



A felsőfokú oktatás minőségének és  
hozzáférhetőségének együttes javítása a  
Pannon Egyetemen  
EFOP-3.4.3-16-2016-00009



## **Nemfémes szervesetlen szerkezeti anyagok laboratóriumi gyakorlatok**

(Jegyzet a szilikátkémiai- és technológiai laboratóriumi gyakorlatokhoz)

Összeállította:

Dr. Hegedűs-Dobrádi Annamária

Dr. Korim Tamás

Dr. Kovács András

Soósné dr. Balczár Ida Anna

Veszprém

Anyagmérnöki Intézet

2019



## TARTALOMJEGYZÉK

Nemfémek szervesetlen szerkezeti anyagok laboratóriumi gyakorlatok	1
SZILIKÁTIPAR NYERSANYAGAINAK ÉS KÉSZTERMÉKEINEK ANALITIKAI VIZSGÁLATA	1
1. Cementgyártási nyersliszt vizsgálata	1
1.1. Nedvességtartalom meghatározás	1
1.2. A meghatározásokhoz szükséges vegyszerek, indikátorok és oldatok	1
1.3. A meghatározásokhoz szükséges eszközök	2
1.4. A cementgyártási nyersliszt $\text{CaCO}_3$ tartalmának meghatározása	2
1.5. A meghatározáshoz felhasznált mérőoldatok hatóértékének (faktorának) meghatározása	3
1.6. Az eredmények megadása	4
1.7. Ismételhetség	4
KÉPLÉKENY MASSZÁK MINŐSÍTŐ VIZSGÁLATAI	5
2. Képlékeny nyersanyagok formázhatóságának meghatározása	5
2.1. Próbatestek formázása, megmunkálási víztartalom meghatározása (az MSZ 12788/3 alapján)	6
3. Száradási tulajdonságok vizsgálata	8
3.1. Lineáris száradási zsugorodás (az MSZ 12788/4-72 alapján):	10
3.2. Száradási érzékenység vizsgálata Macey szerint	10
3.3. Száradási kinetika meghatározása	13
4. A képlékenységi vizsgálat	20
4.1. A Pfefferkorn - féle képlékenységi szám meghatározása	20
4.2. Kerámiai masszák szilárdsági jellemzőinek meghatározása	23
5. Kerámiai öntőiszapok vizsgálata (az MSZ 12788/8 alapján)	26
5.1. Önthetőség (elektrolitérzékenység) vizsgálata:	28
5.2. A cserépképződési sebesség vizsgálata:	31
KÉPLÉKENY NYERSANYAGBÓL ÉGETÉS SORÁN NYERT TERMÉKEK TULAJDONSÁGAINAK MEGHATÁROZÁSA	33



6. Égetési- és össz-zsugorodás meghatározása (MSZ 12788/4 alapján)	33
7. Sűrűség, testsűrűség meghatározása (MSZ 12785/2 alapján)	34
7.1. Sűrűség	34
7.2. Testsűrűség	36
8. Vízfelvétel, porozitás meghatározása	38
8.1. Vízfelvétel	38
8.2. Porozitásvizsgálat	39
9. Szilárdsági jellemzők meghatározása	40
9.1. Hajlítószilárdság meghatározása	42
<b>SZILIKÁTIPARI ALAPANYAGOK ÉS KÉSZTERMÉKEK MINŐSÍTŐ VIZSGÁLATAI</b>	<b>47</b>
10. Tűzálló anyagok minősítő vizsgálatai	47
10.1. Tűzálló anyagok gázáteresztőképesség vizsgálata (MSZ 5942-78 alapján)	47
10.2. Testsűrűség	51
10.3. Korrózió	51
11. Hőszigetelő anyagok vizsgálatai	51
11.1. Vízfelvétel meghatározása rövid és hosszú ideig tartó részleges és teljes bemerítéskor (MSZ EN 1609:1997 és MSZ EN 12087:1997)	54
11.2. Hőszigetelő anyagok hővezetési tényezőjének meghatározása	61
<b>SZILIKÁTIPARI ALAPANYAGOK ÉS KÉSZTERMÉKEK NAGYMŰSZERES VIZSGÁLATAI</b>	<b>79</b>
12. Röntgendiffrakciós fázisanalízis	79
12.1. A mérés elve	81
12.2. A diffraktométer felépítése és működése	82
12.3. A minta előkészítése és a mérés menete	86
12.4. A fázisösszetétel minőségi meghatározása	87
13. Derivatográfiai vizsgálatok	90
13.1. Termikus elemzési módszerek	90
13.2. Derivatográfiai vizsgálatok	91



A felsőfokú oktatás minőségének és hozzáférhetőségének együttes javítása a Pannon Egyetemen  
EFOP-3.4.3-16-2016-00009



14.	Elektronmikroszkópia	95
14.1.	Fázisanalízis visszaszórtelektron-diffrakcióval (EBSD)	95
15.	Röntgentomográfias vizsgálat	118
15.1.	A röntgensugárzás	118
15.2.	Röntgensövek	119
15.3.	Röntgen detektorok	121
15.4.	A mérőkészülék működése és felépítése	122
16.	Ultrahangos vizsgálatok	124
16.1.	Elméleti alapok	125
16.2.	Az ultrahang tulajdonságai:	126
17.	Fénymikroszkópia	129
17.1.	Optikai mikroszkópok:	129
17.2.	Összetett mikroszkópok	129
17.3.	Keyence nagy felbontású digitális fénymikroszkóp:	131





## **SZILIKÁTIPAR NYERSANYAGAINAK ÉS KÉSZTERMÉKEINEK ANALITIKAI VIZSGÁLATA**

### **1. Cementgyártási nyersliszt vizsgálata**

#### **1.1. Nedvességtartalom meghatározás**

A nyersliszt nedvességtartalmának meghatározása a közvetlenül a minta laboratóriumba szállítása után történik. A minta 100 g-ját ismert tömegű porcelántálba (vagy Petri-csészébe) kell mérni, majd infraégő alatt, vagy 120°C-os szárítószekrényben tömegállandóságig szárítani. Lehűlés után a tál és a száraz anyag együttes tömegét vissza kell mérni.

Számítás:

$$\text{nedvességtartalom, } \frac{m}{m} \% = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \cdot 100$$

$m_0$ : a tál tömege üresen (g)

$m_1$ : nedves minta és a tál együttes tömege (g)

$m_2$ : száraz minta és a tál együttes tömege (g)

#### **1.2. A meghatározásokhoz szükséges vegyszerek, indikátorok és oldatok**

- **metilvörös indikátor:** 0,1 g metilvöröst 96%-os etanolban oldunk, majd feloldódás után az oldat térfogatát 100 ml-re egészítjük ki 96%-os etanollal.
- **metilnarancs indikátor:** 0,1 g metilnarancsot kevés desztillált vízben oldunk, majd feloldódás után az oldat térfogatát 100 ml-re egészítjük ki desztillált vízzel.
- **0,5 mol/dm<sup>3</sup> koncentrációjú sósav mérőoldat:** 43 cm<sup>3</sup> tömény sósavat (~36  $\frac{m}{m}$  %;  $\square \sim 1,19 \text{ g/cm}^3$ ) desztillált vízzel 1 dm<sup>3</sup>-re oldunk.
- **0,25 mol/dm<sup>3</sup> koncentrációjú NaOH mérőoldat:** 10,5 g szilárd a.r. minőségű NaOH-ot desztillált vízzel 1 dm<sup>3</sup>-re oldunk.
- **szilárd KHCO<sub>3</sub>, a.r. minőségű**

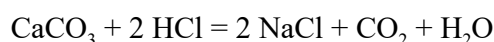


### 1.3. A meghatározásokhoz szükséges eszközök

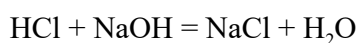
- porcelántál vagy Petri csésze (kb 10 cm átmérőjű)
- hőmérséklet szabályozóval ellátott szárítószekrény
- 250 ml-es magas főzőpoharak
- rezsó vagy Bunsen-égő
- analitikai mérleg (0,1 mg pontosságú)
- 25 cm<sup>3</sup>-es („A” jelű büretta)
- mérőlombik, (250 ml-es és 1000 ml-es)
- kétjelű hasas pipetta (25 ml-es)
- Erlenmeyer lombikok (200-300 ml-es)
- analitikai tölcsér
- szűrőpapír (közepes pórusfinomságú)

### 1.4. A cementgyártási nyersliszt $\text{CaCO}_3$ tartalmának meghatározása

Elve: A  $\text{CaCO}_3$  gyenge sav sója, melyből erősebb savval a szénsav felszabadítható. Erős sav hozzáadásakor a  $\text{CO}_3^{2-}$  ionok helyét az erős sav anionjai foglalják el, míg az így keletkező  $\text{H}_2\text{CO}_3$  (szénsav)  $\text{CO}_2$ -ra és  $\text{H}_2\text{O}$ -re disszociál. A  $\text{CO}_2$  eltávozik az elegyből.



A reakció teljes lejátszódásához a sósavat feleslegben adagoljuk, melynek feleslegét NaOH mérőoldattal titráljuk vissza.





#### 1.4.1. A meghatározás menete:

A mintából  $0,65 \pm 0,05$  g-ot kell bemérni analitikai mérlegen. A bemért mintát a bemérőcsónakból 250 ml-es főzőpohárba mossuk desztillált vízzel, majd 25 ml 0,5 M HCl mérőoldatot pipettázunk hozzá. Az oldatot 2 perces forralás után közepes pórusfinomságú szűrőpapíron 300 ml-es Erlenmeyer lombikba szűrjük, és hűlés után metilvörös indikátor jelenlétében pirosból citromsárga színbe titráljuk 0,25 M NaOH mérőoldattal.

