezővel kiterjesztett mérési bizonytalanság, MPa-ban és százalékban.

	R_m [MPa] átlag	R_m [MPa] szórás	$\pm U$ [MPa]	$\pm U$ [%]
1	1003	5,410	20,42	2,0
2	1090	17,723	27,44	2,5
3	1087	4,879	21,16	1,9
4	1089	18,163	27,70	2,5
5	1054	6,914	21,44	2,0
6	1095	5,805	21,48	2,0
7	1106	41,794	47,39	4,3
8	1043	23,690	31,44	3,0
9	1001	29,678	36,08	3,6
10	1086	15,906	26,22	2,4

A K típusú anyagok szakítószilárdság értékeinek mérési bizonytalansága

A körvizsgálat A_{80} értékeire meghatározott $\pm U$, a $k=2$ tényezővel kiterjesztett mérési bizonytalanság, nyúlás százalékban és százalékban.

	A_{80} [%] átlag	A_{80} [%] szórás	$\pm U$ [nyúlás %]	$\pm U$ [%]
1	42,6	0,989	1,13	2,7
2	41,6	0,803	0,96	2,3
3	40,8	0,758	0,93	2,3
4	40,3	1,173	1,30	3,2
5	40,8	0,776	0,94	2,3
6	38,7	0,908	1,06	2,7
7	41,2	0,782	0,95	2,3
8	38,6	0,794	1,12	2,9
9	40,2	0,837	0,99	2,5
10	39,6	0,735	0,91	2,3

Az S típusú anyagok szakadási nyúlás értékeinek mérési bizonytalansága

5. TAPASZTALATOK

A visszaérkezett 10 eredménylap alapján elmondható, hogy a résztvevő laboratóriumok többsége technikailag jól felszerelt, döntő többségében kalibrált mérőeszközökkel rendelkezik.

A vékony lemezek vizsgálatánál a keresztmetszet meghatározásának hibája, néhány laboratóriumnál, nagymértékben befolyásolta a szilárdsági értékeket, így a rangsorolás Z értékét is.

A résztvevők oklevelet kaptak a körvizsgálati eredményeikről, anyagtipusonként.

MAE

OKLEVÉL

jártassági vizsgálatban való részvételről

A MAGYAR ANYAGVIZSGÁLÓK EGYESÜLETE
tanúsítja, hogy a laboratórium részt vett a MAE által
szervezett

az ISO 6892-1 szabvány szerinti
szakítóvizsgálat - lapos próbatesten

jártassági vizsgálatban, 2013-ban.

A laboratórium kódja: XXX

A vizsgált anyag típusa: S

$R_{p0,2}$ [MPa] : 226,86 Z = 0,1 Megfelel
 R_m [MPa] : 304,33 Z = 0,1 Megfelel
 A_{80} [%] : 40,32 Z = -0,2 Megfelel

Budapest, 2013. december 15.

Dr. Gillemot László
a MAE Elnöke

4. ábra: Oklevél a körvizsgálatban való részvétel igazolására

A résztvevők Z értékeinek ábrázolása anyag és vizsgálat típusonként

K	R _{p0,2}	R _{eH}	R _{eL}	R _m	A ₈₀
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					
9					
10					

S	R _{p0,2}	R _m	A ₈₀
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			

	$ Z \leq 2$		$2 < Z < 3$		$3 \leq Z $		Nem vizsgált
--	--------------	--	---------------	--	--------------	--	--------------

5. ábra A résztvevők Z értékei

6. KITEKINTÉS A NEMZETKÖZI KÖRVIZSGÁLATOKRA

Minden résztvevőben felmerülhet a kérdés, hogy „mennyit ér” a MAE körvizsgálati eredménye a nemzetközi körvizsgálatokhoz képest? Ennek eldöntéséhez a MAE által szervezett jártassági vizsgálatot összevetjük az általunk ismert körvizsgálatokkal és eredményükkel.

6.1 IFEP

Az Institut für Eignungspüfung GmbH (IfeP) 2013 évben szervezett szakító jártassági vizsgálatait az alábbiak jellemzik:

- 280 -330 Euro részvételi díj (+ 25 Euro postaköltség)
- homogén vizsgálati alapanyag
- 5-6 darab próbatest
- 30-50 résztvevő
- 5-10 hónap kiértékelési idő
- mérési bizonytalanság megadása

6.2 ASTM

Az ASTM által 2013-ban szervezett jártassági vizsgálat jellemzői:

- 673 USD részvételi díj (+ postaköltség)
- homogén alapanyag
- évenként két vizsgálati forduló
- szakítóvizsgálat, r és n érték meghatározás, HRB keménységmérés egy körvizsgálatban
- 40-60 résztvevő

- 5 hónap kiértékelési idő

6.3 MAE

A MAE szakító körvizsgálata 2013-ban:

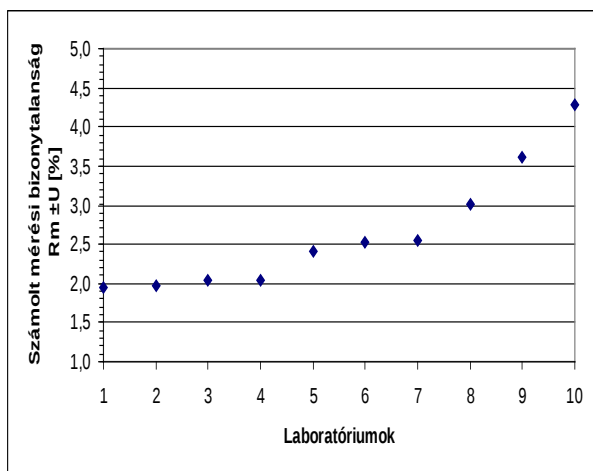
- kedvező részvételi díj (MAE tagok részére még kedvezményesebb)
- nagyobb inhomogenitású alapanyagok
- két mérési tartományt (~5 kN, ~20 kN) lefedő vizsgálat
- 10 résztvevő
- 1 hónap kiértékelési idő
- mérési bizonytalanság megadása

A fenti adatok helyett a számok összevetése ad igazán képet a körvizsgálatok „eredményéről”. A mérési bizonytalanságokat ábrázoltuk a MAE és az IfeP által megadott adatok segítségével (6-9. ábrák).

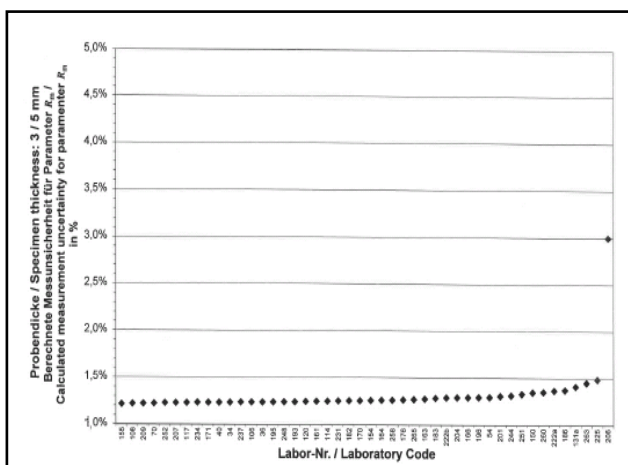
7. ÖSSZEFOGLALÁS

A körvizsgálatok és eredményeik összevetése után megállapítható, hogy a kevésbé homogén próbatest alapanyag és a negyed annyi résztvevő ellenére sincs szégyenkezni valónk. A MAE körvizsgálata, eredményei és kiértékelése nemzetközi színvonalú. A résztvevő laboratóriumok az akkreditálási auditoknál teljes biztonsággal hivatkozhatnak erre a körvizsgálatra, az akkreditálásra készülőknek pedig nagy segítséget nyújthat az akkreditálási rendszer elfogadtatásához.

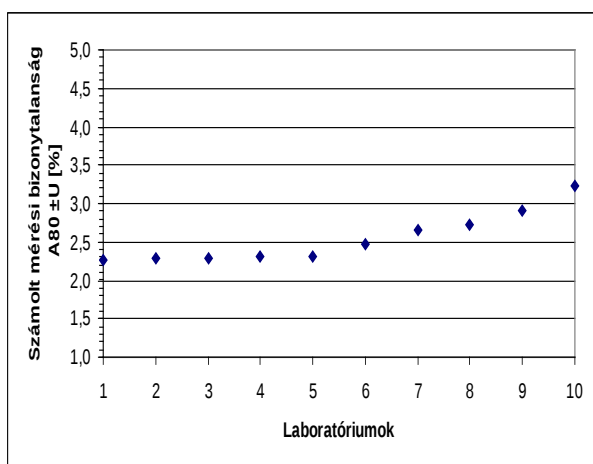
MÉRÉSI BIZONYTALANSÁGOK ÁBRÁZOLÁSA



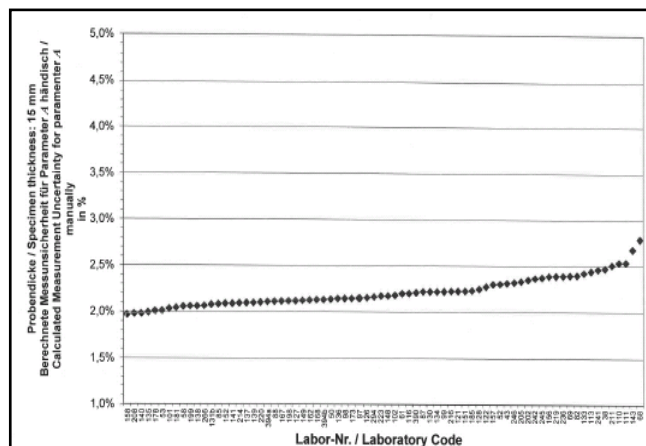
6. ábra MAE résztvevők számolt mérési bizonytalansága (Rm)



