

DINAMIKUS NANO- ÉS MIKROKEMÉNYSÉG MÉRÉSE

1. BEVEZETÉS

Az anyagtudománnyal foglalkozó kutatók egyik célja, hogy olyan módszereket dolgozzanak ki, melyekkel egyszerűen, gyorsan és anyagta-
karékosan vizsgálhatják a szilárd testek mechanikai tulajdonságait. Ilyen eljárás az ún. keménységmérés, amit közel száz éve sikerrel alkalmaznak különböző anyagok keménységének vagy folyáshatárának összehasonlítására. Ez a statikus mérési módszer azonban csak bizonyos méreteknel nagyobb minták vizsgálatára alkalmas a viszonylag nagy alkalmazott terhelőerő miatt, másrészt nem képes számot adni a vizsgált anyagban lejátszó dinamikus folyamatokról.

Az anyagtudomány, illetve a technológia fejlődésének következtében egyre több korszerű anyag, mint pl. vékonyrétegek vagy nanométeres szemcseméretű anyagok, kerülnek ipari alkalmazásba. Az ilyen anyagok mechanikai tulajdonságainak vizsgálatára a minták kis mérete miatt sokszor csak a keménységmérés módszere alkalmas, ezért mind a kutatás, mind az alkalmazás szempontjából igen nagy igény van sokkal finomabb pontosságú, dinamikus keménységmérési eljárások kifejlesztésére.

A klasszikus keménységmérésnél adódó problémák megoldására az 1980-as években fejlesztették ki az ún. mélységérzékeny keménységmérést (depth sensing indentation), amit a jellegére utalva most már dinamikus keménységmérésnek is szoktak nevezni. A mérés finom ($0,1\text{ mN}$) erőszabályozása és nagy pontosságú (nanométeres) mélységi felbontása igen széles anyagskálán teszi lehetővé a mechanikai paraméterek meghatározását. Így a szokásos keménységen kívül, az anyag rugalmas állandói (pl. a Young-modulusz), a törési szívósság, valamint az anyag plasztikus viselkedését (pl. alakítási keményedés, kúszás, diszlokáció-ötvöző kölcsönhatás stb.) leíró paraméterek is meghatározhatók, illetve a változások nyomon követhetők.

2. A HAGYOMÁNYOS (STATIKUS) KEMÉNYSÉGMÉRÉS

A keménységvizsgálat a 20. század elején kifejlesztett módszer, amely sikeresen alkalmazható fémek képlékeny tulajdonságainak egyszerű, anyagtakarékos jellemzésére. A mérés során kemény, jól definiált geometriájú (gömb, kúp vagy piramis alakú) benyomófejet, meghatározott nagyságú, felületre merőleges erővel a mintába nyomunk. A fej addig hatol az anyagba, amíg lenyomata olyan nagygyá nem válik, hogy a felületi nyomás már nem okoz további képlékeny alakváltozást. Ha a minta kemény, akkor kisebb, ha pedig puha, akkor nagyobb nyom keletkezik. A keménységet a mérőfejre ható F terhelőerő és a mintában keletkezett lenyomat A felületének hányadosaként definiáljuk [1]. Keményebb anyaghoz tehát nagyobb keménységérték tartozik.

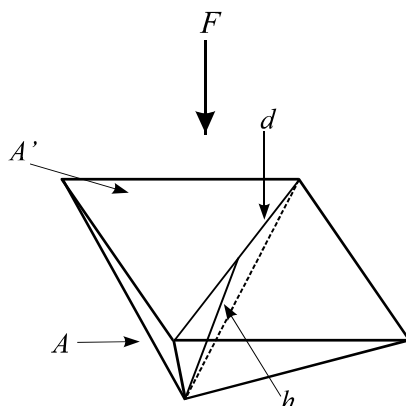
2.1. A VICKERS-KEMÉNYSÉGMÉRÉS

A keménység értéke nagymértékben függ a használt mérőfej geometriájától, kisebb mértékben annak anyagától. Az anyagtudományi vizsgálatokban a Vickers-módszer a legelterjedtebb. A Vickers-féle keménységmérésnél használt mérőfej tetragonális gyémántpiramis (lásd az 1. ábrát), amely jellegzetes négyzet alakú lenyomatokat hagy az anyagban. A négyzet alaplapú piramis csúcsába futó négy él közül a szemköztiéket által bezárt szög $148,07^\circ$, míg piramis szemközti lapjai által bezárt szög $135,95^\circ$. A Vickers-keménységet definíció szerint a terhelőerő (F) és a megterhelt fej alatti érintkezési felület (A) hányadosaként számítjuk. A mérőfej alatti érintkezési felület kiszámítható a fej kiemelése után megfigyelhető négyzet alakú lenyomat d átlójából (1. ábra), amelyet mikroszkóppal határozhatunk meg. A Vickers-keménység (HV) definíciója a fentiek alapján:

$$HV = \frac{F}{A} = \frac{F \cdot 2 \sin \frac{135,95^\circ}{2}}{d^2} = 1,8544 \frac{F}{d^2}. \quad (1)$$

Megjegyezzük, hogy a Vickers-fej előállításakor előfordul, hogy a gyémántpiramis négy éle nem egy pontban találkozik, ami nagyon kis terhelések esetén szisztematikus hibát okozhat a keménységmérésben. Ennek a kiküszöbölésére készítették el a Berkovich-fejet, amely tetraéder

alakú, így három éle van, amelyek biztosan egy pontban találkoznak. A Berkovich-fej háromszög alakú lenyomatot hagy az anyagban, amelynél a terület–benyomódási mélység arány megegyezik a Vickers-fejével.



1. ábra. A Vickers-fej mintába merülő részének sematikus rajza

A kísérleti tapasztalatok azt mutatják, hogy a fej kiemelése közben a nyom mélysége csökken, de a fej alatti érintkezési felület vízszintes vetülete nem változik, így az jó közelítéssel megegyezik a maradó négyzet alakú nyom területével ($A'=d^2/2$). Következésképpen a megterhelt fej alatti átlagos érintkezési nyomás kiszámítható a terhelőerő és a maradó nyom területének hányadosaként ($p=F/A'$). Az (1) kifejezésből következik, hogy $A'/A=0,927$, így a Vickers keménység és a fej alatti átlagos érintkezési nyomás között fennáll a következő kapcsolat:

$$HV = 0,927p, \quad (2)$$

azaz HV az átlagos érintkezési nyomással azonos fizikai tartalommal bír. Gyakran az átlagos érintkezési nyomást nevezik keménységnek, amelyet csak H -val jelölnek.