#### 1.4.2. Számítás:

$$\text{CaCO}_3 \text{ tartalom, } \frac{\text{m}}{\text{m}} \% = \frac{\left( 25 \cdot \text{faktor}_{0,5\text{M HCl}} - \frac{\text{fogyás}_{0,25 \text{ M NaOH}} \cdot \text{faktor}_{0,25 \text{ M NaOH}}}{2} \right) \cdot 25,0225}{\text{bemérés [mg]}} \cdot 100$$

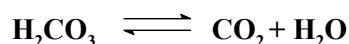
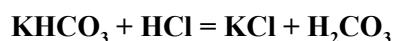
25,0225: 1 ml 0,5 M HCl-val reakcióba lépő  $\text{CaCO}_3$  mennyisége mg-ban

25: A nyersliszt  $\text{CaCO}_3$  tartalmának oladához használt 0,5 M HCl mérőoldat térfogata, ml-ben

### *1.5. A meghatározáshoz felhasznált mérőoldatok hatóértékének (faktorának) meghatározása*

#### 1.5.1. 0,5 M koncentrációjú HCl mérőoldat hatóértékének (faktorának) megállapítása

A kereskedésbeli legtisztább minőségű kálium-hidrogén-karbonát ( $\text{KHCO}_3$ ) tartalmaz kevés nedvességet és kálium-karbonátot, de egyszerűen tisztítható Winkler szerint a következőképpen: néhány g-nyi anyagot porcelán mozsárban igen finomra porítunk, óraüvegen vékony rétegben kiterítjük és szén-dioxiddal töltött tömény kénsavas exszikkátorban egy napig állni hagyjuk. Másnap az összetapadt port megtörjük, és még egy napra visszatesszük az exszikkátorba. A finom, nem tapadó port jól záró, üveg dugós üvegben tároljuk. Az így előkészített kálium-hidrogén-karbonát relatív molekulatömege  $M_r = 100,19$  és hosszú ideig eltartható változás nélkül.



Analitikai mérleggel, bemérő csónakban, lemérünk kb.  $1,00 \pm 0,05$  g tömegű szilárd kálium-hidrogén-karbonát titalapanyagot, és 200-300 cm<sup>3</sup>-es titráólombikban kb. 30 cm<sup>3</sup> desztillált vízben oldjuk. Hozzáteszünk 2-3 csepp metilnarancs indikátor-oldatot, és a sárga színű oldatot az indikátor átmeneti színének (narancsszín) megjelenéséig titráljuk a beállítandó sósav-mérőoldattal. Az oldatot felforraljuk, és a forrás megindulásától számítva még legalább két percig forrásban tartjuk. Ezután laza vattapamattal a lombikot lezárjuk, és tartalmát gondosan lehűtjük, majd az indikátor átmeneti színének megjelenéséig titráljuk (a buretta feltöltése nélkül). A mérőoldat hatóértékét (faktorát) legalább 5 párhuzamos mérés átlagából számítjuk ki.

$$\text{faktor}_{0,5\text{M HCl}} = \frac{1000 \cdot \text{bemérés}(\text{KHCO}_3)[\text{g}]}{50,095 \cdot \text{fogyás}(0,5\text{M HCl})[\text{cm}^3]}$$

### 1.5.2. 0,25 M koncentrációjú NaOH mérőoldat hatóértékének (faktorának) megállapítása

3 db titráólombikba 20 ml 0,25 M NaOH oldatot pipetázunk, majd 20-30 ml desztillált vízzel hígítjuk. 2-3 csepp metilnarancs indikátor jelenlétében a NaOH oldatot átmeneti (narancs) színre titráljuk.

$$\text{faktor}_{0,25\text{ M NaOH}} = 0,1 \cdot \text{fogyás}_{0,5\text{ M HCl}} \cdot \text{faktor}_{0,5\text{ M HCl}}$$

### 1.6. Az eredmények megadása

A vizsgálat eredménye az ugyanabból a mintából vett két külön bemérésből végzett párhuzamos meghatározás eredményének számtani középértéke két tizedes pontossággal.



A felsőfokú oktatás minőségének és  
hozzáférhetőségének együttes javítása a  
Pannon Egyetemen  
EFOP-3.4.3-16-2016-00009



### 1.7. *Ismételhetőség*

	ismételhetőség
nedvességtartalom	0,05 %
CaCO <sub>3</sub> tartalom	0,10 %

H-8200 Veszprém, Egyetem u.10.  
5

H-8201 Veszprém, Pf. 158.  
Telefon: (+36 88) 623-515  
Internet: [www.uni-pannon.hu](http://www.uni-pannon.hu)





## KÉPLÉKENY MASSZÁK MINŐSÍTŐ VIZSGÁLATAI

A képlékeny massa formálása a legrégebb kerámiái eljárás. Ilyen a szabadkézi korongolás fazekas koronggal, a gépi korongolás korongológép, gipszforma és sablon segítségével, az egyedi tárgyak szobrászata, a képlékeny sajtolás, a téglagyártó automatákkal történő téglagyártás, stb.

Az agyagmassza 20-40 % (m/m) nedvességtartalom mellett képlékeny állapotú, jól formálható.

A képlékenységi vizsgálata kerámiái szempontból rendkívül fontos, azonban ezideig nem sikerült olyan módszert kidolgozni, amellyel a képlékenységi pontosan, számszerű adatokkal jellemezhető. Ennek oka az, hogy a képlékenységi nem egyetlen fizikai tulajdonság függvénye, hanem kialakításában szerepet játszanak a különböző agyagásványfélések, kísérő komponensek, szennyezők fizikai, kémiai, kolloidkémiai, minerológiai tulajdonságai. A különböző képlékenységi nyersanyagok különböző mennyiségű vízzel formázhatók. A képlékenyebb anyagok több vizet képesek felvenni, mint a kevésbé képlékenyek.

A képlékenységi hordozói a negatív felületi töltésű, lemezes alakú agyagásvány kristályok. A képlékeny alakváltozáskor a lemezek a hozzájuk kötődött hidrátburokkal együtt elmozdulnak, elcsúsznak egymás felett. Az új forma megmaradását az új helyzetben is meglévő adhéziós erők biztosítják.

A képlékenységi az agyagásványok diszperzítási fokától és fajlagos felületétől függ. Legképlékenyebbek a legfinomabb szemcsézetű, legnagyobb fajlagos felületű agyagok (ilyenek az illit-, montmorillonit tartalmúak).

Az agyagban lévő egyéb ásványi elegyrészek általában csökkentik a képlékenységet.

### **2. Képlékeny nyersanyagok formázhatóságának meghatározása**

Kerámiái tárgyak előállításához először az agyagot nedvesíteni kell. Az így kapott nedves massa - nedvességtartalmától függően - már alkalmas a különböző formálási eljárásokhoz. A képlékeny



(plasztikus) kerámiai massa max. 20-40 %(m/m) vizet tartalmaz, az ennél nagyobb víztartalmú massa az öntőiszap. A legkevesebb vizet az u.n. sajtolómasszák tartalmazzák (max. 13 %(m/m)).

## **2.1. Próbatetek formázása, megmunkálási víztartalom meghatározása (az MSZ 12788/3 alapján)**

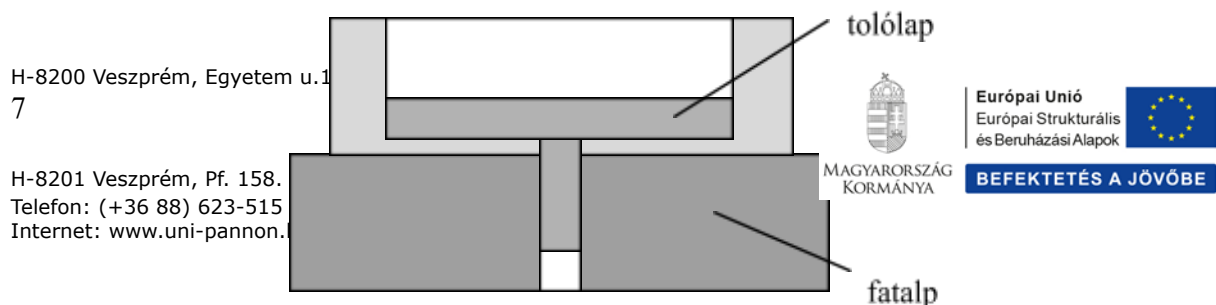
### 2.1.1. Próbatetek formázása:

A vizsgálandó agyagot - ha szükséges - megfelelő finomságúra (>1 mm) őröljük. Az agyagőrleményt nagy méretű porcelántálba tesszük és gyúrás közben fokozatosan adagoljuk hozzá a vizet, egészen addig, amíg a massa jól formázhatóvá válik. (Az agyagmassza nedvességtartalma akkor megfelelő, ha már jól alakítható, ujjal nem tapinthatók benne kemény agglomerálódott részek és nem tapad a kézhez.) Ezután a masszát a víztartalom megfelelő homogenizálására legalább 30 percen át kézzel alaposan át kell gyúrni. A kész masszát műanyagzacskóba tesszük és lehetőleg a következő labornapig pihentetjük (természetesen ezzel a pár napos pihentetéssel a massa nedvességtartalma nem fog tökéletesen homogenizálódni - gondoljunk arra, hogy pl. Kínában a porcelángyártás első korszakaiban a porcelán masszáját több évtizedig pihentették a megfelelő nedvesség-homogenizáció, így a kellő plasztikusság elérése érdekében -, de a laborméréshez a massa már megfelelővé válik).