7. ábra IfeP résztvevők számolt mérési bizonytalansága (Rm)



8. ábra MAE résztvevők számolt mérési bizonytalansága (A)



9. ábra IfeP résztvevők számolt mérési bizonytalansága (A)

8. KÖSZÖNET

Az alábbi pontban felsoroljuk a körvizsgálat szervezésében és végrehajtásában tevékenykedő kollégákat: Jávor Zoltán, Kiss Balázs, Szabóné Simon Mária, Vainel Viktor (mindannyian az ISD DUNAFERR ZRt dolgozói). Ahogy mondani szokták, az ő munkájuk nélkül nem jött volna létre ez a jártassági

IRODALOM

- [1.] ISO 13528: 2005 Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons
- [2.] ISO/IEC 17043: 2010 Conformity Assessment - General requirements for proficiency testing
- [3.] CWA 15621-2: 2005 (CEN WORKSHOP AGREEMENT) Measurement uncertainties in mechanical tests on metallic materials - Part 2: The evaluation of uncertainties in tensile testing
- [4.] ISO 6892-1:2009 Metallic materials — Tensile testing — Part 1: Method of test at room temperature
- [5.] Institut für Eignungspüfung GmbH (IfeP): Proficiency Test. Tensile test steel. Flat test specimen. ISO 6892-1. 1210 – TTSTF 2012. 23.01.2013
- [6.] ASTM INTERNATIONAL: Committee E28. Proficiency Testing Program. Mechanical Properties of Steel. MS1305. May 2013
- [7.] Prof. Dr. Závoti József : Helyzetmutatók, átlagok, kvantilisok. A szórás és szóródás egyéb mérőszámai.
http://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tamop425/0027_MSTE2/ch01s08.html
- [8.] Varga Szabolcs: Szóródási mérőszámok.
<http://www.scribd.com/doc/160463477/5-Szorodasi-meroszamok>

RONCSOLÁSMENTES ANYAGVIZSGÁLÓK EURÓPAI KÉPZÉSI PROGRAMJA EUROPEAN TRAINING PROGRAM FOR NDT PERSONNEL

SKOPÁL ISTVÁN, DÓCZI MIKLÓS, FÜCSÖK FERENC, LUKOVITS LÁSZLÓ, MÉHÉSZ ISTVÁN, TRAMPUS PÉTER

ÖSSZEFOGLALÁS

A tavalyi év végén lezárult a „Roncsolásmentes Anyagvizsgálók Minősítése – Európai Képzési Program Továbbadása” című Leonardo- projekt, amelynek munkájában a MAROVISZ is részt vett – a cseh, a horvát, a portugál és a spanyol nemzeti roncsolásmentes vizsgálati szövetséggel együtt. A projekt eredményeként a résztvevők megújították és honosították az angol, francia, német és spanyol szakemberek által egy évtizeddel ezelőtt – folyadékbehatolásos, mágnesezhető poros, örvényáramos, ultrahangos és radiográfiai képzésekhez – kifejlesztett tananyagokat és didaktikai útmutatókat. A frissített képzési programok tartalmazzák a legutóbbi években egyre szélesebb körben napi gyakorlattá vált új vizsgálati technikákat is, mint például a fázisvezérelt ultrahangos vizsgálat vagy a digitális radiográfia. Az új tananyagokat várhatóan ez év szeptemberétől kezdve alkalmazzák majd a képző intézmények.

ABSTRACT

At the end of the last year, the Leonardo project named „Transferring European Training Programme for the Qualification of NDT Personnel” has been finished. MAROVISZ, together with the Czech, the Croatian, the Portugal and the Spanish national NDT societies, participated in this project. As the result of the project, the study manuals and didactic guides developed by English, French, German and Spanish experts for penetrant, magnetic particle, eddy-current, ultrasonic and radiographic testing training courses a decade ago have been renewed and translated to partner's languages. All the training programmes updated comprise the new testing techniques became part of the every day practice during the last ten years, such as phased-array ultrasonic testing and digital radiography. As it is planned, the new training materials will be applied at the training centres from September this year.

1. BEVEZETÉS

A roncsolásmentes vizsgálatok minőségének, megbízhatóság-

ának – végezzék azokat akár termékgyártás, akár üzemelő berendezések ellenőrzése során – igen komoly gazdasági és környezeti következményei lehetnek. Gondoljunk csak, például, egy vasúti sín törésére vagy egy nyomástartó edény felszakadására. Ráadásul, a mára már egész életünket átható világgazdasági jelenség, a globalizáció eredményeként ezek a következmények a vizsgálat helyétől távol, határokon és kontinenseken túl is jelentkezhetnek. Elvárható, sőt hosszabb távon gazdaságilag szükségszerű tehát, hogy a termékek minőségét és a különféle veszélyes üzemek biztonságát szerte a világon megbízható roncsolásmentes vizsgálatokkal szavatolják. Fontos az is, hogy a vizsgálatok eredményét széles körben kölcsönösen elfogadják.

A problémát már évtizedekkel ezelőtt felismerték, és a (természetesen a kor technikai színvonalának megfelelő) jó gyakorlatok nemzetközi meghonosítását és elterjesztését szabványosítással (ISO = International Organization for Standardization) és ajánlások megfogalmazásával (ICNDT = International Committee for Non-destructive Testing) igyekeztek elérni. Ezen belül a kezdetektől fogva külön figyelték az emberi tényezőre, belátva, hogy megbízható vizsgálatokat csak jól képzett, gyakorlott és – tegyük hozzá, mert lényeges – elkötelezett személyzet végezhet. Ahhoz pedig, hogy a világ valamely pontján elvégzett vizsgálat eredményében sehol másutt ne kételkedjenek, ne legyen állandó igény a vizsgálatok megismétlésére, szükségesnek találták a vizsgáló személyzet nemzetközileg harmonizált szabályok szerinti minősítését és tanúsítását. Mi több, a képzés – legalább is a képzés minimális tartalmának – harmonizálására is gondoltak.

Az ICNDT, a roncsolásmentes vizsgálatokkal foglalkozók világszervezete harminc évvel ezelőtt tette közzé az ezekre vonatkozó, WH-85 jelű javaslatát [1], ami alapját képezte a néhány évvel később megjelent, a személyzet minősítésére és a minősítés tanúsítására vonatkozó ISO 9712 jelű szabványnak [2], valamint a húsz év múltán kiadott, a minősítésre felkészítő tanfolyamok ajánlott tematikáit tartalmazó ISO/TR 25107 jelű műszaki irányelvnek [3]. Európa, az Európai Unió is követte a trendet: a CEN (Comité Européen de Normalisation) kidolgozta az EN 473-as szabványt [4] és változtatás nélkül átvette a tematikai irányelvet [5]. A minősítés és tanúsítás szabályozása terén a harmonizáció 2012-ben lett teljes, ekkorra született meg – több érdekelt fél, elsősorban az ipari szereplők szorgalmazása nyomán – az egyesített EN ISO 9712 [6], ami az év végétől magyar szabványként is érvénybe lépett.

2. A „PROQUALINDT” PROJEKTEK

A roncsolásmentes vizsgálók minősítésére és tanúsítására vonatkozó EN ISO 9712 (az elődjeihez hasonlóan) részletesen szabályozza magát a tanúsítási folyamatot és tartalmaz néhány formális előírást a szükséges képzésekkel, valamint a

MAROVISZ Magyar Roncsolásmentes Vizsgálati Szövetség
skopal.i@marovisz.hu, doczimiklos@tolna.nat,
ffucsek@mailbox.hu, luko@t-online.hu,
meheszistvan1958@gmail.com, trampus@trampus.axelero.net
A 27. Hegesztési Konferencián elhangzott előadás írott változata

minősítő vizsgákkal kapcsolatban. A képzések és a vizsgák szakmai tartalmát és színvonalát azonban nem határozza meg kellő mélységgel. Márpedig világos, hogy a vizsgáló személyzet kompetenciái mindaddig jelentősen eltérőek lesznek/lehetnek országról-országra, amíg legalább a képzések szakmai minimumát nemzetközileg elfogadott módon nem rögzítik. (Természetesen nem feledkezhetünk meg a többi feltételről – a vizsgálók jártassága, a vizsgák szintje, a tanúsítások komolysága, stb. – sem, de ezek a témák messze túlmutatnak a mostani előadás keretein.)

Nagy előre lépés volt az említett irányelvek megjelenése, melyek – bár az egyes vizsgálati eljárásokhoz és minősítési szintekhez tartozó tematikákat nem dolgozták ki az elvárható részletességgel – támpontot nyújthatnak mind az oktatóknak és hallgatóknak, mind a tanúsító testületeknek. Különösen az utóbbiak számára fontos ez, mert az ő felelősségük, hogy milyen szakmai tartalmú tanfolyam (igazolt) elvégzését fogadják el a tanúsításra jelentkezőktől.