Azokat a fémeket, amelyek deformációja során az alakításhoz szükséges feszültség nem változik a deformáció növekedésével, nem keményedő fémeknek nevezzük. Nem keményedő fémek esetében egyszerű lineáris kapcsolat áll fenn a Vickers-piramissal mért átlagos érintkezési nyomás és a minta σ folyásfeszültsége között [1]:

$$p \approx 3,3\sigma. \quad (3)$$

A kapcsolat a terhelés nagyságától függetlenül érvényes. A terhelésfüggetlenség egyik oka az, hogy a gyémántpiramis hegyes csúcsa szinte pontszerű, így alatta a nyomás már kisebb terhelések esetén is elég nagy ahhoz, hogy a fej körül az anyag plasztikusan deformálódjék. A másik ok, hogy tetszőleges terhelésnél a fej alatti benyomódás alakja hasonló, ezért a piramis egyensúlyba kerülése után az átlagos érintkezési nyomás értéke független a terhelés nagyságától. Nagyon kis terhelések esetén, ahol a piramis csúcsa már nem tekinthető pontszerűnek, a terhelésfüggetlenség nem áll fenn!

Nem keményedő fémekre a Vickers-keménység és a folyásfeszültség közötti kapcsolat (2) és (3) alapján a következő alakú [1,2]:

$$HV \approx 3\sigma. \quad (4)$$

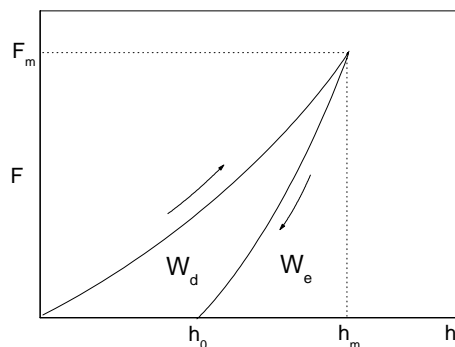
Azokat a fémeket, amelyek képlékeny alakításához szükséges feszültség növekszik a deformáció előrehaladtával, keményedő fémeknek nevezzük. Ha a Vickers-keménységmérést keményedő fémeken végezzük el, azt tapasztaljuk, hogy a keménységmérés kb. 8%-os képlékeny deformációnak felel meg. Ez azt jelenti, hogy ha egy előzetesen ε_0 képlékeny deformációig alakított fém Vickers-keménységét megmérjük, akkor az adott fém összenyomási feszültség-deformáció görbéjén az $(\varepsilon_0+0,08)$ deformációhoz tartozó σ folyásfeszültség és a HV keménység között áll fenn a (4) összefüggés [1].

A statikus Vickers-keménységmérés a gyakorlatban különböző anyagok szilárdságának összehasonlításában széles körben elterjedt, hiszen kényelmes és roncsolásmentes vizsgálati módszer. A jellege miatt azonban ez a mérési eljárás az anyagokban lejátszódó dinamikus folyamatok nyomon követésére nem alkalmas.

3. A MÉLYSÉGÉRZÉKENY (DINAMIKUS) KEMÉNYSÉGMÉRÉS

A fentiekben említett hiányosság kiküszöbölése céljából fejlesztették ki az ún. mélységérzékeny (vagy dinamikus) keménységmérési módszert (*depth sensing indentation – DSI*). Meghagyva a hagyományos keménységmérés előnyeit (egyszerűség, anyagtakarékosság), ez az eljárás az

anyag mechanikai tulajdonságainak dinamikus jellemzésére is alkalmas. A számítógép által vezérelt mérőberendezés a mérés során a mérőfejet állandó benyomódási vagy terhelési sebességgel a minta síkra polírozott felületébe nyomja, majd ugyanekkora sebességgel kiemeli. A mérés alatt a gép folyamatosan méri a terhelőerőt (F) a benyomódási mélység (h) függvényében, és felrajzolja az ún. benyomódási F - h görbét. Az 2. ábra egy sematikus benyomódási görbét mutat.



2. ábra. A mélységérzékeny keménységmérés erő – benyomódási mélység görbéje

A mérés első, ún. terhelési szakaszán az erő folyamatosan növekszik a benyomódási mélység növekedésével, miközben a fej alatt az anyag képlékenyen és rugalmasan deformálódik. Az előre beállított maximális terhelőerő (F_m) elérése után a fej állandó sebességgel kiemelkedik az anyagból. Ezen az ún. tehermentesítési szakaszon mért F - h görbe alakjából az anyagban levő rugalmas feszültségek változására következtethetünk. A tehermentesítési szakaszban miközben a terhelőerő F_m -ről nullára, a mélység a h_m maximumról a maradó h_0 értékre csökken. A benyomófej geometriájának ismeretében a benyomódási mélységből az érintkezési felület és így a keménység értéke is kiszámítható.

A mélységérzékeny keménységmérés előnyei a hagyományos keménységméréssel szemben, hogy 1) nagyon kemény anyagok ill. vékonyrétegek esetén nincs szükség a kis méretű nyom mikroszkópos vizsgálatára; 2) a felületre merőleges irányban a keménység változása a benyomódási görbéből egyszerűen vizsgálható; 3) a tehermentesítési görbe segítségével az anyag rugalmas tulajdonságaira is következtethetünk; 4) a ter-

helési (vagy benyomódási) sebesség, amelynek jelentős hatása van a keménységre, a mérés során megválasztható; 5) a fej kiemelése után nemcsak az ún. statikus keménység mérhető, hanem terhelés alatt, a deformáció közben bekövetkező keménységváltozás is vizsgálható, és ez az amit dinamikus keménységvizsgálatnak nevezünk.

A mélységérzékeny keménységmérés során a keménységnyom méretének meghatározásakor a nagy hibát adó optikai nyomleolvasást elektronikus mélységméréssel helyettesítjük. Vickers-fej esetén, tökéletes nyomgeometriát feltételezve, egyszerű geometriai összefüggés alapján a nyomátló és a benyomódási mélység közötti kapcsolatot közelítőleg:

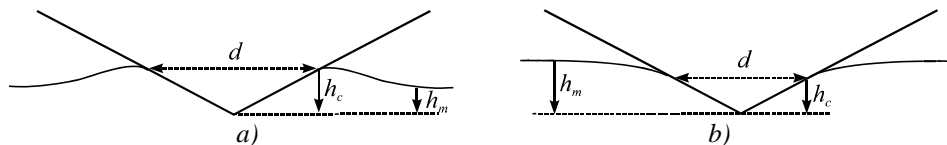
$$d = 7h . \quad (5)$$

Ennek felhasználásával, a mélységérzékeny keménységméréssel kétféle keménységszám is megadható. Az egyik a pillanatnyi erő és a terhelési görbén hozzátartozó benyomódási mélység felhasználásával kapható (ez a dinamikus keménység, amely a mérés során változik). A másik a maximális erőtől és a maradó nyommélységből (h_0) számítható az (1) kifejezésből származtatott alábbi képlet alapján:

$$HV = 1,8544 \frac{F}{49h^2} . \quad (6)$$

Ez a statikus keménység értéke. Képlékeny fémek esetén, ahol a hegyes fej miatt a rugalmas deformáció elhanyagolható a plasztikus deformációhoz képest, a maximális erőhöz tartozó dinamikus és a statikus keménységszámok csak kevéssé térnek el a hagyományosan meghatározott keménységtől. Az eltérés oka, hogy a nyom szélénél a képlékenyen deformált anyag kitüremkedik, így a tehermentesítés után mért d nyomátló nagyobb, mint $7h_m$ (lásd a 3.a ábrát, ahol az érintkezési felületnek megfelelő mélységet h_c -vel jelöltük). Képlékenyen nehezen alakítható anyagok esetén (pl. üvegek, kerámiák) a megterhelt fej szélénél az anyag rugalmas lehajlása miatt $7h_m$ nagyobb, mint a tehermentesítés után optikailag mérhető nyomátló (3.b ábra), így a maximális mélységből a (6) egyenlet alapján számított keménység kisebb, mint a hagyományos érték. A rugalmas relaxáció során a nyommélység jelentősen csökken, a nyomátló azonban szinte alig változik. Ezért $7h_0$ kisebb, mint a maradó nyom átlója, azaz a

h_0 nyommélységből számított keménység nagyobb, mint a hagyományosan mért érték, hiszen azt a d nyomátlóból határozzuk meg (3.b ábra). Így az anyagok többségénél a hagyományos keménységet sem h_m , sem h_o (6)-ba való helyettesítése nem adja vissza. A 3.1. pontban foglalkozunk azzal, hogyan lehet a hagyományos keménységet pontosabban meghatározni a benyomódási görbéből.



3. ábra. A Vickers-nyom körüli anyag deformációja a) képlékeny fémek és b) plasztikusan nehezen alakítható anyagok esetén. A maximális érintkezési felületnek megfelelő benyomódási mélység: h_c .

A mélységérzékeny keménységmérés során az $F(h)$ görbe (2. ábra) lehetővé teszi, hogy a benyomódás folyamatát energetikailag is jellemezzük [3-5]. A terhelési görbe alatti terület megegyezik azzal a teljes W_t munkával, amelyet a maximális mélység eléréséig arra fordítunk, hogy az anyagot rugalmasan és képlékenyen deformáljuk, tömörítsük (pl. porózus anyagok esetén), illetve repedéseket hozunk létre benne. Ennek egy részét a tehermentesítés során az anyag rugalmas relaxációja révén visszkapjuk. Ez a W_e rugalmas munka a tehermentesítési görbe alatti területtel egyezik meg. A teljes és a rugalmas munka különbsége adja a benyomódási ciklus során disszipálódott W_d energiát.

3.1. A KEMÉNYSÉG ÉS A YOUNG-MODULUSZ MEGHATÁROZÁSA A BENYOMÓDÁSI GÖRBÉBŐL

A mélységérzékeny Vickers-keménységmérés tehermentesítési szakaszán az alakváltozás teljesen rugalmas. Ezt az is bizonyítja, hogy ha a tehermentesítés után újra az anyagba nyomjuk a fejet, akkor az új terhelési görbe, a korábbi maximális erő eléréséig, megegyezik az előző tehermentesítési görbével. A Vickers- vagy Berkovich-fej maradó nyomba történő rugalmas benyomódásának leírása nehéz feladat, de az alakváltozás jól közelíthető más, forgásszimmetrikus benyomófejek rugalmas

féltérbe történő benyomódásával [6]. A forgásszimmetrikus fejek egy részénél a rugalmas féltérbe történő benyomás során a terhelés és a rugalmas benyomódási mélység (h_r) közötti kapcsolatot hatványfüggvény írja le:

$$F = \alpha h_r^m, \quad (7)$$

ahol α a fejre és az anyagra, m csak a fejre jellemző állandó. Síkvégű hengeres fejre $m=1$, kúpra $m=2$, forgásparaboloidra és kis benyomódási mélységig gömbre $m=1,5$. Oliver és Pharr [7,8] a tehermentesítési görbét a legkülönbözőbb anyagok esetén sikeresen írta le hatványfüggvénnyel, amelynek kitevője a vizsgált anyagtól függően 1,25 és 1,51 között volt. Mivel a kísérletileg kapott hatványkitevő közel van a paraboloid fejre jellemző 1,5-höz, ezért a Vickers- ill. Berkovich-fejjel történő benyomódás újratérhelési szakasza, és az ezzel megegyező tehermentesítési szakasz is, közelíthető egy paraboloid alakú fej rugalmas benyomódásával.

Paraboloid alakú fej esetén az F_m maximális erőhöz tartozó h_c érintkezési mélység megkapható, ha képezzük a h_m maximális mélység és az érintkezési felület szélének h_s rugalmas lehajlása közötti különbséget [8] (4. ábra):

$$h_c = h_m - h_s = h_m - \delta \frac{F_m}{S}. \quad (8)$$

ahol $\delta=0,75$ és $S = \left. \frac{dF}{dh} \right|_{h_m}$ a tehermentesítési görbe meredeksége a maxi-

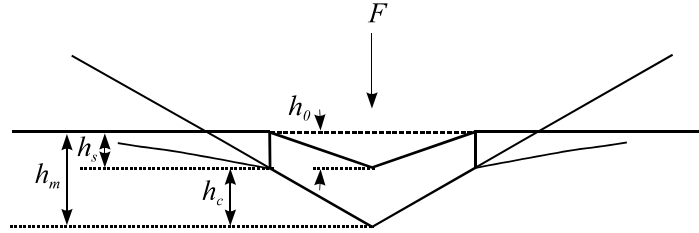
mális benyomódási mélységnél. A Vickers- vagy a Berkovich-fej geometriájának ismeretében az érintkezési mélységből a maximális terheléshez tartozó A érintkezési vetületi terület optikai nyomátló mérés nélkül meghatározható:

$$A = 24,5h_c^2. \quad (9)$$

A (8) összefüggést felhasználva a fej alatti átlagos érintkezési nyomás (keménység) a benyomódási paraméterekből a következő kifejezéssel számítható:

$$H = \frac{F_m}{A} = \frac{F_m}{24,5h_c^2}. \quad (10)$$

Mivel a rugalmas relaxáció során a keménységnyom csak sekélyesedik, de átlójának hossza nem változik (4. ábra), ezért a maradó nyomból meghatározott keménység jó közelítéssel megegyezik a (10)-ben megadott nyomással.