A pihentetett masszából kézi téglafarmázóval (2. ábra) téglatesteket gyártunk (minimum 3 db-ot) oly módon, hogy a vékonyan kiolajozott kézi formába helyezünk adott mennyiségű masszát, kézzel ütögetve tömörítjük, a felesleget nedves kézzel lehúzzuk és a kész próbatetet a tolólappal kiemeljük, majd mázas csempére helyezzük.

A frissen formázott téglákra átlós irányban 2db 50 mm hosszú jelet teszünk, ami alapul szolgál a zsugorodási vizsgálatokhoz. Ezen kívül minden egyes téglát külön-külön egyedi jellel is el kell látni, ami a tömegméréskor történő és a szárítás ill. égetés utáni azonosítást lehetővé teszi.

2. ábra Kézi formázó laboratóriumi méretű próbatetek készítéséhez





### 2.1.2. Megmunkálási víztartalom meghatározása:

Megmunkálási víztartalom ( $m\%$ ) alatt, adott technológia mellett jól formázható massa nedvesség tartalmát értjük, a száraz anyag százalékában kifejezve.

Közvetlenül a formázás után gyorsmérlegen 0,1 g pontossággal lemérjük a próbatesteket ( $m_n$ ), majd 105C-os szárítószekrényben tömegállandóságig szárítjuk, lehűtjük és visszamérjük ( $m_{sz}$ ).

A megmunkálási víztartalmat az (1) képlet szerint számítjuk.

$$m\% = \frac{m_n - m_{sz}}{m_{sz}} \quad [\% (m/m)] \quad (1)$$





**A laborjegyzőkönyvben beadandó:**

- formázás utáni nedves tömegek ( $m_n$ )
- szárítás utáni tömegek ( $m_{sz}$ )
- az egyes próbatestek megmunkálási víztartalma ( $m\%$ )
- a megmunkálási víztartalmak átlaga ( $\overline{m\%}$ )

**3. Száradási tulajdonságok vizsgálata**

A kerámiai masszákat a formálhatóság érdekében a formázási módszertől függően több-kevesebb vízzel kell nedvesíteni. Ezt a víztartalmat az égetés előtt el kell távolítani, mert az égetés során a hőmérséklet emelésekor a hirtelen gőzfejlődés a nyersterméket megrepesztheti.

Egy agyag-víz rendszernél a megkötött víz eltérő erősséggel kötődik az agyagásványokhoz:

1.) megmunkálási víz

az a víztartalom, amely az agyagszemcsék közötti pórusokat kitöltő vízmennyiségen felül szükséges a formáláshoz (max. 40 % (m/m))

2.) pórusvíz

az egymással érintkező agyagszemcsék közötti teret kitöltő vízmennyiség  
(~ 6-10 % (m/m))

3.) adszorpciós víz

az egyes agyagszemcséket körülvevő mono-, vagy dimolekuláris vízréteg (~ 1 % (m/m))

4.) rétegeközi víz

az agyagásványok rétegei közé behatoló vízmennyiség

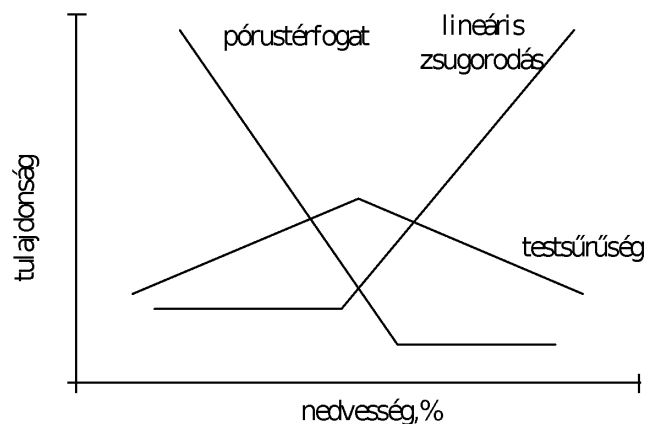
5.) szerkezeti víz



az agyagásványok felépítésében résztvevő vízmennyiség; ennek eltávozásakor az eredeti  
vegyület szétesik

Szárításkor az 1-3. pontokban szereplő víztartalom távolítható el.

A száradó test egyes fizikai tulajdonságainak változásával nyomon lehet követni a szárítás  
menetének mértékét. Gyakran vizsgálják a **testsűrűség**, a **lineáris zsugorodás**, vagy a  
**pórustérfogat** változását a %-os nedvességtartalom függvényében (3. ábra).



3. ábra A száradó test tulajdonságainak változása a nedvességtartalom függvényében

A szárítás folyamán nem minden agyag viselkedik egyformán. Egy száradó test felületén a  
nedvességtartalom mindig kisebb, mint a belsejében. A felületről elpárolgó víz helyébe a test  
belsejéből kapilláris áramlás útján pótlódik a víz.

A szárítás során az agyagban végbemenő kapilláris vízáramlás, a felületen bekövetkező  
párolgás és a levegő vízgőzfelvevő képessége tart egymással egyensúlyt. A három tényező  
bármelyikének elégtelensége eredménytelenné teheti a szárítási folyamatot.

### 3.1. Lineáris száradási zsugorodás (az MSZ 12788/4-72 alapján):

**Fogalma:** A lineáris száradási zsugorodás ( $Zs_{sz}\%$ ) a próbatest valamely frissen formázott  
mértékének ( $L_n$ ) és a kiszáradt test ugyanazon mértékének ( $L_{sz}$ ) különbsége a frissen formázott test  
hosszmértékének százalékában kifejezve (2).



(Az  $L_n$  érték a 2.1. fejezetben ismertetett módon, a frissen formázott próbatestbe jelölt távolságot jelenti, esetünkben a konkrét érték: 50 mm.)

A formázott, jellel ellátott próbatesteket (minimum 3 db-ot) néhány napig szikkasztjuk, majd szárítószekrényben 105 C-on szárítjuk. Lehűlés után a próbatestbe jelölt távolságokat tolmérővel 0,1 mm-es pontossággal megmérjük.

A lineáris száradási zsugorodás a (2) képlet szerint számítható.

$$Z_{S_{sz}} \% = \frac{L_n - L_{sz}}{L_{sz}} \cdot 100 \quad (2)$$

**A laborjegyzőkönyvben beadandó:**

- az egyes próbatesteken mért távolságok
- az egyes próbatestek lineáris száradási zsugorodása ( $Z_{S_{sz}} \%$ )
- a lineáris száradási zsugorodások átlaga ( $\overline{Z_{S_{sz}}} \%$ )

### 3.2. Száradási érzékenység vizsgálata Macey szerint

A zsugorodás mellett fontos tulajdonsága az agyagoknak a száradási érzékenységük, ugyanis az agyagok minőségüktől és a száradási körülményektől függően a szárítás során kisebb, nagyobb mértékben károsodhatnak.

**Fogalma:** A különböző agyagok meghatározott szárítási paraméterek mellett észlelt károsodásra (repedés, torzulás, vetemedés) való hajlama.

Másképpen: egy agyagban a formadarab megrepedésének veszélye nélkül fenntartható maximális nedvességgradiens mértéke az illető agyag **száradási érzékenysége**. Ha a megengedett nedvességgradiens nagy, az agyag nem érzékeny, míg ha a nedvességesést kis értéken kell tartani, az agyagot száradásra érzékenynek mondjuk.

A Macey-féle módszer lényegében a kapilláris vízáramlás intenzitásának meghatározásából (vagy másképpen a száradó testben lévő nedvességgradiens méréséből) következtet az



érzékenységre. Meghatározott szárítási idő eltelte után a próbatestben mérhető nedvesség-eloszlást főként az adott anyag nedvességvezetési tényezője szabja meg, amely egyenesen arányos a kapilláris vízáramlás intenzitásával.

A kapilláris vízáramlás intenzitását ( $G_f$ ) a következő egyenlet fejezi ki:

$$G_f = k_f \cdot \delta_t \cdot \frac{df}{dx} \quad (3)$$

ahol

$k_f$  - a nedvességvezetési tényező,  $\text{kg/m}^2\text{h}$

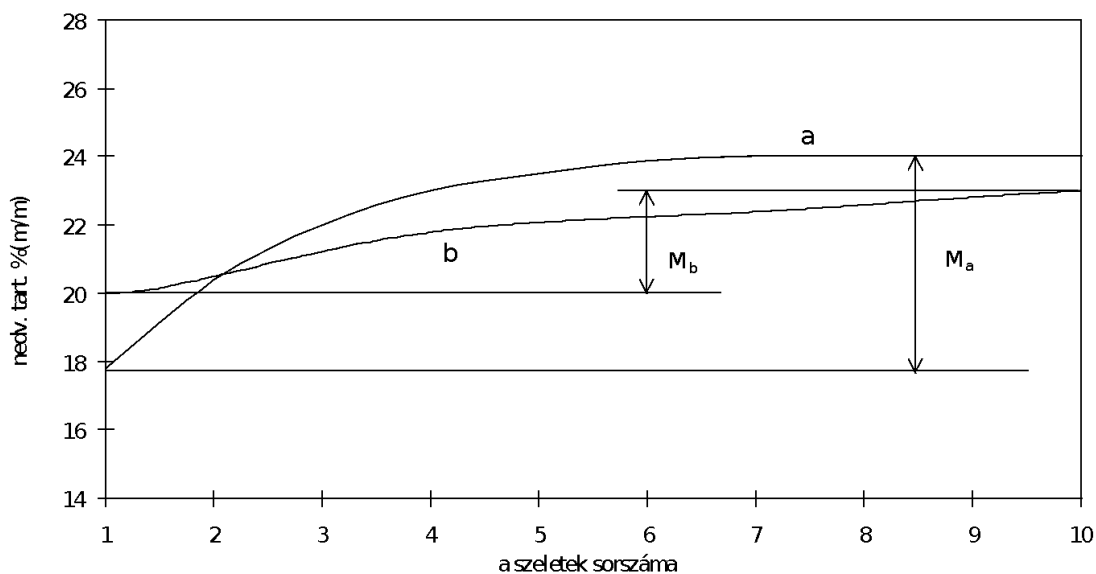
$\rho_t$  - a testsűrűség,  $\text{kg/m}^3$

$df/dx$  - a nedvességgradiens (hosszegységre eső nedvességváltozás)  $\%/m$ .