Talán még nagyobb, a harmonizált képzések irányába tett lépésnek ítéltjük meg azt a kezdeményezést, ami azzal a célkitűzéssel született – az irányelveket is megelőzve – hogy az Európában tanúsított anyagvizsgálók kompetenciái gyakorlatilag azonos szintűek legyenek. Ennek jegyében négy EU tagállam – Spanyolország, Franciaország, Németország és az Egyesült Királyság – szakemberei didaktikai útmutatókat, tanfolyami kézikönyveket és egy tanári segédletet állítottak össze azon tanfolyamokhoz, amelyek roncsolásmentes anyagvizsgálókat a minősítő vizsgákra hivatottak felkészíteni. Mivel ez – mint a szakemberek akadálymentes mozgását is elősegítő program – jól illeszkedett az egységes európai piacként megfogalmazott, átfogóbb célhoz, a tananyagfejlesztés a „Európai Képzési Program Roncsolásmentes Anyagvizsgálók Minősítéséhez” (angol rövidítéssel „PROQUALINDT”) nevű Leonardo-projekt keretében zajlott le. Ennek logikus folytatásaként 2011 őszén kezdetét vette egy második, „Roncsolásmentes Anyagvizsgálók Minősítése – Európai Képzési Program Továbbadása” (röviden: „TRANSFER PROQUALINDT”) elnevezésű Leonardo-projekt. A cél az Unió szemszögéből nézve az volt, hogy az első projekt eredményeit további európai országoknak adják át. A pályázó országok – pontosabban azok roncsolásmentes vizsgálati szövetségei – szempontjából pedig az, hogy csatlakozhassanak a közös képzési programhoz és honosíthassák annak dokumentumait. A MAROVISZ a portugál, a cseh és a horvát szövetség társaságában vett részt a munkában, amelyben a fő szerepet a két projekt szakmai kapcsolatát biztosító és a dokumentumok frissítésért felelős spanyol szövetség (AEND) játszotta.

A projekt sikeres, hazai lebonyolítása érdekében a MAROVISZ egy ötfős munkacsoportot alakított ki, amely nagy tudású és széles látókörű hazai anyagvizsgálókból állt, akik hosszú évek tapasztalatával rendelkeznek a személyzet képzése és tanúsítása területén is. Az ő feladatuk volt egyes, meglévő dokumentumok véleményezése és a megújított verziók felülvizsgálata, valamint az együttműködés a nemzetközi partnerekkel. Mivel a magyar nyelvű képzési anyagok előállításának elengedhetetlen kelléke a szakmai, szaknyelvi

lektorálás, ezért kiválasztásuk során angol nyelvismeretük is fontos szempont volt.

A „TRANSFER PROQUALINDT” projekt, ami egyébként – csakúgy, mint az előző – öt vizsgálati eljárásra (ET, MT, PT, RT és UT) korlátozódott, 2013 végén zárult le. Jelenleg a magyar nyelvű tananyagok további szakmai ellenőrzése folyik, az öt eljárás aktív oktatóinak bevonásával.

3. AZ EURÓPAI KÉPZÉSI PROGRAM DOKUMENTUMAI

3.1 DIDAKTIKAI ÚTMUTATÓK

Mind az öt vizsgálati eljárás oktatásához készült egy-egy didaktikai útmutató. Amint az a tartalomjegyzékből (lásd következő oldal) kiolvasható, az útmutatók meghatározzák az anyagvizsgáló képző tanfolyam általános és az adott eljárásra vonatkozó céljait, a tanúsításra aspiráló hallgatókkal szembeni előzetes elvárásokat, megadják az úgynevezett didaktikai egységeket, azaz a tantárgyakat, az oktatáshoz javasolt segédeszközöket, beleértve a szakirodalmat is és a tanfolyam eredményességét értékelő eljárásokat. Végül, a 7.-9. fejezetben, részletesen ismertetik, milyen kompetenciákat kell megszerzniük a hallgatóknak az egyes tantárgyak oktatása során, és ehhez milyen eszközöket célszerű igénybe venniük a tanároknak. Mindezt minősítési szintenkénti bontásban tartalmazza ezek a dokumentumok.

Az 1-es, 2-es, 3-as és 6-os fejezet összhangban van az EN ISO 9712-es szabvánnyal, helyenként szó szerint ismétlik annak megfelelő pontjait.

A 4-es fejezet pedig – és ezt a projekt egyik lényeges eredményének tekinthetjük – követi az ISO/TR 25107-es műszaki irányelvben az adott eljáráshoz ajánlott tematikát. Ezzel egységesen a már évek óta sokak által használt silabuszokhoz igazítottuk a didaktikai útmutatókat és velük együtt természetesen a tanfolyami kézikönyvek – a tananyagok – tartalmát is. Bár a projekt keretében a résztvevők nem állapodtak meg javasolt óraszámokról, fontosnak tartjuk, hogy a honosított útmutatókban feltüntessük a műszaki irányelvben szereplő időtartamokat.

A következő oldalon az örvényáramú vizsgálat-hoz tartozó útmutató fedlapja, a projekt és a résztvevő roncsolásmentes vizsgálati szövetségek logóival, valamint az útmutatók tartalomjegyzéke látható.

3.2 TANFOLYAMI KÉZIKÖNYVEK

A tanfolyami kézikönyvek 12, radiográfia esetében 14 fejezetben foglalják össze az egyes vizsgálati eljárásokkal kapcsolatos, elméleti tananyagot. Minden fejezet egy-egy didaktikai egységnek, azaz egy-egy tantárgynak felel meg, tehát a kézikönyvek is összhangban vannak a műszaki irányelvvel.

Az alábbiakban a mágnesezhető poros vizsgálat kézikönyvének fedlapja és tartalomjegyzéke látható.



8 DIDAKTIKAI EGYSÉGEK - 2-ES SZINT

9 DIDAKTIKAI EGYSÉGEK - 3-AS SZINT



1 ÁLTALÁNOS CÉLOK

- 1.1 1-ES SZINT
- 1.2 2-ES SZINT
- 1.3 3-AS SZINT

2 CÉLKITŰZÉS

- 2.1 1-ES SZINT
- 2.2 2-ES SZINT
- 2.3 3-AS SZINT

3 A HALLGATÓKKAL SZEMBEN TÁMASZTOTT KÖVETELMÉNYEK

- 3.1 FIZIKAI ÁLLAPOT
- 3.2 ELŐISMERETEK

4 DIDAKTIKAI EGYSÉGEK

5 FELSZERELÉSEK

- 5.1 ESZKÖZÖK ÉS ANYAGOK
- 5.2 OKTATÁSI SEGÉDESZKÖZÖK
- 5.3 BIBLIOGRÁFIA

6 VÉGSŐ ÉRTÉKELÉS

- 6.1 1-ES SZINT
- 6.2 2-ES SZINT
- 6.3 3-AS SZINT
- 6.4 ELÉGEDETTSÉG-MÉRÉS

7 DIDAKTIKAI EGYSÉGEK - 1-ES SZINT

1. BEVEZETÉS A RONCSOLÁSMENTES VIZSGÁLATOKBA
2. BEVEZETÉS, A MÁGNESEZHETŐ POROS VIZSGÁLATOK TÖRTÉNETE ÉS ALKALMAZÁSI TERÜLETE
3. FIZIKAI ELVEK
4. MÁGNESES TEREK KELTÉSE
5. A MÁGNESEZHETŐ POROS VIZSGÁLATOK RENDSZERE
6. TERMÉKISMERET ÉS TIPIKUS FOLYTÓNOSSÁGI HIÁNYOK
7. AZ INDIKÁCIÓK MINŐSÍTÉSE ÉS ÉRTELMEZÉSE
8. REFERENCIA DOKUMENTUMOK ÉS VIZSGÁLATI JEGYZŐKÖNYVEK
9. ÉRTÉKELÉS
10. MINŐSÉGI SZEMPONTOK
11. KÖRNYEZETI ÉS BIZTONSÁGI FELTÉTELEK
12. FEJLESZTÉSEK

A kézikönyveknek vannak olyan fejezeteik, amelyek mind címükben, mind tartalmukban eljárás-függetlenek, ilyenek az 1., a 6. és a 10. fejezetek. Természetesen vannak azonos témájú, tehát azonos című, de eljárás-specifikus tartalmú fejezetek is, például a 3., a 8. a 11. és a 12.