4. ábra. Az anyag rugalmas lehajlása a Vickers-fej alatt

Oliver és Pharr megmutatta [8], hogy tetszőleges alakú, tökéletesen merev forgásszimmetrikus fej rugalmas benyomódása esetén igaz az S rugalmas merevség és az A érintkezési felület között a következő összefüggés:

$$S = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A}. \quad (11)$$

A (11) kifejezésben E_r a minta ún. redukált modulusza ($E_r = E/(1-\nu^2)$), ahol E a minta Young-modulusza, ν pedig a Poisson-szám). A (8), (9) és (11) összefüggések alapján a minta redukált modulusza a maximális erőből, a maximális benyomódási mélységből és a tehermentesítési görbe maximális erőhöz tartozó meredekségéből meghatározható:

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}S}{2\beta\sqrt{A}}, \quad (12)$$

ahol β a hegyes fej lenyomatának alakjától függő konstans. Berkovich-fej esetén $\beta=1,034$ és Vickers-fej esetén $\beta=1,012$.

<i>Anyag</i>	<i>Poisson szám</i>
<i>Al</i>	<i>0,35</i>
<i>Cu</i>	<i>0,35</i>
<i>Ag</i>	<i>0,35</i>
<i>Au</i>	<i>0,39</i>
<i>Ni</i>	<i>0,30</i>
<i>Pb</i>	<i>0,33</i>
<i>Fe</i>	<i>0,28</i>
<i>Si</i>	<i>0,22</i>
<i>Ge</i>	<i>0,20</i>
<i>Mg</i>	<i>0,32</i>
<i>Ti</i>	<i>0,33</i>
<i>α-Zr</i>	<i>0,35</i>
<i>α-SiO₂</i>	<i>0,09</i>
<i>α-Al₂O₃</i>	<i>0,24</i>

1. táblázat. Néhány anyag Poisson-száma

A minta Poisson-számának értékét ismerve vagy feltételezve, a Young-modulusz kiszámítható. Általában $0 < \nu < 0,5$, így ν értékére a (12) összefüggés kevésbé érzékeny. Néhány gyakran előforduló anyag Poisson-számát tartalmazza az 1. táblázat. A valóságban a benyomófej nem tökéletesen merev, így a terhelés hatására kis mértékben rugalmasan összenyomódik. Ennek következtében a benyomódási görbéből meghatározott E_r redukált modulus nemcsak a minta, hanem a fej rugalmas állandóitól is függ. A redukált modulusból a minta Young-modulusza a fej rugalmas állandóinak és a minta Poisson-számának ismeretében a következő összefüggés segítségével határozható meg:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i}, \quad (13)$$

ahol E_i a benyomófej Young-modulusza, ν_i a Poisson-száma. A leggyakrabban használt gyémánt alapanyagú benyomófej esetén $E_i=1070 \text{ GPa}$ és $\nu_i=0,17$.

3.2. A TÖRÉSI SZÍVÓSSÁG MEGHATÁROZÁSA DINAMIKUS KEMÉNYSÉGMÉRÉSSEL

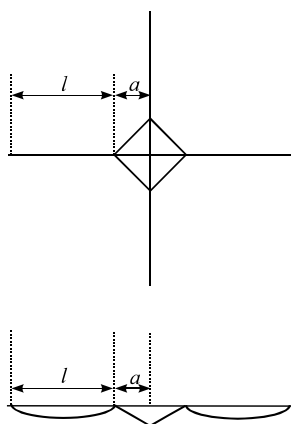
A rideg kerámiaanyagok esetében a szakítószilárdságot nem tekintik a törést jellemző anyagi paraméternek, mert függ a mintában található repedések hosszaitól is [9]. A Griffith–Irwin-törésmechanika alapján, az ún K_{IC} törési szívósságot használják az anyag repedésnövekedéssel szembeni ellenállásának jellemzésére [10]. A törési szívósság hagyományos meghatározási módja a fárasztásos vizsgálat, melyhez szabványos alakú próbatest és bemetszés szükséges. Ez az eljárás bonyolultsága és a viszonylag nagy anyagszükséglete miatt sok esetben, pl. anyagfejlesztésnél nehezen alkalmazható.

A benyomódás hatására a mintában kialakuló rugalmas nyújtófeszültségek miatt a rideg anyagok (üvegek, kerámiák) a nagyobb terhelésekkel végzett keménységméréskor, a Vickers- vagy Berkovich-nyom környezetében berepedeznek. Ezek a repedések lehetőséget adnak arra, hogy az egyszerű és anyagtakarékos keménységméréssel az anyag törési szívósságát meghatározzuk.

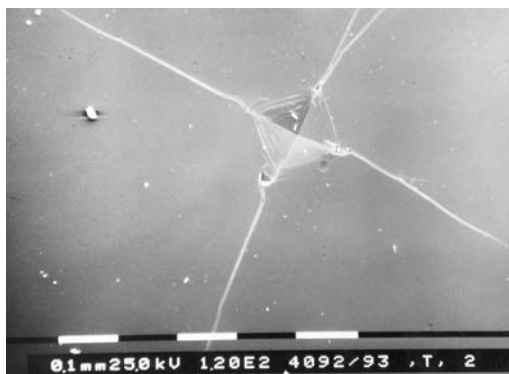
A Palmqvist-repedés az egyik legfontosabb repedés a Vickers-nyom körül. Ez a repedés általában a Vickers-nyom sarkából indul ki és a minta felszínén a nyom átlójának egyenesébe esik. A repedés a felületre merőlegesen helyezkedik el és csak kis mélységig hatol az anyag belsejébe (5.ábra). Az 6. ábra egy üveg minta felületén elhelyezkedő Vickers-nyomot és a körülötte kialakult repedéseket mutatja. Niihara és munkatársai [11] úgy találták, hogy Palmqvist-repedések esetén a törési szívósság a következő összefüggéssel adható meg:

$$K_{IC} = 0,0193 \cdot l^{-1/2} \cdot HVa \left(\frac{E}{HV} \right)^{2/5}, \quad (14)$$

ahol l a repedés hossza, a a Vickers-nyom félátlója (5. ábra). A dinamikus keménységmérés során kapott terhelés-mélység görbéből E , HV és a meghatározhatók, míg a nyom optikai vizsgálatával megkapjuk l értékét, így a K_{IC} (14) segítségével kiszámítható.



5. ábra. A Vickers-nyom körüli Palmquist-repedés felül- és oldalnézetben



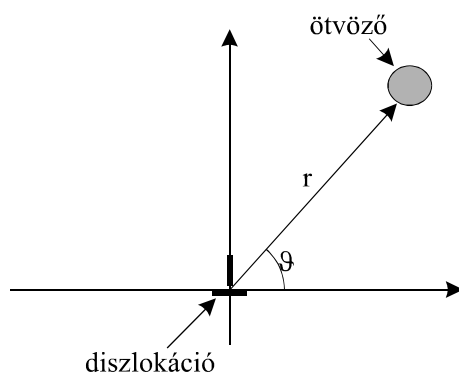
6. ábra. Üvegben a Vickers-nyom, és a körülötte kialakult repedések pásztázó elektronmikroszkópos képe.