#### ***A mérés kivitelezése:***

A 2.1. fejezetben ismertetett módon előkészített, pihentetett masszából egy darab 10,0 cm 5,0 cm 2,5 cm méretű próbatestet formázunk a kiadott téglafomázóval. A téglatestet közvetlenül a formázás után öt oldalán vízzáró réteggel (latex vagy műanyag fólia) vonjuk be, így a test száradásakor bekövetkező párolgás csak az 5,0 cm 2,5 cm méretű szabad felületen játszódhat le. Latex réteg alkalmazásakor a latex réteg tökéletes megszáradása után a próbatestet a párolgó felülettel felfelé mázas csempére állítjuk és 48 órán keresztül szobahőmérsékleten tároljuk. Műanyag fólia esetén azonnal a párolgó felülettel felfelé helyezzük a próbatestet a mázas cserépre. A megadott idő eltelte után a latex vagy műanyag fólia réteget eltávolítjuk és a próbatest hossz tengelyére merőlegesen 10 egyenlő méretű (1 darab ~1 cm széles) szeletre vágjuk. A szeleteket sorszámmal látjuk el, amely jelzi a szeletek távolságát a párolgó szabad felülettől. (Az 1-es jelű a száradó szabad felületű, a 10-es sorszámú pedig a vele ellentétes oldalon.) Ezek után meghatározzuk minden egyes szelet nedvességtartalmát (2.1. fejezet, (1) képlet), majd a párolgó felülettől mért távolság függvényében megrajzoljuk a nedvesség-eloszlási görbét.

A Macey-féle száradási érzékenységre jellemző számot a száradó test két legszélső szeletének %-os nedvességtartalmának különbsége adja (4. ábra).



$M_a$  - száradásra közepesen érzékeny

$M_b$  - száradásra nem érzékeny

4. ábra Nedvességeloszlási görbe a Macey-féle száradási érzékenységi meghatározásához.

### Értékelés:

Macey szám	3,5 % (m/m) alatt	3,5 - 7,0 % (m/m)	7.0 - 10,0 % (m/m)	10 % (m/m) felett
Száradási tulajdonság	szárításra nem érzékeny	szárításra közepesen érzékeny	szárításra érzékeny	szárításra nagyon érzékeny

### A jegyzőkönyvben beadandó:

- az egyes szeletek nedvességtartalmának számításához szükséges adatok
- az egyes szeletek nedvességtartalma
- a nedvesség-eloszlás görbe
- a massa száradási érzékenysége minősítése



A felsőfokú oktatás minőségének és  
hozzáférhetőségének együttes javítása a  
Pannon Egyetemen  
EFOP-3.4.3-16-2016-00009



H-8200 Veszprém, Egyetem u.10.  
14

H-8201 Veszprém, Pf. 158.  
Telefon: (+36 88) 623-515  
Internet: [www.uni-pannon.hu](http://www.uni-pannon.hu)



**Európai Unió**  
Európai Strukturális  
és Beruházási Alapok



**BEFEKTETÉS A JÖVŐBE**



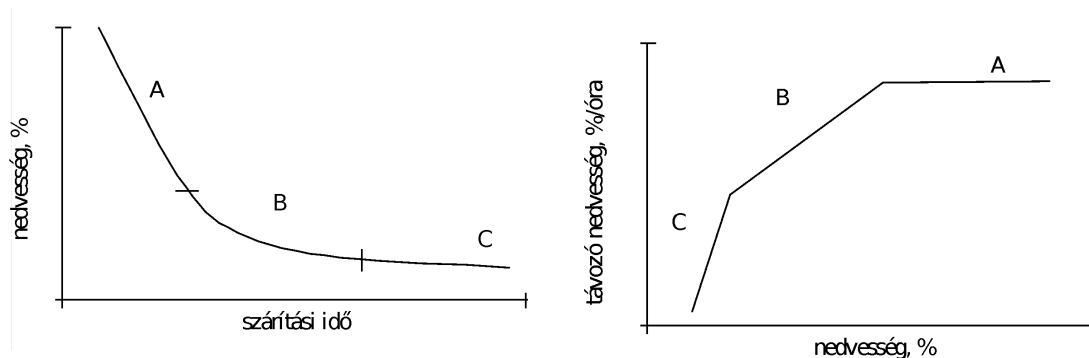
### 3.3. Száradási kinetika meghatározása

A szárítás előrehaladását többféleképpen lehet ellenőrizni:

1. Meg lehet határozni a %-os nedvességtartalmat az idő függvényében. Az így megrajzolt grafikon a szárítási görbe (5. a. ábra).

2. a szárítási görbével szoros összefüggésben van a szárítási sebességgörbe (a szárítási görbe deriváltja), amely egységnyi idő alatt elpárolgott nedvesség százalékos mennyiségét ábrázolja a nedvességtartalom függvényében (5. b. ábra).

Száradáskor először a megmunkálási víz távozik. Ekkor a vízvesztés arányos a zsugorodással (A szakasz). A pórusvíz távozásakor a zsugorodás csökken a vízleadáshoz képest, ekkor jelennek meg az első pórusok a száradó testben, tehát ebben a szakaszban (B szakasz), egymás mellett három folyamat játszódik le (zsugorodás, vízleadás, pórusképződés), így ez a szárítási folyamat legkritikusabb része. Az adszorpciós víz távozásakor további zsugorodás nem figyelhető meg; az agyagszemcsék mintegy kitámasztják egymást, így a vízvesztés csak a porozitás növekedését okozza.



5. ábra: Szárítási görbe (a) és szárítási sebességgörbe (b)

Régebben, különösen a téglagyárakban, természetes szárítást alkalmaztak, azaz a téglákat egymásra nagy hézaggal rakva, nyílt oldalfalú, tetővel fedett színekben szárították. (Így a téglagyár természetesen csak fagymentes időben üzemelhetett.)



A korszerű szárítóknál a szárítást meleg levegővel végzik, de vigyáznak arra, hogy szárítólevegőnek minden időpontban nem csak megfelelő hőmérséklete, de nedvességtartalma is legyen, nehogy a test felületén kiszáradt kéreg képződjék.

Tekintettel arra, hogy a hőenergia drága, a korszerű szárító-berendezésekkel szemben támasztott legfőbb követelmény a hó hőkihasználás.

A legegyszerűbb mesterséges szárító a kamrás szárító, amely *szakaszos üzemű*. A meleg levegőt alul lehet a kamrába fúvatni és felül vezetődik el. A módszer hátránya, hogy a szárító szélein és sarkain az anyag még nedves, mikor a kamra fő tömege már megszáradt. Így sok energia pazarlódik a megszáradt áruk további melegítésére. A kamrás szárítók akkor működnek jól, ha bennük néhány Pa túlnyomás van. A korszerű kamrás szárítók ma már levegő-recirkulálással működnek.

A *folyamatos üzemű* szárítókat az jellemzi, hogy a töltés és ürítés idején sem szakad meg a szárítási folyamat. Legjelentősebb eltérés a szakaszos üzemmel szemben, hogy a szárítón belül zónákat képeznek ki, melyek klímája időben állandó. Az áthaladó nyersáru mindig szárítottsági fokának megfelelő klímájú szakaszban tartózkodik. A folyamatos üzemű szárítók három csoportba sorolhatók:

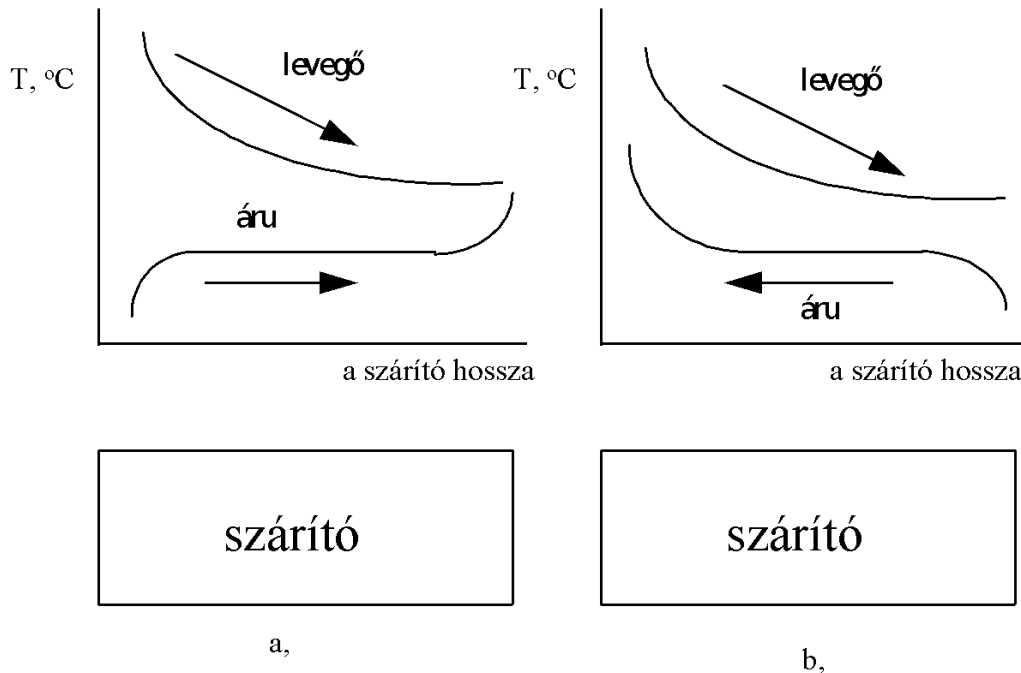
1. csatornaszárítók,
1. alagútszárítók,
1. gyorsszárítók.