Ki kell emelni a több, mint 200 oldalas terjedelménél fogva külön kiadványként kezelt 6. fejezetet, ami szintén fontos hozzáadéka a második Leonardo-

projektnek. Sok ábra kíséretében ismerteti a vaskohászat és a fémek mechanikai viselkedésének alapjait, a különféle gyártási folyamatokat és az azok során jellemzően keletkező folytonossági hiányokat, továbbá az üzemelő berendezések tipikus károsodásait. Foglalkozik a kompozit anyagokkal és azok hibáival is, ami újdonság lesz a magyarországi képzésben. A 6. fejezet tartalomjegyzéke a következő:

- 6.1. METALLURGIAI ALAPISÉMRETEK
- 6.2. A VIZSGÁLATOK TÍPUSAI
- 6.3. A FÉMEK SZERKEZETE ÉS RÁCSHIBÁK
- 6.4. AZ ANYAGOK MECHANIKAI JELLEMZŐI
- 6.5. VASÖTVÖZETEK
- 6.6. GYÁRTÁSI FOLYAMATOK ÉS JÁRULÉKOS HIBÁK
 - 6.6.1. ÖNTÉS
 - 6.6.2. ÖNTÉS SORÁN KELETKEZŐ HIBÁK
 - 6.6.3. ALAKÍTÁS
 - 6.6.4. ALAKÍTÁS SORÁN KELETKEZŐ HIBÁK
 - 6.6.5. GÉPI MEGMUNKÁLÁSOK
 - 6.6.6. GÉPI MEGMUNKÁLÁS SORÁN JELENTKEZŐ HIBÁK
 - 6.6.7. HEGESZTÉSI ELJÁRÁSOK
 - 6.6.8. HEGESZTÉS SORÁN KELETKEZŐ HIBÁK
 - 6.6.9. KORRÓZIÓS FOLYAMATOK
 - 6.6.10. ÜZEMELÉS
 - 6.6.11. ÜZEMELÉS KÖZBEN KI-ALAKULÓ FOLYTONOSSÁGI HIÁNYOK
 - 6.6.12. SZÉNSZÁLAS KOMPOZIT ANYAGOK VIZSGÁLATA
 - 6.6.13. KOMPOZIT ANYAGOK HIBÁI

A tananyagok korszerűségét olyan technikák tárgyalása fémjelzi, mint a fázisvezérelt, a szóródó hullámok futásidejének mérésén alapuló (TOFD = Time-Of-Flight Diffraction) és a nagy hatótávolságú (LRUT = Long-Range Ultrasonic Technique) ultrahangos vizsgálat, a digitális radiográfia, az elektrongyorsítóval előállított röntgensugárzás, a (térérzékelő szonda alkalmazásával végzett) szórt fluxusú mágneses vizsgálat, a frekvenciaszkenneléssel vagy az impulzus üzemű gerjesztéssel végzett örvényáramú vizsgálat. De említésre érdemesek olyan, kisebb horderejű témák is, mint például a LED-es lámpák használata vagy a mágnesezhető poros indikáció hosszának és észlelési valószínűségének a kapcsolata.

Az egyes minősítési szintekhez rendelt tananyagokat – bekezdésenként – eltérő oldalszámúak különítik el egymástól, kivéve a 3-as szintű radiográfiai képzést, melyhez önálló kézikönyv készült.

3.3 TANÁRI ÚTMUTATÓ

Ez az útmutató segíti az oktatókat az elméleti és gyakorlati képzések megtartásában, a különböző előképzettségű és az ismereteket különböző sebességgel elsajátító hallgatók kezelésében, valamint a tanfolyam során naponta elvégzendő értékelések lefolytatásában. Segíti az oktatókat abban is, hogy azonos stílusban tartsák meg a képzéseket, a megszokott vagy annál is jobb minőségben. Az útmutató tanácsokat ad a képzési központok felszerelésére, valamint a didaktikai útmutatók és a többi képzési anyag használatára vonatkozóan.

Az, hogy a jövőben az oktatók egy ilyen segédletet is kézbe vehetnek, már önmagában is elősegítheti a hazai anyagvizsgáló képzés színvonalának emelkedését.

4. ÖSSZEFOGLALÓ

A MAROVISZ – annak a célkitűzésnek a jegyében, hogy előmozdítja a vizsgáló személyzet képzésének és minősítésének magasabb szakmai színvonalra emelését – részt vett az előbbieken vázolt Leonardo-projektben és annak keretében a kor igényeinek megfelelő képzési módszertani útmutatókat, tanári segédletet és tanfolyami kézikönyveket honosított. Amit eddig elértünk, annak a legnagyobb haszna alighanem az, hogy hosszú idő után végre ismét a teljes tananyagot felölelő, magyar nyelvű kézikönyvekkel (jegyzetekkel) támogathatjuk a tanfolyamok hallgatóságának felkészülését.

Tudatában vagyunk ugyanakkor annak, hogy törekvéseink csak akkor vezetnek eredményre, ha azokat az anyagvizsgálókat képző intézmények is támogatják. Ezért előkészítettünk egy velük kötendő megállapodást a képzési dokumentumok átadásának kölcsönösen előnyös feltételeiről. Ezzel kívánjuk biztosítani, hogy a roncsolásmentes vizsgáló személyzet képzése a jövőben – már ez év szeptemberétől – ezeknek az anyagoknak a felhasználásával folyjék.

A megállapodás keretében a MAROVISZ vállalja a dokumentumok karbantartását, az új vizsgálati technikáknak, szabványoknak és releváns jogi szabályozásoknak megfelelő, rendszeres frissítését.

A MAROVISZ egyúttal, a elmúlt két évben kialakította a személytanúsítás feltételrendszerét, és az MSZ EN ISO/IEC 17024-es szabvány szerinti, NAT általi akkreditáció küszöbön áll. A tanúsítás adminisztrációja és a tesztvizsga teljes mértékben internet alapú lesz, de megtartva a hagyományos tesztvizsga lehetőségét is. A tesztvizsga-kérdések

a Leonardo-projekt keretében megszületett tananyagokra épülnek.

IRODALOMJEGYZÉK

- [1] ICNDT WH-85; The complete recommendation on international harmonization of training, qualification and certification of NDT personnel (ICNDT, Bécs, 1985)
- [2] ISO 9712:1992; Non-destructive testing – Qualification and certification of NDT personnel – General principles
- [3] ISO/TR 25107:2006; Non-destructive testing – Guidelines for NDT training syllabuses
- [4] EN 473:1993; Non-destructive testing – Qualification and certification of NDT personnel – General principles
- [5] CEN ISO/TR 25107:2006; Non-destructive testing – Guidelines for NDT training syllabuses
- [6] EN ISO 9712:2012; Non-destructive testing – Qualification and certification of NDT personnel

Az Európai Bizottság támogatást nyújtott ennek a projektnek a költségeihez.

Ez a közlemény a szerzők nézeteit tükrözi, és az Európai Bizottság nem tehető felelőssé az abban foglaltak bármilyen felhasználásáért.



Oktatásügyi és Kulturális Főigazgatóság

Az egész életen át tartó tanulás programja

HELYZETKÉP

REVIEW

A MAGYAR ANYAGVIZSGÁLÓK EGYESÜLETE (MAE) ÚJJÁALKULÁSÁNAK KÖRÜLMÉNYEI REORGANISATION OF HUNGARIAN MATERIAL TESTING ASSOCIATION

TÓTH LÁSZLÓ*, SOMOGYI GYÖRGY

BEVEZETÉS

Ezen cikkben igyekeztünk összefoglalni a Magyar Anyagvizsgálók Egyesülete történetét, kiemelten kezelve a jelen kort, az Egyesület újjáalakulásának történetét, ezzel is megörökítve azon személyek tevékenységét és érdemeit, akik ebben szerepet vállaltak.

A MAGYAR ANYAGVIZSGÁLÓK EGYESÜLETE MEGALAKULÁSÁNAK KÖRÜLMÉNYEI 1897-BEN

Szakmai elődeinknek nem csupán politikai éleslátását kell dicsérni, hanem szaktudását is, hisz nem véletlenül hazánkban alakult meg a második

nemzeti szervezet, a **Tetmajer Lajos** vezetésével 1895. szeptember 9-11. között Zürichben életre hívott **Anyagvizsgálók Nemzetközi Szervezete** után (az első a Német Anyagvizsgálók Szervezete volt, amelynek alakuló ülésére Karlsruhe-ban került sor 1896. október 25-én). A **MAGYAR ANYAGVIZSGÁLÓK EGYESÜLETE** másodikként **1897. június 16-án** alakult meg azzal az alapvető céllal, hogy hazánkat a nemzetközi rendezvényeken ez, és ne az osztrák-magyar egyesület képviselje. A Bányászati és Kohászati Lapok 1898. 3. számában a megalakulás indokaként a következők olvashatók Soltz Vilmos¹, az OMBKE ügyvivő alelnökének tollából:

Mélyen Tisztelt Szaktárs Urak!

Az építő és szerkezeti anyagok szállításánál alkalmazott feltételek sokféleségének úgy szintén az analysisek sokféle eljárásai, melyek azután különböző eredményeket szolgáltatnak, hátrányos voltát úgy a szállítók, mint az átvevők élénken érzik.

Hogy ezen püssás állapoton segítve legyen, a szakférfiak időszakonként nemzetközi Congressusokat tartanak, sőt az 1895. évi zürichi congressuson megállapították a nemzetközi anyagok egyesületét, mely eszentül két évenként tartja congressusait. Ezen congressusok üdvös hatása kétségtelen. Ezen azonban csak eredményeket lehet közzé tenni és újabb feladatokat kitűzni, de a szőnyegen lévő kérdések részletesen nem tárgyalhatók, miért is kívánatos, hogy az egyes kérdéseket részletesebben más helyen tárgyalják. — De nemcsak részletes eszmecserék kivihetősége hanem a fontosabb feladatok megoldásával járó munkák összhangzatos keresztül vitele is indokoltá teszi, hogy a nemzetközi egyesületen kívül más gócpontok is keletkezzenek, mert a nemzetközi egyesületben a tagok sok nyelvésségénél és szétszórtságánál fogva a részletekben az összhangzatos együtt működésük kivihetetlen.