4. A DINAMIKUS KEMÉNYSÉGMÉRÉS ALKALMAZÁSA ÖTVÖZETEK MECHANIKAI TULAJDONSÁGAINAK VIZSGÁLATÁBAN

A fent ismertetett dinamikus keménységmérés alkalmazásaként a mérési feladatok között szerepel az ötvöző atomok szerepének vizsgálata a mechanikai tulajdonságaira, mint pl. keménységére, rugalmas állandóira, illetve a plasztikus deformáció mechanizmusaira. Az ilyen hatásokra vonatkozó kiegészítő anyagot a következőkben röviden ismertetjük.

4.1. DISZLOKÁCIÓ-ÖTVÖZŐ KÖLCSÖNHATÁS GLOBÁLIS HATÁSA: SZILÁRDOLDATOS KEMÉNYEDÉS

Ötvöző, vagyis idegen atomok hozzáadása rendkívül széles skálán képes megváltoztatni a fémek mechanikai tulajdonságait. Az idegen atomok az alapfémrel szilárdfázisú oldatot képezve általában megnövelik a képlékeny alakváltozás megindulásához szükséges feszültséget, a folyáshatárt. Ebben az esetben a szilárdoldatos keményedéstről beszélünk, amelyet a diszlokációk és az ötvöző (oldott) atomok kölcsönhatása okoz. Az ilyen kölcsönhatásban a rugalmas kölcsönhatás dominál. Ez a kölcsönhatás az ötvözők és a mátrixatomok méretkülönbségéből (mérethatás), valamint a rugalmas állandóik különbözőségéből (moduluszhatás) származik.



7. ábra. A diszlokáció-ötvöző kölcsönhatása [12]

Az oldott atom, akárcsak a diszlokáció, hiba a rácsban, amely az alapfém mátrixában torzulásokat okoz. A rácspontban ülve a nagyobb atomok a szomszédos atomokat kifelé feszítik, míg a kisebb idegen atomokra a

szomszédos atomok ráhúzódnak. Ugyancsak erőteljes torzulásokat okozhat, ha egy idegen atom rácsközi (interstíciós) helyzetben van. Tehát, az oldott atomokhoz ugyanúgy rendelhető valamekkora feszültségtér, mint a diszlokációkhoz. A kétféle rácshiba, a diszlokációk és az oldott atomok, feszültségtereiken keresztül hatnak kölcsön egymással. Az egyszerűség kedvéért tekintsünk egy nyugvó, végtelen hosszú, b Burgers-vektorú egyenes éldiszlokációt a V_m atomtérfogattal jellemezhető mátrixban, és az (r, ϑ) síkbeli polárkoordinátájú pontba helyezzünk el egy V_o térfogatú, gömbszerű ötvöző atomot (7. ábra). Feltételezve azt, hogy az ötvöző és mátrix anyagának térfogati rugalmassági állandói megegyeznek, Cottrell és Bilby [12-16] kiszámította, hogy az éldiszlokáció és az oldott atomok között az

$$E_k = \frac{\mu}{3\pi} \frac{1+\nu}{1-\nu} b \Delta V \frac{\sin \vartheta}{r} \quad (15)$$

nagyságú kölcsönhatási energia adódik, ahol $\Delta V = V_o - V_m$, az ötvöző és mátrix-atomok méretkülönbsége, μ és ν a mátrix nyírési modulusza, illetve Poisson-száma. A (15) kifejezés szerint az éldiszlokáció és ötvöző atomok között mindig vonzó kölcsönhatás létezik. Ugyanis, kimutatható, hogy ha az oldott atomok mérete nagyobb az alpmátrix atomjainak méreténél ($\Delta V > 0$), akkor az ötvözők a diszlokációk kitágult zónájában ($\pi < \vartheta < 2\pi$, $\sin \vartheta < 0$) lesznek minimális energiájú helyzetben, míg ha kisebbek ($\Delta V < 0$), akkor a összenyomott zónában ($0 < \vartheta < \pi$, $\sin \vartheta > 0$) gyűlnek össze.

A vonzó kölcsönhatás következtében elég magas hőmérsékleten az anyagban található vakanciák segítségével irányított diffúzió indul meg, melynek eredményeképpen a diszlokációk körül ötvöző atomok felhője, ún. Cottrell-felhő [14] alakul ki. Ha az ötvözők diffúziójának sebessége elég nagy ahhoz, hogy a diszlokáció mozgását követni tudják, a mozgó felhő elegendő mértékben kiterjedve jelentősen megakadályozhatja a diszlokáció további mozgását. Ez az ún. blokkolás jelensége. Ekkor csak további feszültségnövelés hatására képes a diszlokáció az ötvöző-felhőből szabadulni. Képlékeny deformáció során a diszlokáció-ötvöző kölcsönhatás dinamikus hatásaként felléphet az ún. plasztikus instabilitás jelensége, melynek a mechanizmusát a következő pontban ismertetjük.

Alacsonyabb hőmérsékleten, ha az ötvöző atomok diffúziós sebessége nem túl nagy, a kis mozgékonyaságuk miatt befagyottnak tekinthetők. Ekkor a diszlokációk mozgását a nem mozgó oldott atomok feszültségtere fékezi. Ezt nevezik súrlódásos esetnek. A képlékeny alakváltozás megindításához egy kellően nagy kritikus külső feszültségre van szükség, amely ebből a vonzó feszültségtérből képes a diszlokációt kimozdítani.

A szilárdoldatos keményedés mechanizmusára vonatkozóan alapvetően kétféle modellt dolgoztak ki. Mindkét leírás arra kereste a választ, hogy miként függ a diszlokáció mozgásának beindulásához szükséges, a csúszósíkban ható τ_c kritikus csúsztatófeszültség az ötvöző atomok c koncentrációjától. Igen kis ötvözőtartalom (híg szilárdoldat) esetén az ötvözők átlagos távolsága olyan nagy lehet, hogy a diszlokációvonal kicsiny hajlatok révén követi az egyes ötvözőket, amelyekkel közvetlen érintkezésbe kerülve a diszlokációra rögzítő hatást gyakorolnak. A Fleischer és Friedel által kidolgozott elmélet [17-19] szerint a diszlokációk mozgását akadályozó oldott atomok egyenként lépnek kölcsönhatásba a mozgó diszlokációkkal, és mint pontszerű, elszigetelt akadályok fejtik ki hatásukat. Kiszámították, hogy az oldott atomok által a tiszta mátrixhoz képest okozott többlet kritikus csúsztató feszültség az oldott atom koncentráció gyökével arányosan növekszik. Így, e modell szerint a

$$\tau_p = \tau_o + Bc^{1/2} \quad (16)$$

félempirikus kifejezés adja a kritikus csúsztatófeszültség oldott koncentráció-függését, ahol τ_o a tiszta mátrix kritikus csúsztatófeszültsége és B egy anyagi állandó.