A megfelelő hosszúságú csatornában vagy alagútban kocsikon mozog előre az anyag a teljes kiszáradásig.

A gyorsszárítóknál a tartózkodási idő csak néhány óra, de csak vékonyfalú, megfelelő alakú és pórusszerkezetű idomokhoz alkalmazható. Az áru mozgatásához görgősört vagy hibás szárítót alkalmaznak.



A légáram menete szempontjából kétféle megoldás lehetséges: egyenáramú- és ellenáramú levegő bevezetés. A kétféle megoldás esetén a levegő és az áru hőmérsékletének a szárító hosszában történő változását, valamint a mozgás irányát szemlélteti a 6. ábra.



6. ábra: Egyenáramú (a) és ellenáramú szárítás (b)

Látható, hogy az egyenáramú megoldáskor a hideg és még teljesen nedves áru a legszárazabb és egyben a legmelegebb levegővel találkozik, ami meglehetősen drasztikus szárítást eredményez; míg az ellenáramú kivitel esetén a még nedves áru a már nedves és kevésbé meleg levegővel találkozik, így kíméletes szárítás valósítható meg.

Egyenáramú szárítás alkalmazható, ha:

- a nedves áru felmelegítése gyors lehet,
- nagy a pórusok átmérője,
- nagy (gyors) a nedvesség utánáramlása,
- a termék száraz állapotban hőérzékeny.



Ellenáramú szárítás alkalmazható, ha:

- kicsi a pórusátmérő,
- lassú a nedvesség-utánpótlás a felületre és ez nem engedi meg a gyors felmelegítést.

Ennél a megoldásnál azonban a kiszáradt termék nem lehet hőérzékeny.

#### *Száradási sebesség meghatározása*

A vizsgálatot az un. Mytron készülékkel végezzük (7. ábra).

#### **Mérés kivitelezése:**

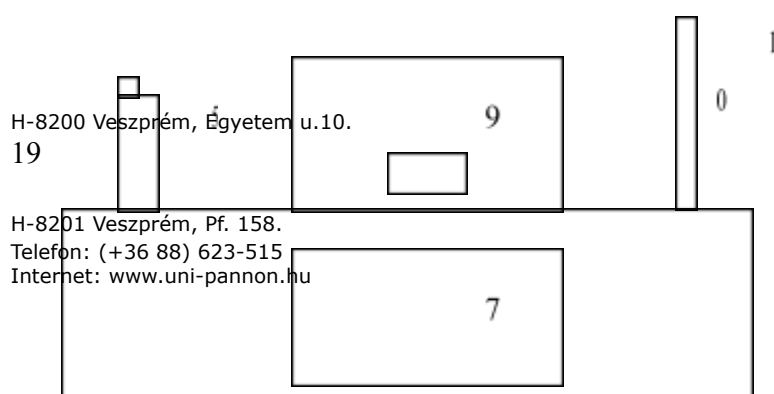
A 2. sz. kapcsolót bekapcsoljuk.

1. A kapott mintákból pontosan 10 g anyagot mérünk be a következő módon:
  - a) a 6. sz. gombot addig fordítjuk hátrafelé, míg a 7. sz. ablakban ill. a 9. sz. számlálón az 0-ás tányér jele meg nem jelenik,
  - b) a tányért kivesszük,
  - c) beletesszük a mintát (~10 g),
  - d) visszahelyezzük a tányért,
  - e) a 6. sz. gomb előrefordításával arretáljuk ("kinyitjuk") a mérleget,
  - f) a mintához annyi anyagot adunk (vagy veszünk el belőle), hogy a mérleg skálája pontosan 0-ra álljon.

Több minta esetén az 1. pontban leírtakat ismételjük. Természetesen a további mintákat az 1, 2, 3, stb. számú tányérokba helyezzük.



2. Amikor valamennyi mintát bemértük, a 3. sz. kapcsolót benyomjuk és a 6. sz. gombot hátrafordítjuk, melynek hatására beindul a fűtés, a ventilátor és a tányérokat mozgató szerkezet.
3. A kontakthőmérő (5) segítségével beállítjuk a megfelelő hőmérsékletet (melyet a mérésvezető ad meg; általában 80 °C alatti hőfok érték), és a 4. sz. gombbal a ventilátor fordulatszámát maximálisra állítjuk. Amikor a megfelelő hőmérsékletet elértük a 4. sz. gombot 3-as fokozatra állítjuk.
4. Az előzetesen megadott időpontokban megmérjük a minták tömegét úgy, hogy a 2. sz. gombot benyomva a beméréshez hasonlóan leolvassuk a mérleg skáláját:
  - a) 6. sz. gomb hátrafordításával kikeressük a megfelelő tányért,
  - b) 6. sz. gomb előrefordításával aretáljuk a mérleget,
  - c) leolvassuk a skáláról a mérési adatot. (Ha a tömegvesztés nagyobb, mint 20 %, akkor a 11. sz. kisebb karikával kiegyenlítjük a mérleget. 40 %-os tömegvesztés felett a nagyobb karikát, 60 % felett mindkettőt használjuk. Természetesen a leolvasott értékekhez ilyenkor rendre 20, 40 és 60 %-ot kell hozzáadni.)Az adatok leolvasása után a 3. sz. gombbal újraindítjuk a készüléket.
5. A mérés végeztével a mintákat kivesszük a készülékből és szárítószekrényben 105 °C-on tömegállandóságig szárítjuk.
6. A mérési adatokat diagramon ábrázoljuk (tömegvesztés (%) vs. idő (min))





A felsőfokú oktatás minőségének és  
hozzáférhetőségének együttes javítása a  
Pannon Egyetemen  
EFOP-3.4.3-16-2016-00009



1. Fűtés bekapcsoló
2. Tömegmérés bekapcsoló
3. Fűtés+forgatás bekapcsoló
4. Ventilátor teljesítmény beállító
5. Kontakt hőmérő
6. Mérleg aretáló gomb
7. Mintatartó tányérok
8. Mérleg
9. Tányér számláló
10. Ellenőrző hőmérő
11. Tárasúlyok (rézkarikák)

*7. ábra A Mytron készülék vázlata*

***A jegyzőkönyvben beadandó:***

- a mérési adatok (a leolvasás időpontjai, ill. az azokhoz tartozó nedvességtartalom értékek)
- a szárítási idő vs. nedvességtartalom diagram
- annak értékelése, mennyire problémás a massa száríthatósága

H-8200 Veszprém, Egyetem u.10.  
20

H-8201 Veszprém, Pf. 158.  
Telefon: (+36 88) 623-515  
Internet: www.uni-pannon.hu





#### 4. A képlékenység vizsgálata

Mint már szó volt róla, a képlékenység mérésére a mai napig sem sikerült egyértelmű méréstechnikai eljárást kidolgozni. Több különböző mérési eljárás és eszköz ismeretes a képlékenység meghatározására, ezek alapvetően a massa viszkozitását, a formálhatósághoz szükséges víztartalmat, a száraz szilárdságot veszik alapul a képlékenység jellemzésére.

A gyakorlatban az Attenberg-féle, Rieke-féle és a Pfefferkorn-féle képlékenységi szám meghatározását végzik. Ezek mindegyike a nedves agyagmassza deformációjának mérésén alapul.

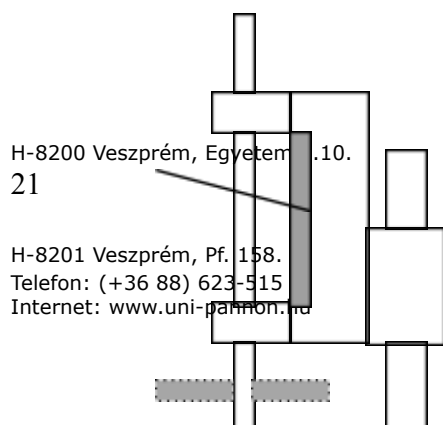
Az agyagmassza képlékenységét szilárdsági jellemzőivel (nyírófeszültség, szakítószilárdság, száraz hajlítószilárdság) is szokás jellemezni; pl. minél nagyobb a szárított próbatest hajlítószilárdsága, annál képlékenyebb a massa. (A hajlítószilárdság meghatározását a "Szilárdsági jellemzők meghatározása" című alfejezetben ismertetjük részletesen.)

##### 4.1. A Pfefferkorn - féle képlékenységi szám meghatározása

**A Pfefferkorn - féle képlékenységi szám fogalma:** Az a százalékos víztartalom, amely mellett az adott méretű agyagmassza-henger meghatározott erő (adott magasságból ejtett, adott tömegű lap) hatására eredeti méretének egyharmadára ( $1/0,307$  - részére) nyomódik össze.