AZ EGYESÜLET

Az egyesület székhelye Budapest, műegyetem.

Az egyesület működéséről egyrészt a Mérnök- és Építész-Egyesület Közlönye, másrészt a Bányászati és Kohászati Lapok fognak beszámolni és ezeknél fogva az anyagvizsgálók egyesületének tagjai csak is azok lehetnek, kik vagy a mérnök- és építész, vagy pedig az országos magyar bányászati és kohászati egyesület tagjai. sorába tartoznak.

Az évi tagsági díj 2 frttal lett megállapítva, mely összeg évenként Just Ferencz m. á. v. mérnök úrnak, mint az egyesület pénztárnokának (lakik József-körút 17. III. em. 16. ajtó) küldendő.

A midőn mindezeket a tisztelt szaktárs uraknak szives tudomásukra hozom, a tárgy fontosságánál fogva az igen tisztelt tagtárs urakhoz azon kéréssel járulni bátorodom, hogy ezen egyesületbe való belépésüket mielőbb celem tudatni méltóztassanak.

Selmeczbánya, 1898. január 22-én.

Kiváló tisztelettel
Soltz Vilmos.

* Egyetemi tanár

1. Soltz Vilmos (1833.12.08. Svedlér – 1901. október 12. Budapest), lásd. BKL. 1901. és Csáky Károly: Híres Selmeczbányai Tanárok. Liliium Aurum, Dunaszerdahely, 2003. p. 163-164.

Az alakuló ülés meghívójában ez áll:

„Kíváncsún tartjuk, hogy az egyesületet már most, azaz az ideai stockholmi kongresszus megnyitása előtt létesítsük, mert ez esetben a kongresszuson már, mint a magyar anyagvizsgáló egyesület tagjai vehetünk részt; tehát nemzeti függetlenségünket teljesen érvényre juttathatjuk, ellenkező esetben pedig mint osztrák-magyarok szerepelnénk, tehát az osztrákokkal közösen egy csoportba soroltatunk, éppen úgy, mint a zürichi kongresszus alkalmával.”

A fenti célkitűzésnek megfelelően a Stockholm-ban 1897. augusztus 23-25. között megrendezett VI. kongresszuson hazánk már önállóan képviselte magát.

Az Egyesület folyamatosan működött és csak az 1945 utáni zavaros politikai helyzetben szűnt meg tevékenysége. Az egyesület elnökei

- 1897-1904 **Czigler Győző** (műegyetemi tanár)
- 1904-1910 **Nagy Dezső** (műegyetemi tanár)
- 1910-1914 **Czékus Aurél** (min. tanácsos)
- 1914-1917 **Rejtő Sándor** (műegyetemi tanár)
- 1917-1924 **Zielinski Szilárd** (műegyetemi tanár)
- 1924-1927 **Gállik István** (mint alelnök, államtitkár)
- 1927-1930 **Czakó Adolf** (műegyetemi tanár)
- 1930-1934 **Zorkóczy Samu** (műszaki vezérigazgató)
- 1934-1939 **Mihalich Győző** (műegyetemi tanár)
- 1939-1942 **Quirin Leo** (műegyetemi tanár)
- 1942-1944 **Misángyi Vilmos** (műegyetemi tanár)

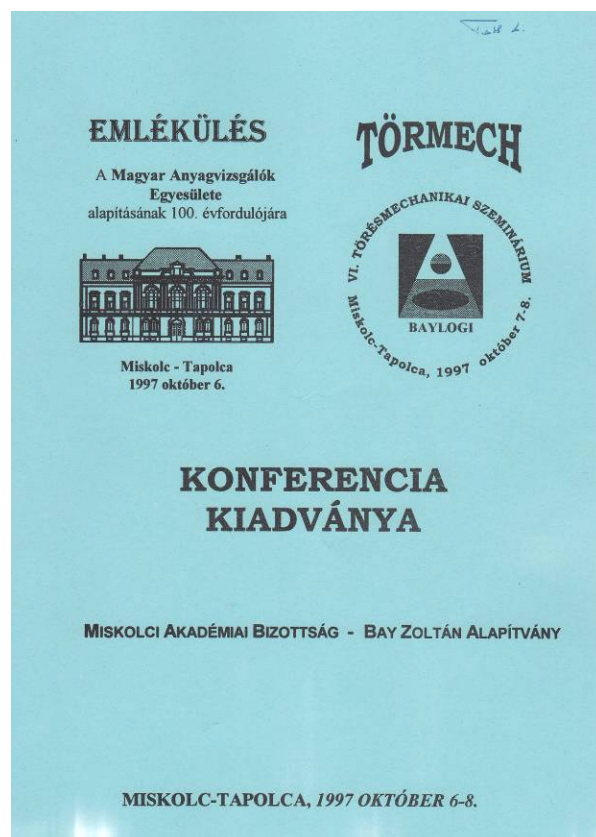
voltak. Rejtő Sándor professzor elnöksége idején megindult hazánkban az első olyan szakmai folyóirat, amely csak az *anyagvizsgálat* témakörével foglalkozott. Korábban az 1867. augusztus 10-én útjára bocsátott **Magyar Mérnök - Egyesület Közlönye** (későbbiekben a Magyar Mérnök- és Építészegylet Közlönye), ill. az 1868. január 15-én beindult **Bányászati és Kohászati Lapok** adott

² Lehofer Kornél: Az anyagvizsgálók honi szervezeteinek története és szerepük a szakma kultúrájában. II. rész: 1945-1997. Emlékkülés a Magyar Anyagvizsgálók Egyesülete alapításának 100. évfordulójára. Miskolc-Tapolca. 1997. október 6. p.18-96.

helyt az anyagvizsgálati témájú közleményeknek. A hányatott sorsú **Anyagvizsgálók Közlönyének** összesen 22 évfolyama és 116 száma jelent meg, miközben az I. világháborút követően tíz évig szünetelt a kiadása (5. Évfolyam 1918, 6. Évfolyam 1928).

A GTE ANYAGVIZSGÁLÓ SZAKOSZTÁLY MEGALKULÁSÁNAK ÉS MŰKÖDÉSI KÖRÜLMÉNYEI 1948-TÓL

Az anyagvizsgálathoz kötődő szakmai tevékenység az 1948. június 19-én (a Magyar Mérnökök és Technikusok Szabad Szakszervezete – MMTSZSZ kezdeményezésére és szervezésében lebonyolított Műszaki Értelmiségi Hét - 1948. június 20-29.) utolsó napján létrehozott Műszaki és Természettudományi Egyesületek Szövetségének² (MTESZ) keretébe terelődött át. A MTESZ-en belül 1949. február 19-én megalakult Gépipari Tudományos Egyesület Technológiai Szakosztálya adott helyet az anyagvizsgálati kérdések összefogására egészen 1957-ig, amikor is 1957. július 4-én 30 fővel, Gillemot László professzor elnökletével létrejött a GTE Anyagvizsgáló Szakosztálya. Ennek első alelnöke Zorkóczy Béla, titkára pedig Réti Pál volt.



A GTE Anyagvizsgáló Szakosztálya kellő lendülettel és szakmai tevékenységgel fogta össze a honi anyagvizsgálatot és szolgálta annak hazai és nemzetközi elismertetését. Ezt hűen és meggyő-

zően tükrözi Lehofer Kornél már idézett és az Anyagvizsgálók Lapjában is publikált nagyszerű, eredeti dokumentumokkal illusztrált történeti áttekintése.

„Az emlékülés jó alkalom volt a jövőbe tekintő, a hogyan tovább? a mit kell tennünk? kérdések köré Rittinger János vitavezetésével felvezetett gondolatok kötetlen megvitatására is. A különböző nézőpontokból elhangzott –néha ellentmondónak tűnő – vélemények ellenére megfogalmazódott az az igény a jelenleg különböző egyesületi szervezeti keretek között működő szakmai közösségeinek tevékenységét legalább is koordináló szövetségi szerződés életre hívására, amely egyeztetett társadalmi kezdeményezéseivel, társadalmunk biztonsága és védelme érdekében, de szakmánknak a társadalmi megosztásban betöltött felelősségteljes feladatival összhangban

- fokozottan jogszabályokban foglaltan is érvényt szerez a társadalmilag ellenőrzött anyagvizsgáló szakértők kizárólagos foglalkoztatásának;

- társadalmi ellenőrzést gyakorol az anyagvizsgáló szakemberek képzése és továbbképzése felett, érvényesítve a vizsgálati és technológia fejlődéséből eredő és a nemzetközi szakmai és etikai követelményeket;

- társadalmi aktivitásával, rendezvényei és kiadványai révén elősegíti az ipari tevékenység környezeti és társadalmi kockázatainak csökkentése érdekében.”