Ez a modell bizonyosan csak akkor adhat jó eredményt, ha a diszlokációvonal érinti mindegyik idegen atomot, amely a diszlokációvonal mentén helyezkedik el, vagyis csak egészen híg oldatok esetén. Ha ez nem áll fenn, akkor figyelembe kell venni a sok ötvözőatom-diszlokáció kölcsönhatást.

Ebben az esetben Mott, Nabarro és Labusch [19, 21, 22] által fejlesztett modell szerint a diszlokáció a körülötte statisztikusan elhelyezkedő ötvöző atomok hosszú hatótávolságú feszültségterében helyezkedik el, amely a diszlokáció két oldalán ellentétes irányú erőket fejt ki. Ha a kristályra külső erő nem hat, akkor ezek az erők kiegyenlítik egymást, és a diszlokáció egyensúlyban marad. Külső feszültség hatására a diszlokáció

kimozdul ezen lokálisan stabil egyensúlyi helyzetből, így az oldott atomok által a diszlokációra ható erők erdője most már ellentétes lesz a külső erővel, ami a diszlokációmozgás akadályozását eredményezi. A statisztikusan elhelyezkedő ötvöző atomok vonzó hatásának térbeli átlagát figyelembe véve ez az elképzelés a kritikus csúsztatófeszültség növekedésére a következő összefüggést adja meg:

$$\tau_p = \tau_o + B^* c^{2/3} \quad (17)$$

ahol B^* az előzőtől különböző anyagi állandó.

4.2. DISZLOKÁCIÓ-ÖTVÖZŐ KÖLCSÖNHATÁS DINAMIKUS HATÁSA: PLASZTIKUS INSTABILITÁS

Röviden nézzük meg, hogy a képlékeny deformáció során milyen hatása lehet a diszlokáció-ötvöző kölcsönhatásnak abban az esetben, ha mind a diszlokációk mozgékonyasága, mind az oldott atomok diffúziós sebessége kellően nagy.

A diszlokációk és az ötvöző atomok közötti kölcsönhatás ismeretében számításokat végezhetünk arra vonatkozólag, hogyan változik meg a névlegesen c_o koncentrációjú ötvözők homogén eloszlása a nyugvó diszlokáció körül. A (15) kifejezéssel megadott kölcsönhatási energiával jellemezhető potenciáltérben mozgó részecskékre megoldva a diffúziós egyenletet, stacionárius esetben az ötvöző atomok koncentrációjára a

$$c(r) = c_o \exp\left(\frac{-E_k(r)}{kT}\right) \quad (19)$$

megoldást kapjuk, ahol T az abszolút hőmérséklet, k pedig a Boltzmann-állandó.

Mozgó diszlokáció esetén a diffúziós egyenletet kiegészítve egy látszólagos $j = -cv$ részecskeárammal, a v sebességgel mozgó diszlokáció körül kialakuló ötvöző-eloszlás is kiszámítható. A $c_v(r)$ eloszlás ismeretében pedig meghatározható az ötvöző atomok által a mozgó diszlokációra ható fékezőerő nagysága a diszlokáció v sebességének függvényében. Elméleti számítások azt mutatják, hogy egy éldiszlokáció

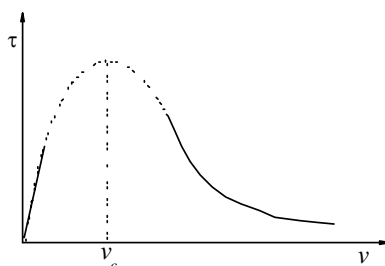
v sebességű egyenletes mozgásához szükséges τ nyíró feszültség kis v sebességeknél lineárisan

$$\tau \propto v,$$

míg nagy sebességek esetén fordított arányban

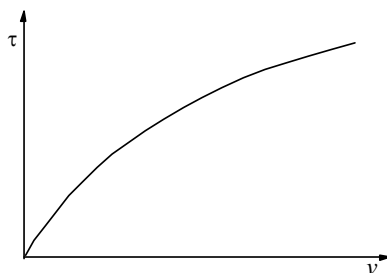
$$\tau \propto 1/v$$

függ a sebességtől. A 8. ábra szemléletesen mutatja az elméleti $\tau - v$ összefüggést, mely szerint egy kritikus v_c sebességnél maximuma van az ötvözők által kifejtett fékezőerőnek.

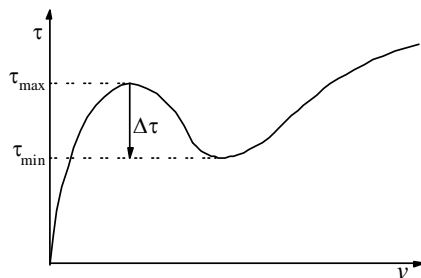


8. ábra. Diszlokáció-ötvöző kölcsönhatásból származó fékező feszültség a diszlokáció sebességének a függvényében [12].

A $\tau - v$ összefüggés kvalitatívan úgy értelmezhető, hogy kis sebességnél növekvő erő kell a Cottrell-felhő atomjainak növekvő sebességű mozgásához, azonban egy bizonyos sebesség fölött az ötvöző atomok már nem képesek diffundálással követni a diszlokációt, így kisebb feszültség is elegendő a diszlokáció növekvő sebességű mozgásához.