##### A mérés menete:

A megfelelő finomságúra ( $>1,0$  mm) őrölt vizsgálandó agyagból minimum 3 különböző nedvességtartalmú masszát készítünk, úgy, hogy az agyag  $\sim 100$  g-jaihoz különböző mennyiségű desztillált vizet adunk, majd 5-10 perces kézi gyúrással homogenizáljuk azokat. A homogenizálás után a masszákat 1 óráig nedves ruha alatt pihentetjük. Ezután a masszából kézi prészerszámmal 35 mm átmérőjű, 40 mm magas ( $h_0$ ) hengereket formázunk. Az agyaghengereket a Pfefferkorn készülék alaplapjára helyezük és a próbatestre egy 1190 g tömegű ejtőlapot ejtünk 146 mm magasságból (8. ábra).





mm skála

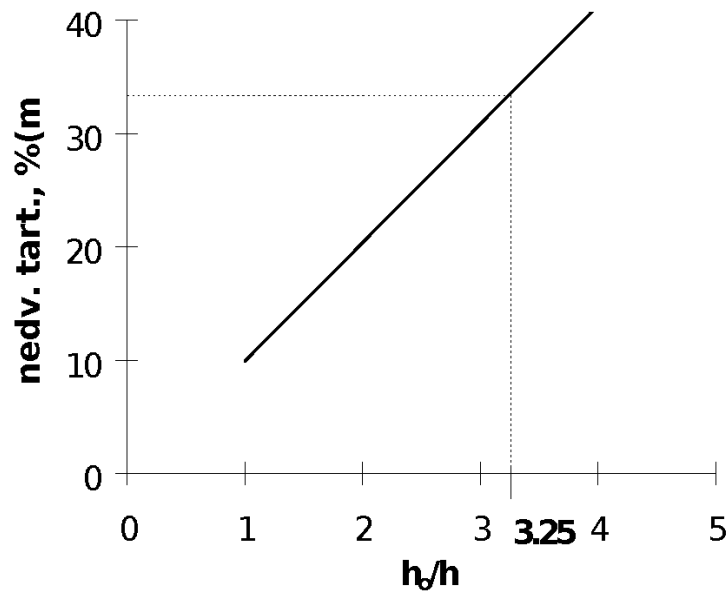
*8. ábra A Pfefferkorn készülék vázlata*

A fémtárcsa deformálja, összenyomja a próbatestet, annak nedvességtartalmával arányos mértékben. A készülék mm - beosztású skálájáról leolvassuk az eredeti  $h_0$  magasságú próbatest összenyomódás utáni  $h$  magasságát. Az összenyomódási viszonyszámot a  $h_0/h$  hányados adja. A deformálódott próbatestek nedvességtartalmát a 2.1. fejezetben megadott módon meghatározzuk, majd az összetartozó nedvességtartalom - összenyomódási viszonyszám értékeket koordináta rendszerben ábrázoljuk úgy, hogy az abcisszán a  $h_0/h$  viszonyszámot, az ordinátán a százalékos nedvességtartalmat tüntetjük fel.

Az ábrázolt pontok összekötésével általában egyenest kapunk. Az abcissza  $1/307$  (~3,25) pontjába merőlegest állítva, az egyenes és a merőleges metszéspontját az ordináta tengelyre vetítve kapjuk a Pfefferkorn-féle képlékenységi számot.



A 9. ábrán példaképpen látható egy, a Pfefferkorn-féle képlékenységi szám meghatározására szolgáló diagram.



9. ábra Mintaábra a Pfefferkorn-féle képlékenységi szám meghatározása során megszerkesztendő diagramhoz

**A laborjegyzőkönyvben beadandó:**

- az összenyomódott próbatestek formázás- ill. szárítás utáni tömege
- az összenyomódott próbatestek nedvességtartalma
- az összenyomódások mértéke
- az összenyomódási viszonyszámok
- nedvességtartalom - összenyomódási viszonyszám diagram
- a Pfefferkorn-féle képlékenységi szám



## 4.2. Kerámiai masszák szilárdsági jellemzőinek meghatározása

A kerámiai masszák képlékenységének jellemzésére gyakran használják a különböző szilárdsági adatokat. Leggyakrabban a nyírófeszültséget, a szakítószilárdságot és a szárított termék hajlítószilárdságát vizsgálják.

### 4.2.1. Nyírófeszültség, szakítószilárdság meghatározása:

#### **Vizsgálendő massa előkészítése:**

A megfelelő finomságúra (>1,0 mm) örölt vizsgálendő agyagból minimum 3 különböző nedvességtartalmú masszát készítünk, úgy, hogy az agyag ~200 g-jaihoz különböző mennyiségű desztillált vizet adunk, majd 5-10 perces kézi gyúrással homogenizáljuk azokat. A homogenizálás után a masszákat 1 óráig nedves ruha alatt pihentetjük.

E három különböző nedvességtartalmú masszából történik a nyíró-, szakító-, majd szárítás után a száraz hajlítószilárdság meghatározása.

A mérés menete. A masszából henger alakú próbatestet sodrunk és a plasztométer massa-felvevőhengerébe farúddal (adott jelig) betömörítjük. A felvevő hengerben lévő masszát hidraulikus dugattyúval nyomjuk, s így az a kónuszos kinyomócsövön át 10 mm átmérőjű rudat képezve kiáramlik. A nyírófeszültség értékét manométeren olvassuk le, amely az a nyomás (bar), amely a massa-felvevőhengerből a kinyomócsövön át 1 cm<sup>2</sup> keresztmetszetben áramló massa átnyomásához szükséges. A massa kiáramlásakor a mutató nem áll meg, ezért fokozott figyelemmel olvassuk le a maximális értéket ( $\sigma_{ny}$ ). A mérést 4-5-ször megismételjük. A massa nedvességtartalmának meghatározása céljából a kinyomott, egyértelműen megjelölt rudak tömegét táramérleglen lemérjük ( $m_n$ ). A tömegmérés után azokat 105 °C-os szárítószekrényben tömegállandóságig szárítjuk, majd ismételen lemérjük ( $m_{sz}$ ) és a 2.1. pont szerint számolunk.

A nyírófeszültség meghatározása után ~5 mm hosszú szabad masszafelületen történik a masszarúd elszakítása. A masszarúd elszakadása után a manométer a szakítószilárdsági értéket (bar) mutatja. A mérést 3-szor megismételjük. Az egyes mérések közti eltérés nem lehet nagyobb 0,3 bar-nál. Ha az eltérés nagyobb, akkor a masszarúd sérült, vagy inhomogén. A mért értékek





középértéke adja az adott nedvességtartalmú massa szakítószilárdságát. A nyíró, ill. szakítószilárdság meghatározása után minden egyes masszából 10-10 db 1 cm átmérőjű 6 cm hosszú henger alakú próbatesteket formázunk a száraz hajlítósilárdság meghatározása céljából. A próbatesteket 110 C-n tömegállandóságig szárítjuk. Ezután megmérjük a próbatest átmérőjét tolómérővel (mm), majd a hidraulikus törőgépen meghatározzuk a száraz hajító-törőerőt (N).

***Vizsgálati eredmények értékelése:***

a, Az abszcisszán a nyíróellenállás értékeket, az ordinátán pedig 5-szörös léptékben a húzószilárdság értéket kell ábrázolni.

Minden nedvességtartalomhoz tartozó pontot fel kell rajzolni, ami a mért nyíróellenállás és szakítószilárdság értékekből adódik. Legalább 3 pont lesz, melyek összekötésével egy görbét kapunk, amelyből következtethetünk a massa feldolgozhatóságára.

A görbe mutatja, hogy növekvő nyíróellenállásnál, azaz csökkenő nedvességtartalom esetén hogyan nő a szakítószilárdság. Kis emelkedés esetén a massa elszakad (rövid massa). Meredek emelkedés esetén azonban a massa belső feszültségeket nagy szakítószilárdsága révén fel tudja venni.

b, A nedvességtartalom függvényében ábrázoljuk a

szakítószilárdság

nyíróellenállás

értéket is.

Itt egy gyenge maximum várható.



#### 4.2.2. Nyerstermék hajlítoszilárdságának meghatározása:

A nyírószilárdság meghatározásakor formázott 1 cm<sup>2</sup> keresztmetszetű 5-6 cm hosszú kiszáritott masszarudak száraz hajlítoszilárdságát a következő képlet alapján számíthatjuk ki ( lásd 9.1. fejezet ):

$$\sigma_h = \frac{P_h \cdot L}{4 \cdot W}$$

ahol

$\sigma_h$  - hajlítoszilárdság (N/mm<sup>2</sup>)

$P_h$  - hajlító-törőerő (N)

L- alátámasztási hossz (mm)

W - keresztmetszeti tényező (mm<sup>3</sup>)

Hengeres (rúd) alakú próbatesteknél a keresztmetszeti tényező:

$$W = \frac{d^3 \cdot \pi}{32}$$

ahol d az átmérő (mm),

$$\text{így: } \sigma_h = \frac{8 \cdot P_h \cdot L}{d^3 \cdot \pi}$$

A különböző nedvességtartalom értékekhez különböző hajlítoszilárdsági értékek tartoznak. A legnagyobb hajlítoszilárdsági értékek az optimális megmunkálási víztartalmú próbatestek esetén várhatók. Amennyiben a próbatestek megmunkálási víztartalma nagyobb az optimálisnál, a szilárdsági értékek csökkenni fognak, hiszen a száradás során ezen próbatestekben alakul ki a legkisebb a porozitás. Ellenkező esetben azért válik kisebbé a szilárdság, mert a nem megfelelő mennyiségű vízzel formázott próbatestek alakíthatósága kicsi.



***A laborjegyzőkönyvben beadandó:***

- a mérési adatok
- a próbatestek kiszámított megmunkálási víztartalmai
- nyírófeszültség vs. szakítószilárdság grafikon
- nedvességtartalom vs. szakítószilárdság/nyírófeszültség grafikon
- számított hajlítószilárdság értékek
- nedvességtartalom vs. hajlítószilárdság grafikon

**5. Kerámiai öntőiszapok vizsgálata**(az MSZ 12788/8 alapján)

A kerámiaiparban alkalmazott formázási eljárások közül az egyik legfontosabb módszer az un. öntési technika, amelynek segítségével gyakorlatilag bármilyen bonyolult formájú tárgy kialakítható nagy volumenben, reprodukálható módon.