Az 1989-ben bekövetkezett politikai rendszerváltás az 1945-1989 között kialakított hazai szervezeti struktúrákban is változásokat inicializált. Ennek legfőbb eszköze a struktúrák működtetéséhez kötődő állami támogatások, pénzeszközök fokozatos átalakítása volt. A MTESZ-ben tömörült szakmai csoportosulások, szakmai egyesületek egyre kevesebb támogatásban részesültek, következésképpen a METESZ és a különböző szakmai szervezetek – így a GTE – viszonya is egyre feszültebbé vált. Mindez már érezhető volt „A Magyar Anyagvizsgálók Egyesülete alapításának 100. évfordulójára” Miskolc- Tapolcán 1997. október 6-án szervezett „Emlékülés” résztvevői között is. A konferencia kiadványában még nem, de az ülés idején az 1897-ben alapított szervezet újjászervezésével kapcsolatban tartott ülés során Tóth László vetette fel azt a javaslatot, hogy az anyagvizsgálók alapítsák meg a GTE-től független, a 100 éves hagyományokra támaszko-

dó, önálló szakmai szervezetet. Az „Emlékülés”-ről készített beszámolóban Lehofer Kornél és Tóth László is írt³.

Az ekkor már megoszló vélemények ellenére az anyagvizsgálattal foglalkozó szakemberek munkájának összefogására a GTE Anyagvizsgáló Szakosztálya maradt a „felkent” szakmai szervezet. Az ebben folyó munka fokozatosan elszűrült, a MTESZ és a GTE között a feszültség fokozatosan növekedett (különösen a vidéki Technika Házak eladása kapcsán). Ez a lassú agónia vezetett oda, hogy a GTE Anyagvizsgáló Szakosztályából előbb kivált a roncsolásmentes munkabizottság és megalakította a maga önálló szervezetét a Magyar Roncsolásmentes Vizsgálati Szövetséget, a MAROVISZ-t, amely 2007. november 30-án ünnepelte fennállásának és sikeres működésének 10. évfordulóját.

A MAGYAR ANYAGVIZSGÁLÓK EGYESÜLETE ÚJJÁALKÍTÁSÁNAK KÖRÜLMÉNYEI 2011-12-BEN

Az újjáalakítás gondolatát 1997-ben felvető Tóth László szívós kitartással, minden alkalmat megragadva szorgalmazta az egyesület újjáalakítását. A GTE szerepének fokozatos háttérbe húzódása, működésének problémái arra ösztönözték a MAROVISZ vezetésében szerepet kapott szakemberek egy részét, hogy tekintsék generációs feladatnak a Magyar Anyagvizsgálók Egyesületének (MAE) újjászervezését. Ennek eredményeként spontán létrejött egy „előkészítő” csoport amelyben a következő személyek vettek részt: Tóth László, Somogyi György Trampus Péter, Fodor Olivér.

A következő oldalon látható - Kecskés Péter meghívására - 2011. június 25-én Felső-körtvényesen tartott megbeszélés emlékeztetőjének egy részlete.

Ilyen előzmények után gyorsult fel az Egyesület, a MAE szervezése. Az előkészítő csoport tagjai több javaslatot tettek az Egyesület státusára, működésére, feladataira vonatkozóan és lassan kialakult a lehetséges legjobb megoldás.

A legalapvetőbb kérdés az volt, hogy találni kell egy olyan személyt, aki átveszi a szervezés további, érdemi részét és potenciális elnökelőként is megfelelő. Hiszen ennek elismert szakembernek kellett lennie, lehetőleg budapesti (vagy Budapest közeli) lakosnak (a főváros-centrikusság miatt), kellően fogékonnak és precíznek az adminisztratív feladatok megszervezésére és lebonyolítására, megfelelő kapcsolatrendszerrel rendelkezőnek.

Emlékeztető

A Magyar Anyagvizsgáló Egyesületének esetleges „újra- raélesztéséről”

Időpont: 2011. június 25.
Helyszín: Felsőörsény



Részvevők:

- Trampus Péter
- Somogyi György
- Fodor Olivér
- Kecskés Péter
- Tóth László

Előzmények:

- A magyarországi anyagvizsgáló szakembereket tömörítő szakmai szervezet 1997. június 16-án alakult azzal az alapvető céllal, hogy használatát a nemzetközi rendezvényeken ne az osztrák-magyar egyesület képviselje. Elő vezetője Czigler Győző egyetemi tanár volt (1997-1994).

- A Bay Zoltán Alkalmazott Kutatási Alapítvány Logisztikai és Gyártástechnikai Intézete a Miskolci Akadémiai Bizottsággal (MAB) közösen az alapítás 100. évfordulója alkalmából 1997. október 6-án a MAB székházában jubileumi konferenciát szervezett, ahol több résztvevőben felmerült az Egyesület „újraélesztésének” ötlete. Az akkori szakmai szervezeti élet és annak struktúrája, a jogi környezet nem segítette az ötlet megvalósítását.
- A körülmények megváltozása, a MAROVISZ szervezetsége, eredményei felvetették az „újraélesztés” elvi lehetőségét.

A megbeszélés kapcsán felvetődött és megvitatott kérdések:

1. A megbeszélésen résztvevők státusza milyen (magánember, szervezet képviselője)?
2. Van-e egyáltalán igény a szervezett „újraélesztésére”?
3. Ha igen, akkor milyen szervezeti formában? „Egyesület” vagy „Szövetség”? (A továbbiakban a MAE rövidítést használjuk függetlenül a jogi szervezeti formától)
4. Ha igen, akkor mikorra időszítendő a „százlóbontás”?
5. Milyen szakmai területeket és milyen struktúrában fogadjon be az „újraélesztett” szervezet?
6. A MAROVISZ és a MAE kapcsolat milyen lesz, legyen?
7. Melyik rendezvény lehet a MAE „százlóbontása”, az AGY lehet-e, legyen-e?
8. Hogyan és kik szervezik meg a MAE-t, milyen ütemezésben?

A megbeszélés eredményei (a felvetődött kérdések sorrendjében):

Az előkészítő csoport 2012.01.23-i megbeszélésén Somogyi György javaslatot tett Gillemot László személyére, aki gépészmérnökként 30 évig dolgozott a Fémipari Kutató Intézetben és ezen belül 6 évig ő vezette az anyagvizsgáló osztályt. A FÉMKUT megszűnése után a további munkahelyein, mint a KFKI-AEKI-ben és még inkább az ALSTOM- Powerben betöltött minőségellenőrzési menedzseri beosztásában továbbra is folyamatosan napi kapcsolatban volt az anyagvizsgálattal.

A javaslatot minden résztvevő elfogadta. A meghívott Gillemot László a felkérésre pozitívan reagált, az aktív szervezőmunkába történő csatlakozást vállalta.

Miután Somogyi György elkészítette az első alapszabály tervezetet, 2012. március 26-án lefolytatásra került a Magyar Anyagvizsgáló Egyesület alakuló ülése, amelyen 26 szakember vett részt és nyilvánította ki egybehangzó szándékát az Egyesület megalakítására.

³ Lehofer Kornél, Tóth László: Anyagvizsgálóink emlékülése Miskolc-Tapolcán. Anyagvizsgálók Lapja. 1997/4. p.107-108.

Ezzel párhuzamosan az Anyagvizsgálat a Gyakorlatban (AGY) szakmai Szeminárium létrehozói és szervezői (Harnisch József, Fodor Olivér, Somogyi György) az AVI-SZAK (Anyagvizsgáló Szakmérnöki kör) képviselőiben áttekintették a kialakuló helyzetet és úgy döntöttek, hogy bizonyos, megállapodott feltételekkel átadják az AGY szervezési jogát a MAE részére. Ennek eredményeként a VI. AGY rendezvény, 2012. június 6-8. között már a MAE szervezésében került lebonyolításra Cegléden.

VÉGEREDMÉNY, JELENLEGI HELYZET

A szervezet - képviselője útján - 2012. április 5. napján kelt beadványában - kérte a szervezet nyilvántartásba vételét, amely kérésnek a Fővárosi törvényszék – többszöri alapszabály módosítás, finomítás után helyt adott és a 7.Pk.60.222/2012/3-I. 2012. június 27-én kelt iratában elrendelte az egyesület nyilvántartásba vételét, az alábbi adatokkal:

A szervezet nyilvántartási száma: 14.874
A szervezet neve: Magyar

Anyagvizsgálók Egyesülete

A szervezet rövid neve: MAE
A szervezet székhelye: 1211

Budapest, Varrógépgyár utca 8-10.

A képviselők neve, lakcíme és képviseli joga gyakorlásának módja:

Dr. Gillemot László elnök (2120 Dunakeszi, Barátság útja 12/B) képviseli jogának terjedelme: általános, képviselői joga gyakorlásának módja: önálló.

A szervezet célja: Az 1987-ben alapított és a II. Világháború végén megszűnt Magyar Anyagvizsgálók Egyesülete hagyományának ápolása, érdek egyeztetés, érdekvédelem, szakmai információs tevékenység, szakmai közreműködés szabványosításban, szakmai képzések szervezése, lebonyolítása, a szakmai kultúra javítása, a vizsgálószerkezet képzésének és tanúsításának magasabb szakmai színvonala érdekében kifejtett tevékenység, szakmai képviselő nemzeti szakmai szervezetekben.