9. ábra. Diszlokáció-diszlokáció kölcsönhatásból származó fékező feszültség [12]

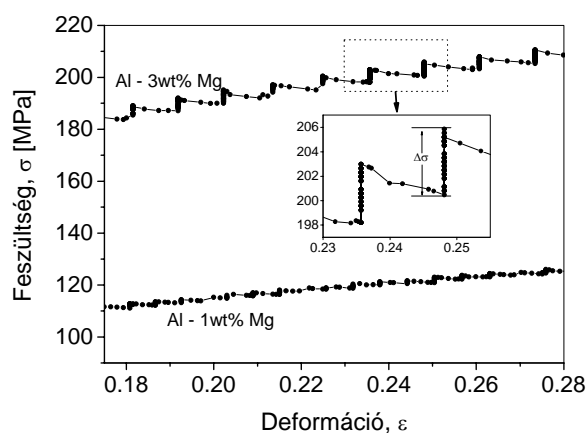


10. ábra. A Diszlokáció-diszlokáció és diszlokáció-ötvöző kölcsönhatások együttes hatása a mozgó diszlokációra [12]

A fent vázolt szilárdságnövelő ötvöző-diszlokáció kölcsönhatások mellett a képlékeny deformáció során számolnunk kell azzal is, hogy az egyes diszlokáció mozgását a többi diszlokáció kölcsönhatásuk és/vagy egymás átmetszése révén jelentősen akadályozza rugalmas feszültségterek keresztül. A külső feszültség nem mindig elegendő az ilyen diszlokációk mozgatásához, így azok ideiglenesen rögzítődnek. Megmutatható, hogy egy tiszta fémekben mozgó diszlokáció átlagos v sebessége és a τ csúsztatófeszültség között logaritmikus függvénykapcsolat áll fenn, monoton növekvő fékezőerőt adva (9. ábra).

Olyan anyagokban, amelyekben ötvöző atomok is kellő számban vannak, mind a két hatás (diszlokáció-diszlokáció, illetve diszlokáció-ötvöző kölcsönhatás) együttesen léphet fel, és eredményezhet egy olyan fékező-feszültség-diszlokációsebesség ($\tau - v$) kapcsolatot, amit a 10. ábra szemantikusan mutat. Eszerint a $\tau - v$ függvénynek egy lokális maximuma és

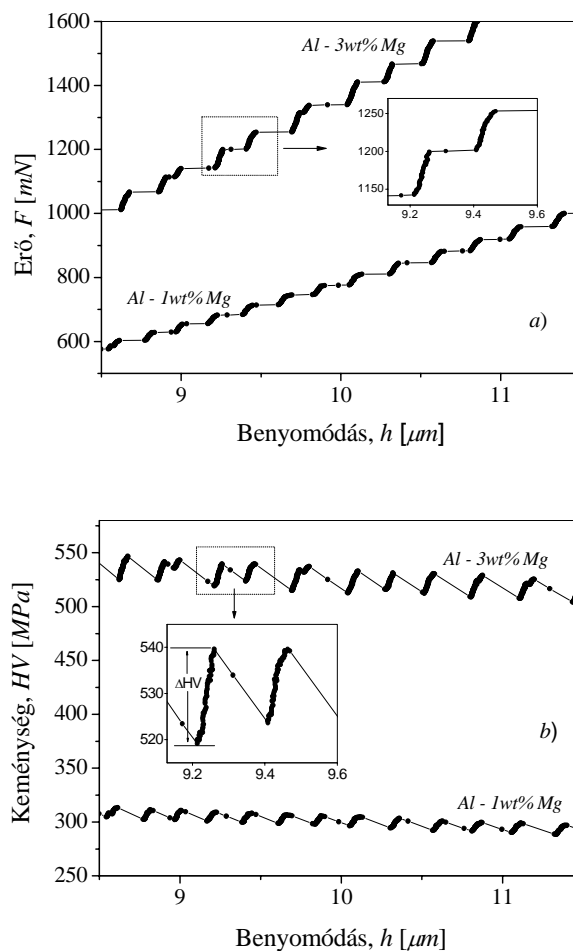
egy lokális minimuma van, és így három tartományra osztható. Növekvő sebesség függvényében a nagy sebességeknél lényegében a diszlokáció-átvágási mechanizmusoknak (diszlokáció-diszlokáció kölcsönhatásnak), míg alacsony sebességeknél a Cottrell-felhő fékező hatásának (diszlokáció-ötöző kölcsönhatásnak) megfelelően a diszlokáció egyenletes mozgatásához növekvő külső feszültségre van szükség. A görbe középső szakaszában azonban, a nagyobb sebesség eléréséhez egyre kisebb feszültség szükséges. E hatás miatt egy igen jellegzetes jelenség léphet fel, amely során a növekvő deformáció lokálisan csökkenő feszültséget eredményez. Emiatt az egytengelyű nyújtás során például, a mért húzófeszültség-deformáció ($\sigma - \varepsilon$) görbe egyes szakaszai fűrészfogszerűen változnak (11. ábra). Ezt a jelenséget a szakirodalom plasztikus instabilitásnak hívja, illetve a felfedezőiről Portevin–Le Chatelier (PLC)-effektusnak is szokás nevezni.



11. ábra. Plasztikus instabilitás Al-Mg ötvözetekben. Fűrészfogszerű viselkedés egytengelyű nyújtás során

A dinamikus keménységmérésekben a plasztikus instabilitás jelensége úgy jelentkezik, hogy az erő-benyomódás ($F-h$) görbe nem simán, hanem lépcsőszerűen, a keménység-benyomódás ($HV-h$) görbe pedig, a $\sigma - \varepsilon$ görbéhez hasonlóan fűrészfogszerűen változik (lásd a 12. ábrát). Mind az elméleti számolások, mind a kísérleti tapasztalatok azt mutatják, hogy a PLC effektusra jellemző feszültségesés (a 10., 11. és 12a ábrán látható

$\Delta\tau = \tau_{\max} - \tau_{\min}$, $\Delta\sigma$, illetve ΔHV) nagysága erőteljesen függ az ötvözők koncentrációjától.

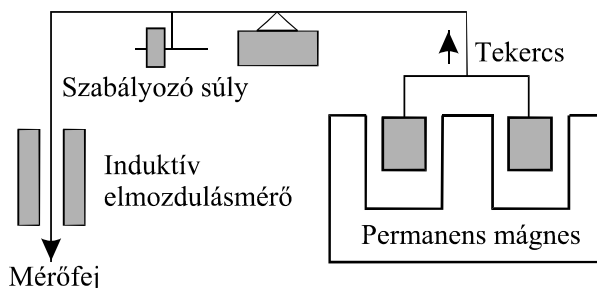


12. ábra. Plasztikus instabilitás dinamikus keménységmérésekben: a) lépcsőszerű erőbenyomódás (F - h) és b) fűrész-fogszerű keménység-benyomódás (HV - h) görbék

Különböző esetekben vagy a σ húzó, vagy τ csúsztató (nyíró) feszültséget használjuk. A kettő között ún. Taylor faktor (M) teremt kapcsolatot, $\sigma = M\tau$. Polikristályos anyagok esetén $M \approx 3$. A HV keménység és húzó feszültség közötti lineáris összefüggést a (4) formula írja le.

5. A MÉRŐBERENDEZÉS LEÍRÁSA

Dinamikus keménységmérés alkalmazásával mérési feladatokat végzünk egy fémes (pl. *Al-Mg* vagy *Al-Cu*) ötvözet-sorozaton, melyben az ötvöző atomoknak az alapanyag mechanikai tulajdonságaira, illetve a plasztikus deformáció mechanizmusaira való hatását kell meghatározni.