Az öntéssel készülő kerámia tárgyak gyártásánál rendkívül fontos a megfelelő minőségű öntőiszap előállítása. Egy jó minőségű öntőmassza előállításakor az a cél, hogy minél kevesebb víz és elektrolit adagolásával a lehető legjobb folyási tulajdonságokkal bíró öntőiszapot hozzuk létre.

Jól önthető az agyag, amely kis mennyiségű elektrolitot tartalmazó víz hozzáadása után tejfölszerű konzisztenciájú, nagy szárazanyagtartalmú, gipszformába öntve felesleges vizét hamar elveszti és a gipszforma falától könnyen elválik.

Elektrolitként régebben szinte kizárólag szódát ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) alkalmaztak, de manapság gyakran használnak vízüveget, nátrium-hidroxidot és újabban különböző fantázianevű szerves folyósítószereket (pl. Na-tannát, Dispex, Dolapix, Giesfix, PC 67, stb.) is.

***Elméleti alapok:***

A vizsgálat tárgyát képező jelenségek határfelületi kölcsönhatásokra vezethetők vissza.



A kolloid rendszerek (pl. az agyag-víz rendszer) részecskéinek méretéből következik, hogy különleges anyagi tulajdonságok jelennek meg a belső energiákhoz képest már nem elhanyagolható határfelületi energiák miatt.

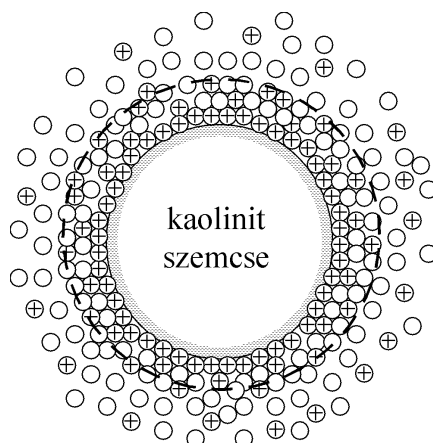
A felületi energiák okozta jelenségeket kapilláris jelenségeknek nevezzük. A legfontosabbak:

- a felületi feszültség
- az adszorpció és
- a kapillárelektromos jelenségek.

Az adszorpció az a jelenség, amikor a fázisok határfelületén mások a koncentrációviszonyok, mint a fázis belsejében. Ha az adszorptívum koncentrációja a határfelületen nagyobb, mint a fázis belsejében, akkor a felületi feszültség az adszorpció során csökken. Az ilyen anyagokat kapilláráktívnak nevezzük.

A folyékony fázisban rosszul, vagy egyáltalán nem oldódó szilárd anyag (pl. agyagok, kaolinok) folyadékmolekulákat köt meg a felszínén. Ez a folyamat a lioszorpció (víz esetén hidroszorpció). Az adszorbeált folyadékmolekulák rétege az adszorbens felületén a lioszféra (hidroszféra). A folyamatot sokszor szolvatációnak nevezzük és a lioszféra helyett a szolvátburok (hidrátburok ) kifejezést használjuk.

Poláros adszorpcióban az adszorptívum egyik ionja erősebben kötődik meg, így vagy ioncsere játszódik le az adszorbens felületén, hogy az elektroneutralitás megmaradjon, vagy a felület elektromos töltést kap. Ez utóbbi esetben a töltéssel rendelkező felületi réteg az oldatból az ellenkező töltésű ionokat elektrosztatikusan vonzza, így elektromos kettősréteg alakul ki. Ez a kettősréteg az oldat felé eső oldalán diffúz (10. ábra).



10. ábra

#### Diffúz elektromos kettősréteg kialakulása a negatív töltésű kaolinit részecske körül

Vizes közegben az agyag vagy kaolinit szemcsék negatív töltést kapnak. A kialakuló hidrátburok szerkezetét elektrolitok adagolásával módosítani lehet. A felületi töltés fokozatos kiegyenlítésekor a kettősréteg diffúzabbá válik és a vastagsága is csökken. Az ún. izoelektromos ponton minimális értéket ér el, majd a töltések túlkompensálásakor ismét vastagodik. A hidrátburok vékonyodásával az agyagásvány szemcsék mobilitása nő, ezért az iszap viszkozitásának (kifolyási idejének) mérésével könnyen meghatározható az öntőiszap készítéséhez szükséges optimális elektrolit koncentráció.

### 5.1. Önthetőség (elektrolitérzékenység) vizsgálata:

#### *A mérés célja:*



A mérés során feladat a vizsgált agyagminta folyósításához szükséges folyósítószer optimális mennyiségének megállapítása, valamint az előállított öntőmasszák térfogattömegének, szárazanyagtartalmának és víztartalmának meghatározása.

**A vizsgálathoz szükséges anyagok és eszközök:**

-Kb. 1500 g, 110°C-on tömegállandóságig szárított, 0,1 mm-nél finomabb szemcseméretű agyagminta;

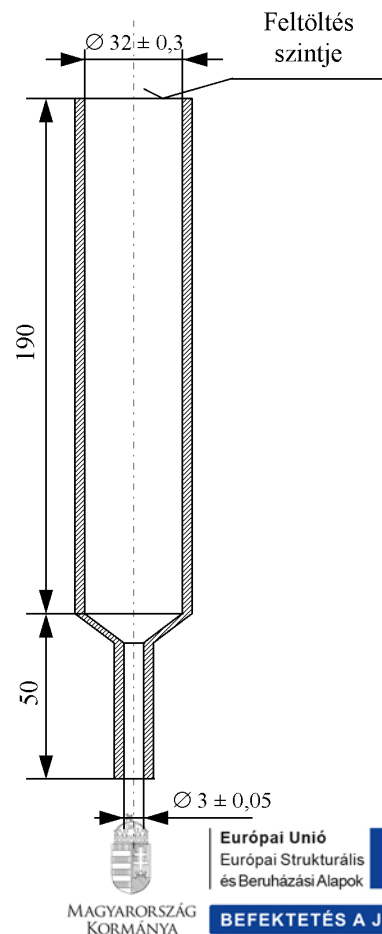
- folyósítószer ( pl.  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ );
- 0,01 g pontosságú mérleg;
- konzisztométer (11.ábra);
- 100 cm<sup>3</sup> űrtartalmú lombik, vagy pohár;
- 600 cm<sup>3</sup>-es főzőpohár;
- 250 cm<sup>3</sup>-es mérőhenger;
- propelleres keverő;
- stopperóra;

**A mérés menete:**

Egy elektrolit fajtával végzett önthetőségi vizsgálat hat mérésből áll. A vizsgálatot elektrolit nélkül és öt különböző elektrolit tartalmú iszappal végezzük. A szárazanyagra vonatkoztatott elektrolit mennyiségeket (általában 0,1-0,25-0,5-0,75-1,0 % (m/m)) desztillált vízben feloldjuk, majd mérőhengerben 200 cm<sup>3</sup>-re feltöltjük. Az így nyert 200-200 cm<sup>3</sup> elektrolitot tartalmazó vizes oldatokat 600 cm<sup>3</sup>-es főzőpoharakba töltjük és intenzív keverés mellett apró részletekben 200-200 g agyagmintát adagolunk

H-8200 Veszprém, Egyetem u.10.  
30

H-8201 Veszprém, Pf. 158.  
Telefon: (+36 88) 623-515  
Internet: www.uni-pannon.hu





hozzá. A keverést addig kell folytatni, míg az iszap csomómentes lesz, de legalább 30 percig.

A jól felkevert iszappal ezután színig töltjük a konzisztométert, miközben a kifolyónyílást ujjunkkal befogjuk. A konzisztométer alá 100 cm<sup>3</sup> űrtartalmú lombikot helyezünk. A nyílás szabaddá tétele után stopperórával mérjük a 100 cm<sup>3</sup> iszap kifolyási idejét, majd a felfogott iszap (térfogat)-tömegét.

Mindezt valamennyi iszapmintával elvégezzük.

### ***A vizsgálati eredmények értékelése:***

Az egyes elektrolit-koncentrációkkal meghatározott kifolyási időket grafikusán ábrázoljuk az elektrolittartalom függvényében. A kapott diagram az ún. kifolyási görbe.

Az optimális elektrolittartalom a kifolyási görbe minimumához tartozó koncentráció.

Az iszap térfogattömegét ( L ), szárazanyagtartalmát ( Sz ) és víztartalmát ( V ) az alábbi összefüggésekkel számítjuk:

$$L = (m_2 - m_1) \cdot 10 \quad (\text{g/dm}^3)$$

$$Sz = (L - 1000) \cdot (\rho / \rho - 1) \quad (\text{g/dm}^3)$$

$$V = L - Sz \quad (\text{g/dm}^3)$$

ahol:  $m_1$  a 100 cm<sup>3</sup>-es lombik tömege, g

$m_2$  a lombik és a 100 cm<sup>3</sup> iszap tömege, g

$\rho$  a vizsgált anyag sűrűsége, g/dm<sup>3</sup>

A mérési eredményeket táblázatban közöljük:

Minta sorszáma	Elektrolit koncentráció (% m/m) vagy ( g )	Kifolyási idő (s)	Térfogat-tömeg (g/dm <sup>3</sup> )	Szárazanyag-tartalom (g/dm <sup>3</sup> )	Víz-tartalom (g/dm <sup>3</sup> )
1					

H-8200 Veszprém, Egyetem u.10.