Az Egyesületnek 2013. december 31-én 87 fő egyéni és 13 jogi tagja volt.

Mindezen gondolatok, események vezettek oda, hogy a MAE az első megalakulásának 115. évfordulóján újjászervezte megindította munkáját, és az anyagvizsgálattal foglalkozó szakemberek idősödő korosztálya teljesítette generációs feladatát abban a hitben, hogy követőik nem fogják hagyni e szakma elhalványulását és a szakma érdekeinek érvényre jutását.

Szerkesztői megjegyzés: A képként megjelenített szöveg kinagyítás után olvashatóvá válik.

BESZÁMOLÓK

ACCOUNTS

BESZÁMOLÓ A 7. ANYAGVIZSGÁLAT A GYAKORLATBAN SZEMINÁRIUMRÓL REPORT ON 7TH MATERIAL TESTING IN PRACTICE CONFERENCE

2014. június 18 – 20 között került megrendezésre a 7. Anyagvizsgálat a Gyakorlatban – népszerű nevén a 7. AGY. Ez úttal is a rendezés, szervezés feladatát az anyagvizsgáló szakmérnökök (AVI-Szak) és a Magyar Anyagvizsgálók Egyesülete (MAE) együttesen végezte a BME ATT, a MAROVISZ, a MAHEG, a ME és a SZE támogatásával.

A 7. AGY fókuszában – tekintettel a hazai autógyártás gyors ütemű fejlődésére, valamint a Paks II. beruházás szerződésének aláírására – a gépjárműipari és atomerőműi anyagvizsgálatok álltak. Természetesen számos más téma is sorra került, akár a vizsgálati technikák oldaláról (pl. „Röntgen diffrakciós vizsgálati módszerek alkalmazása a maradó feszültségállapot vizsgálatára”, akár a termékek oldaláról kiindulva (többek között „MÁV sínfej repedések (HC) vizsgálata”).

Az úgynevezett „nulladik napon”, amely „High tech az anyagvizsgálatban” címmel került megrendezésre, a korszerű eszközökkel szerzett tapasztalatokról számoltak be az előadók.

A plenáris szekció keretében Lepsényi István vezérigazgató foglalta össze a járműipari fejlesztéseket „A magyar járműipar fejlődése különös tekintettel a kutatásra” címmel. „Az anyagvizsgálatok szerepe a járműipari minőségbiztosításban” címmel Rolf-Friedrich Doernhofer (AUDI Hungária Kft) minőségbiztosítási vezető tartott előadást. Mindkét előadás PowerPointos ábrái részét fogják képezni a következő Lapszámnak.

Az AGY hagyományainak megfelelően egy a témához kapcsolódó, de nem szorosan vett anyagvizsgálati előadásra is sor kerül. Ennek keretében – a TV-ből is jól ismert - dr. Hanula Barna beszélt a Forma 1 fizikájáról.

A 75 regisztrált résztvevőjú szemináriumon összesen 28 előadás hangzott el, és 12 poszter került kiállításra. A poszterek megtekintése előtt 5 – 5 perces szóbeli „kedv csinálóra” is volt mód.

Örömteli jelenség volt, hogy az előadók között jelentős számban, a korábbiaknál sokkal nagyobb arányban voltak fiatalok. A korábbi rendezvényeken is jelentős szerepet játszó Széchenyi Egyetemet is felülmúlták – a korábban nem túl aktív – Miskolci Egyetem munkatársai, hallgatói. A számszerűségnél is fontosabb, hogy a fiatalok magas szintű munkákat mutattak be – jó stílusban.

Sajnálatos negatívum a verseny piacon tevékenykedő anyagvizsgáló cégek alacsony részvétele volt. Annak ellenére, hogy ezt a jelenséget már többször elemeztük, további erőfeszítésekre van szükség a helyzet megváltoztatására.

Az hagyományos üzemlátogatás szervezésekor - autóiipari témához kapcsolódva - a legújabb autógyár a kecskeméti Mercedes üzem került kiválasztásra. Ez is hozzájárult ahhoz, hogy az AGY történetében először fordult elő, hogy egy olyan város lett a helyszín, ahol már korábban is volt szeminárium. A gyárban töltött másfél óra alatt valóban a XXI. század technikája nyűgözte le a látogatáson résztvevőket.

A konferencia zárását követő visszajelzések pozitívnak mondhatók, az észrevételek is inkább a jövőre vonatkozó tanácsok voltak.

A rendezvény háttérét a kecskeméti Granada Konferencia Wellnes és Sport Hotel biztosította magas színvonalon. Az előadások iránti érdeklődést jól mutatta, hogy a vonzó sport és wellness lehetőségek ellenére nagyszámú érdeklődő hallgatta végig a prezentációkat.



A tapasztalatok összegezése, a 7. AGY részletes értékelése és a szükséges következtetések levonása a MAE vezetőségének közeljövő beli feladata lesz.

Külön köszönetet kell mondani mindazoknak, aki közreműködtek a szervezésben, rendezésben és ezek közül is ki kell emelni Dr. Czinege Imre, Csizmazia Ferencné dr és Harnisch József tevékenységét és a munkájukat támogató Naszádi Anikót.

Gillemot László
MAE elnök

DR. RITTINGER JÁNOS
(1939-2013)

A gyászír, a halál ténye mindig felkészületlenül, és tragikusan érint minden érző szívet. Dr. Rittinger János végleges távozása körünkől pedig különösen mélyen érintett engem, hiszen a tragikus napot megelőzően Algériában, Mascarában egy nemzetközi konferencián a plenáris előadásom megtartását követően sűrű levelezésbe kezdtünk a debreceni otthonában dolgozó Rittinger Jánossal készülő „Ifjan – Éretten – Öregén” könyv egyes lapjaival kapcsolatban. Péntek éjjel - szombat hajnalban visszaérvén Miskolcra, reggel ért a megdöbbentő hír, hogy János Barátom pénteken késő este, a repülőgépem budapesti landolásának időpontjában elhunyt!

Egyetem) Gépészmérnöki Karára 1957-ben felvételt nyert, Egyetemi tanulmányai során 1958–1961 között Népköztársasági ösztöndíjban részesült, majd 1961-től a diploma megszerzéséig a Vasipari Kutató Intézet társadalmi ösztöndíjasa lett Zorkóczy Béla professzor úr támogatásával.

A Mechanikai Technológia tanszéken működő tudományos diákkörben vett részt Zorkóczy Béla professzor (távollétében Pirkó József adjunktus) vezetésével. Nem volt KISZ tag, nem volt és a későbbiekben sem lett tagja pártnak, politikai szervezetnek. Kitüntetéses eredménnyel okl. gépészmérnöki diplomát kapott 1962-ben.



A búcsú azért is nehéz, és a megfelelő szavak keresése, mert önkéntelenül életünk közös élményei, vagy az említett életrajzi jellegű könyv már elkészült oldalai jutnak eszembe. A személyes érzéseket elvetvén a nekrológ további része koncentráljon Dr. Rittinger János gazdag életének tényszerű adataira!

A debreceni Gépipari Technikumban (amely a Mechwart András nevet vette fel) érettségizett 1957-ben, gépészmérnöki oklevelet szerzett. Középiskolai tanulmányai során több szakmai és matematikai tanulmányi versenyen sikeresen vett részt. A Nehézipari Műszaki Egyetem (ma Miskolci

Posztgraduális képzés keretében 1965-ben ugyancsak kitüntetéses eredménnyel, hegesztő szakmérnöki diplomát, 1967-ben summa cum laude minősítéssel egyetemi doktori címet, 1991-ben EUR-ING, 2000-ben EWE (European Welding Engineer), IWE (International Welding Engineer) diplomát szerzett. A roncsolásmentes anyagvizsgálat területén 2001 óta VT3, PT3, MT3, RT3 minősítéssel rendelkezik.

Első munkahelye a Vasipari Kutató Intézet Hegesztési Osztálya volt, ahol kezdetben tudományos munkatárs, tudományos csoportvezető, végül a hegesztési osztály vezetője. Munkája során

mindvégig a Zorkóczy Béla professzortól tanult mondást: „az eladható tudománynak van értéke” vallotta.

Kezdeti munkái közül ki kell emelni néhány fontosabb témakört: a hegeszthetőség megfogalmazása (MSZ 4305:1965) és alkalmazása az acélok fejlesztésében. Segédlet kidolgozása a hegesztési technológia meghatározásához a kötés repedésmertessége alapján. (MSZ 6280, 1964–1971). Acél kiválasztási rendszer kidolgozása nyomástartó berendezések rideg törésének elkerüléséhez (Fehérvári Attila évfolyamtársával, barátjával közösen) (1970). Később ez MSZ 13802 szabványban jelent meg.

A mikroötvözés hatékonyságának növelése acélok és hegesztési varratok esetén (Fehérvári Attilával közösen, 1970–1975). Munkájuk eredményének elismeréseként vendég előadó meghívást kaptak az Union Carbide Corporation Metals Division-tól a Micro Alloying '75 konferenciára, amelyen 1975. október 1-3. között Washingtonban részt is vettek.

Nagynyomású kőolaj és földgáz távvezetékek minősítése (ASME, API előírások szerint) és a hegesztési technológiájuk kidolgozása (1970–1974).