13. ábra. A SHIMADZU DUH-202 típusú dinamikus keménységmérő felépítése

A méréseket egy SHIMADZU DUH-202 típusú dinamikus keménységmérővel végezzük. A mérőműszer két részből épül fel, a terhelést szabályozó és a benyomódást mérő elektromos-mechanikus részből, valamint egy hozzáépített mikroszkópból. A mikroszkóp lehetővé teszi a mérendő felület kiválasztását, és a terhelési folyamat befejezését követően a nyom megtekintését. A készülék így benyomódási-mélység-terhelőerő vagy benyomódási mélység-idő grafikonok felvételére alkalmas, melyekből az előző fejezetekben ismertetettek alapján a vizsgált anyag több mechanikai tulajdonságára következtethetünk.

A műszer sematikus rajza a 13. ábrán látható. A mérőfej egy kétkarú emelő egyik karjához csatlakozik. Az emelő másik karján lévő tekercs alatt egy kerámiamágnes helyezkedik el. Ha a tekercsre áramot adunk, a mágnes eltaszítja azt. Ilyen módon a terhelés a $0,1\text{ mN}$ – 2 mN intervallumban változtatható, $0,02\text{ mN}$ pontossággal. A mérőfej benyomódási mélységét egy induktív elmozdulás-érzékelő méri a mérlegkaron. A legnagyobb mérhető mélység $26\ \mu\text{m}$, a mélységmérés pontossága $\pm 0,01\ \mu\text{m}$.

A mérőfejre nehezedő terhelést biztosító áram számítógéppel vezérelhető. Az elmozdulásmérő jelét is megkapja a számítógép, így a mérések teljes egészükben számítógép által irányítottak. A mérésvezérlő program különböző időbeli lefolyású vizsgálatokat tesz lehetővé. Mérések során a

mérőfej előre beállított, állandó terhelési sebességgel nyomódik bele a mintába. A terhelési sebességet a $0,7 - 70 \text{ mN/s}$ tartományban választhatjuk.

A műszer különösen nagy ($\pm 5 \text{ nm}$) pontosságának teljes kihasználásához a lehető legjobban ki kell zárni a külső zavarokat. Ezért a rázkódás elkerülésére a műszer gumituskókon elhelyezett nagy tömegű betontömbön áll. A légmozgások és a hőmérsékletingadozások hatását csökkenti a mérőberendezés köré épített paraván.

6. MÉRÉSI FELADATOK

1. Az ötvöző atomoknak az alapfém keménységére, és Young-moduluszára gyakorolt hatásának vizsgálata. Egy adott mintasorozatban 6–7 különböző ötvöző-koncentrációjú minta van, mindegyiken 2-2 párhuzamos mérést végezve meghatározzuk a minták HV keménységét és az E Young-moduluszát. A jegyzőkönyvben a mért adatok táblázatos formában szerepeljenek! A kísérleti eredmények alapján megállapítható, hogy az adott mintasorozat esetén hogyan változik a keménység és a Young-modulusz az ötvöző-koncentráció (c) függvényében. A $HV-c$ kapcsolat leírására a (16)-os vagy (17)-es egyenleek jellegének megfelelően

$$HV = HV_0 + K^* \cdot c^n,$$

hatványfüggés várható, ahol HV_0 és K^* anyagi állandók. Megvizsgálható, hogy $1/2$ -es vagy $2/3$ -os kitevőjű hatvány (a (16)-os vagy a (17)-es kifejezések) írja-e le pontosabban a szilárdoldatos keménység-koncentrációfüggését.

2. Plasztikus instabilitásra jellemző feszültségesés (ΔHV) ötvöző-koncentrációtól való függésének meghatározása. A kísérleti eredmények alapján meghatározandó a $\Delta HV - c$ összefüggés. Kísérleti tapasztalatok azt mutatják, hogy a $\Delta HV - c$ összefüggés általában a

$$\Delta HV = K^{**} \cdot (c - c_{kr})^m$$

alakban keresendő, ahol K^{**} , c_{kr} és m illesztési állandók. Ennek alapján meghatározható a c_{kr} kritikus koncentráció értéke, melynél kisebb ötvözőtartalom esetén plasztikus instabilitás nem lép fel, azaz $\Delta HV = 0$.

7. IRODALOM

3. D. Tabor, *The Hardness of Metals*, Clarendon Press, Oxford (1951).
4. Juhász, *Magyar Fizikai Folyóirat*, XXVIII., (1980) 93.
5. M. Sakai, *Acta metall. mater.* **41** (1993) 1751.
6. J. Gubicza, A. Juhász, P. Tasnádi, P. Arató and G. Vörös, *J. Mater. Sci.* **31** (1996) 3109.
7. J. Gubicza, A. Juhász and J. Lendvai, *J. Mater. Res.* **11** (1996) 2964.
8. I. N. Sneddon, *Int. J. Engng. Sci.* **3** (1965) 47.
9. G. M. Pharr, W. C. Oliver and F. R. Brotzen, *J. Mater. Res.* **7** (1992) 613.
10. W. C. Oliver and G. M. Pharr, *J. Mater. Res.* **7** (1992) 1564.
11. G. I. Epifanov, *Solid State Physics*, Mir, Moscow (1979).
12. H. Blumenauer, G. Push, *Műszaki törésmechanika*, Műszaki kiadó, Budapest (1987).
13. K. Niihara, R. Morena and D. P. H. Hasselman, *J. Mat. Sci. Lett.* **1** (1982) 13.
14. Gy. Bérces, *Magyar Fizikai Folyóirat*, XXXIII., (1985) 481.
15. A. H. Cottrell and B. A. Bilby, *Proc. Phys. Soc. A* **62** (1949) 49.
16. A. H. Cottrell, *Dislocations and Plastic Flow in Crystals*, Clarendon Press, Oxford, 1953.
17. I. Kovács and L. Zsoldos, *Diszlokációk és képlékeny alakváltozás*, Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1965.
18. I. Kovács, *Magyar Fizikai Folyóirat*, XVIII., (1970) 1.
19. R. L. Fleischer, *Acta Metall.* **11** (1963) 203.
20. J. Friedel, *Dislocations*, Pergamon Press, New York, 1964.
21. T. Ungár és Gy. Honyek, *Magyar Fiz. Folyóirat*, XXIX., (1981) 299.
22. C. Kittel, *Bevezetés a szilárdtest-fizikába*, Műszaki Könyvkiadó, Budapest (1981).
23. N. F. Mott and F. R. N. Nabarro, *Reports of Conf. on Strngth of Solids*, The Physical Society, London, 1948.
24. R. Labusch, *Acta Metall.* **20** (1972) 917.