A törésmechanika bevezetése és gyakorlati alkalmazása területén hazánk meghatározó centrumát hozta létre Fehérvári Attilával közösen (1972–1975). Ehhez a témakörhöz kapcsolódik egyik sikeres szabadalma, (lajstromszáma:193 690), amelyet a Bánki Donát Gépipari Műszaki Főiskola (ma Óbudai Egyetem) munkatársaival együtt alkottak meg. Ez egy olyan szakítógép volt, amely 650°C hőmérsékletig modellezi a kúszást, atmoszférikus közegben a feszültségkorróziót, és természetesen törésmechanikai vizsgálatokra is alkalmas. E berendezésből 10 darab készült. A használatához egy, máig meghatározó segédlet készült, Fehérvári Attila, Fuchs Erik, Rittinger János: *A törésmechanika alkalmazása hegesztett szerkezetek megbízhatóságának és az acélfelhasználás gazdaságosságának fokozása céljából* (VASKUT-FERINOV, 1975).

Későbbi kutatómunkáival kapcsolatos jelentős munkája: „Szilárdsági ellenőrzések és ismétlődő vizsgálatok atomerőművi berendezések állapotának és becsült élettartamának meghatározása”, amelynek vezetője és több altémájának kidolgozója volt (1980-1985).

Munkája részét képezte számos ipari káreset elemzése, amelyek közül 1969. január 2.-án bekövetkezett répcelaki cseppfolyós szénsav tartály rideg törése volt a legsúlyosabb. Számára nagy öröm és megtisztelés volt, hogy a másodrendű vádlott, aki indokolatlanul két év és nyolc hónap

börtönbüntetést kapott, felkérte, visszaemlékezésében egy fejezet megírására. Megtette, mert vallja, hogy a társadalom igazságtalan a mérnöki munkával kapcsolatban. A mérnök mindenkor a társadalom javát szolgálja (jobbnál jobb gépkocsik, háztartási gépek, számítógépek, biztonságos energia ellátás stb.) ezt a társadalom elfogadja, élvezi, de rögtön kritikával illeti (rosszul fogalmazott környezetvédelem, antinukleáris mozgalom).

Életének fontos szakasza az 1987–2001 közötti időszak, amikor a Magyar Villamosművek Anyagvizsgáló és Állapotellenőrző Laboratóriumának igazgatója. Fontosabb munkái az erőművi berendezések állapotellenőrzési rendszerének kidolgozása, módszer bevezetése a kúszási károsodás értékelésére, kockázat alapú állapotellenőrzés, roncsolásmentes anyagvizsgálat, a roncsolásmentes anyagvizsgáló-képzés fejlesztése, körvizsgálatok, tréning, számítógépes modellezés bevezetése, káresetelemzések.

2001-ben nyugdíjba ment, még abban az évben vállalkozóként létrehozta a RITTINGER ENGINEERING Szakértő és Tanácsadó Vállalkozást. Fontosabb szakterületek: erőművi berendezések káresetelemzése, maradó élettartamuk meghatározása, szénhidrogén ipari berendezések maradó élettartamának kockázat alapú becslése, káresetelemzések, szénhidrogén ipari berendezések gyártásának felügyelete, tanácsadás, oktatás, hegesztők minősítése.

2002–2008 között részt vett a Paksi Atomerőmű élettartam hosszabbítás és teljesítmény növelése program két, a reaktortartály és az anyagvizsgálatok szakértői testület munkájában.

A mindennapos kutatói munka mellett fontosnak tartotta a különböző szakmai szervezetek életében való részvételt, olykor magas tisztséget is betöltve. Így megalakulása óta (1969) tagja a Hegesztő Minősítő Bizottságnak, illetve utód szervezetének, a Hegesztő Minősítő Testületnek és az Anyagvizsgáló Minősítő Testület igazgatóságának. 1967 óta az Országos Magyar Bányászati és Kohászati Egyesületnek, 1968 óta pedig a Gépipari Tudományos Egyesületnek. Ez utóbbiban 1980–1990 között a Hegesztési Szakosztály titkára, 1990–1993 között az Egyesület főtitkára, 1994–1995 között az Egyesület elnöke, 1997–2011-ig a Hegesztési Szakosztály elnöke, 2012-től a Hegesztési Szakosztály tiszteletbeli elnöke.

1987 óta az Energia Tudományos Egyesület 1989-től az American Welding Society tagja. 1970 óta a Nemzetközi Hegesztési Intézet (IIW) magyar delegátusa tisztségét látja el a IX, X, XI bizottságokban. 2001-óta a Magyar Mérnöki Kamara tagja. Megalakulása (1990) óta 2001-ig munkahelye, 2001-től pedig vállalkozása képviselőjében tagja a

Magyar Hegesztéstechnikai és Anyagvizsgálói Egyesülésnek.

Szakmáját igen magas szinten művelte. Újabb és újabb problémák kimunkálásában, problémák megválaszolásában vett részt mélyreható ismereteit felhasználva azokat folytonosan bővítve. Kimagasló tevékenységét jelzik fontosabb kitüntetései: Oklevél az Erzsébet híd újjáépítésében végzett munkáért (1964), Miniszteri Elismerő Oklevél (1971, 1978, 1982), nívódíj (OMBKE, 1971, 1977, 1978, Fehérvári Attilával közösen), egyesületi érem (GTE, 1973), nívódíj (GTE, 1973, 1997), elismerő oklevél a szabványosítás területén végzett 10 éves munkáért (MSZH, 1976), elismerő érem a szabványosítás területén végzett 15 éves munkáért (MSZH, 1982), VASKUT nívódíj első fokozata (1983, 1986 Fehérvári Attilával közösen), Pattantyus Ábrahám Géza díj (GTE 1987), Zorkóczy Béla emlékérem (GTE, 1992), MTESZ díj (1994), Eötvös Lóránt díj (1995), Pro Magyar Hegesztéstechnikai Egyesülés (2000), IIW-ben végzett munkáért elismerő oklevél (2006), Sóltz Vilmos díj (2006), Bánki Donát díj (GTE, 2010), MAROVISZ-Díj (2013), Terplán Zénó Díj (2013), tiszteletbeli polgár cím (Óbudai Egyetem Bánki Donát Gépész és Biztonságtechnikai Mérnöki Kar, 2010).

Szakirodalmi munkássága: 5 könyvrészlet, publikációinak száma 140, amely tartalmazza a ppt



prezentációk diáinak papír formában megjelent változatát is. A publikációi közül több mint 20 idegen nyelven jelent meg. Több publikációt Fehérvári Attilával, Tóth Károllyal, Kern Ferencsel közösen készített. Előadási világosak, a probléma lényegét felvázoló, a megoldás lehetőségeit elemző, humoros megjegyzésekkel tarkítottak voltak. Élvezet volt azokat hallgatni.

lő, a megoldás lehetőségeit elemző, humoros megjegyzésekkel tarkítottak voltak. Élvezet volt azokat hallgatni.

Külföldi kapcsolatai: több ország hegesztési intézetével volt folyamatos kapcsolata. Az élete úgy alakult, hogy hosszabb időt nem töltött külföldön. Számos országban Japántól az Amerikai Egyesült Államokig, Svédországtól Szingapúrig, Moszkvától Londonig, Kínában, Indiában vett részt esetenként több alkalommal is hegesztési konferenciákon, szakértői értekezleteken, illetve közgyűléseken. A szakmájáért élt s halt.

Életét, eredményeit idézze fel mindnyájunkban a következő két fénykép, amelyek közül az egyik Miskolcon készült 2012. június 30.-án az „Aranydiploma” átvételi ünnepségén, a másik Budapesten, az Óbudai Egyetemen 2013. május 11.-én a Terplán Zénó Díj átvétele során készült. János az Aranydiplomások nevében köszöntette az Ünnepi Szenátus résztvevőit. Felszólalásában idézve Püthagorasz-t, így szólt: „Ha majd elhagyod földi testedet, s felemelkedsz a lélek hazájába, akkor Te magad is Istenné válsz; fénylővé, halhatatlanná és örökéletűvé”. „Kedves elhunyt Évfolyamtársaink nem hagyatok itt, csupán megelőztetek!”

Kedves János! Sajnos nincs mit tenni, el kell fogadni az élet természetes velejáróját, a halált is! Tesszük ezt mindnyájan, akik kapcsolódunk életed bármelyik periódusához kötődő eseményeihez, történéseihez, akik tisztelnek, becsülnék és elismernek, akik megismerhettek Téged, az Embert, akik szakmai kapcsolatba kerülhettek Veled, akik életed egy-egy meghatározó szakaszaiban melletted, Veled lehettek a földi léted 27189 napjának, szíved 2,4 milliárd dobbanásának valamelyikében. A sok-sok barátod nevében búcsúzik Tőled

Páczelt István, az évfolyamtárs, akivel kora gyermekkorától kapcsolatban voltál,

Fehérvári Attila, a munkatárs, évfolyamtárs, akivel életed szakmai tevékenysége kibozgathatlanul összeforrt,



Tóth László, a barátok egyike, aki sokat köszönhet az idősebb szakembernek.

Te már a beköltöztél a Halhatalanok, Örökéletűek hazájába. Nyugodj Békében!

Tóth László
egyetemi tanár