31



6					

***A laborjegyzőkönyvben beadandó:***

- a mérési eredmények a fenti táblázat szerint (minden adat szükséges !)
- az un. kifolyási görbe grafikusán ábrázolva
- az optimális elektrolit-tartalom

***5.2. A cserépképződési sebesség vizsgálata:***

A kerámiai termékek öntéssel történő formázása során a 35 - 50 % nedvességtartalmú öntőiszapot gipszformába öntve a víz a gipszformába szívódik, a diszpergált szilárd szemcsék pedig lerakódnak a gipszforma felületére, cserepet képezve.

A folyamat hajtóerejét a gipszforma kapillárisainak szívóhatása adja. Az iszapnak formába való öntése után az idő függvényében a cserépvastagság nő, ez a növekedés azonban nem lineáris. A gipszforma kapillárisai ugyanis folyamatosan vízzel telítődnek, továbbá a kialakult cserépen keresztül a víz diffúziós sebessége csökken, ami kevésbé intenzív cserépképződést eredményez.

A diffúziós elmélet szerint az öntést a gipsz és az iszap nedvességtartalmának kiegyenlítésére irányuló diffúzió szabja meg.

A cserép vastagsága az idő függvényében a következő összefüggéssel adható meg:

$$x = k\sqrt{t}$$

ahol  $x$ : a cserép vastagsága (m)

$k$ :  $2\sqrt{2D_g}$  állandó, ahol  $D_g$  a víz diffúziós állandója a gipszben ( $m^2/s$ )





t: az x vastagságú cserép kialakulásához szükséges idő (s)

A gipsz szívóképessége a benne előrehaladó vízfront sebességével mérhető a következő összefüggés alapján:

$$D_g = \frac{y^2}{t} \text{ (m}^2\text{/s)}$$

ahol  $y$ : a nedves/száraz határvonal távolsága a gipszforma/iszap felülettől (m)

A cserépképződési sebesség nem egyértelműen nő a  $D_g$  növekedésével, mivel a nagy szívóképességű formákban tömör, a vízárammal szemben nagyobb ellenállású réteg képződik, ami lassítja a folyamatot. A cserépképződés a  $D_g$  növekedésének függvényében egy maximumgörbével jellemezhető. Az optimális értéknél a legnagyobb az időegység alatt képződő cserép vastagsága és a legkisebb az adott vastagság eléréséhez szükséges szívásidő.

#### ***A mérés menete, az elvégzendő feladatok:***

A mérés során az optimális elektrolit-tartalmú öntőiszapot három azonos alakú és szívóképességű gipszformába öntjük és különböző ideig tartó szívás (általában 5, 10 és 15 perc) után az öntőiszap felesleget kiöntjük. Megmérjük a gipszformán a nedves/száraz határvonal gipszforma falától való távolságát ( $y$ ), és kiszámítjuk a  $D_g$  értékeket.

A gipszformából eltávolított próbatesteket elvágjuk és száradás után azonos helyen mérjük a képződött cserép vastagságát ( $x$ ). A kapott értékeket ábrázoljuk a szívásidő, valamint a  $D_g$  függvényében és megadjuk az optimális szívásidőt.

Kiszámítjuk továbbá az  $x = k \sqrt{t}$  összefüggés alapján a különböző szívásidőkhöz tartozó cserépvastagságokat, majd grafikusán és táblázatosan megadjuk az összetartozó értékeket.

#### ***A laborjegyzőkönyvben beadandó:***

- a különböző szívási időkhöz tartozó határvonal távolságok
- a különböző szívási időkhöz tartozó cserépvastagságok



A felsőfokú oktatás minőségének és  
hozzáférhetőségének együttes javítása a  
Pannon Egyetemen  
EFOP-3.4.3-16-2016-00009



- a számított diffúziós állandó értékek
- cserépvastagság vs. szívásidő grafikon
- cserépvastagság vs. diffúziós állandó grafikon

H-8200 Veszprém, Egyetem u.10.  
34

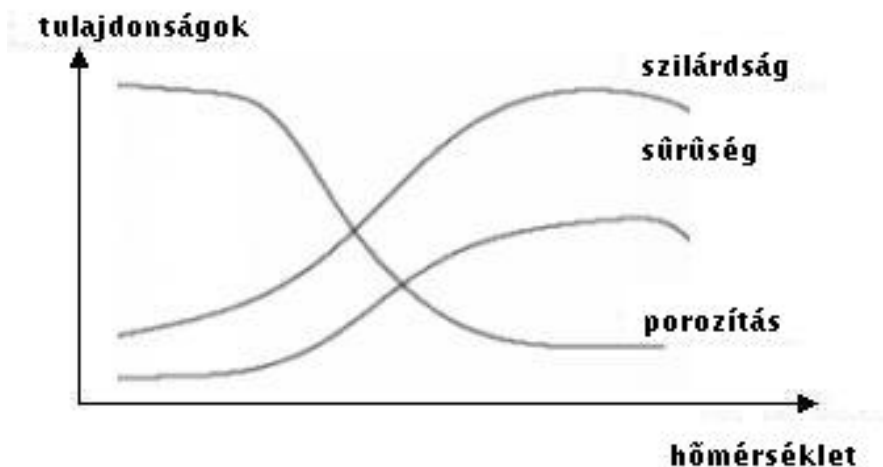
H-8201 Veszprém, Pf. 158.  
Telefon: (+36 88) 623-515  
Internet: [www.uni-pannon.hu](http://www.uni-pannon.hu)





## KÉPLÉKENY NYERSANYAGBÓL ÉGETÉS SORÁN NYERT TERMÉKEK TULAJDONSÁGAINAK MEGHATÁROZÁSA

Az égetéskor jól mérhetően változik a kerámiai próbatest zsugorodása, porozitása, vízfelvevőképessége, szilárdsága és színe ( 12. ábra)



12. ábra

A fizikai tulajdonságok változásai a hőkezelés során

Ezen változások tanulmányozására a kiszáritott próbatesteket anyaguk jellegétől függően, 3 különböző hőmérsékleten 900 - 1050 °C között 2 órás hőntartással, elektromos kemencében kiégetjük, és hűlni hagyjuk.



## 6. *Égetési- és össz-zsugorodás meghatározása (MSZ 12788/4 alapján)*

Az égetési zsugorodás meghatározását ugyanazon a mintákon végezzük el, amelyeken a száradási zsugorodást is meghatároztuk.

Az égetési zsugorodás ( $Z_{S_\epsilon}$  %) a száraz próbatest meghatározott hosszmeretének ( $L_{sz}$ ) és a kiégetett próbatest hosszmeretének ( $L_\epsilon$ ) különbsége, a száraz próbatest hosszmeretében kifejezve.

$$Z_{S_\epsilon} = \frac{L_{sz} - L_\epsilon}{L_{sz}} \cdot 100 \% (1/1)$$

összes zsugorodás:

$$Z_{S_\delta} = \frac{L_n - L_\epsilon}{L_n} \cdot 100 \% (1/1)$$

ahol:  $L_n$  - a frissen formázott próbatesten megjelölt távolság (mm).

Az eredményeket legalább 5 db próbatesten mért eredmény számtani középértékeként kell tizedes pontossággal megadni.

### *A laborjegyzőkönyvben beadandó:*

- az egyes próbatesteken mért távolságok
- az egyes próbatestek égetési- és össz-zsugorodása
- az égetési- és össz-zsugorodások átlaga
- az égetési hőmérséklet vs. égetési- ill. össz-zsugorodás grafikon

## 7. *Sűrűség, testsűrűség meghatározása (MSZ 12785/2 alapján)*

### 7.1. *Sűrűség*

Sűrűségnek nevezzük a térfogategységben lévő tömör (pórusmentes), száraz anyag tömegét:



$$\rho = \frac{m}{V} \text{ (kg/m}^3\text{)}$$

A sűrűség mérésére szolgáló eszközök három csoportba foglalhatók:

- a) Piknométerek
- b) Archimedes elven működő felszerelések: areométer és hidrosztatikai mérlegek
- c) Egyéb fizikai elven működő mérőberendezések: elektromos, optikai stb. műszerek.

#### 7.1.1. Szilárd anyag sűrűségének meghatározása piknométerrel

A sűrűség meghatározásának ezen módszere tömegméréseken alapszik. Az anyagot olyan finomra törjük, hogy az egyes részecskéken belül hézagok, pórusok ne legyenek. Ezután a gondosan kitisztított, kiszáritott üres lehetőleg hőmérős piknométer tömegét analitikai mérlegen négy tizedes pontossággal lemérjük ( $m_1$ ). A finomra tört, kiszáritott (105 °C, 1 óra) és lehült anyagból annyi anyagot töltünk a lemért piknométerbe, hogy az térfogatának kb. 1/4-ét kitöltse, majd a piknométer és az anyag együttes tömegét lemérjük ( $m_2$ ). A bemért minta tömege tehát:  $m = m_2 - m_1$  (g).

A bemért anyagot tartalmazó piknométert fél magaságáig a mérőfolyadékkal feltöltjük. Az anyaghoz tapadó levegő eltávolítására a piknométert vákuum exszikkátorba helyezük és felváltva vákuum, ill. légköri nyomás alatt tartjuk mindaddig, amíg a légbuborékok távozása megszűnik. Ezután a piknométert a mérőfolyadékkal óvatosan, az anyag felrázása nélkül feltöltjük, majd a hőmérőt behelyezzük. Megfelelő termosztálás után a hőmérsékletet  $20 \pm 2$  °C-ra beállítjuk és lemérjük a piknométer, az anyag és a mérőfolyadék együttes tömegét ( $m_3$ ). Ezt követően a piknométert kiürítjük, kitisztítjuk, mérőfolyadékkal feltöltjük, és az előbbivel megegyező hőmérsékletre mérjük a piknométer és a mérőfolyadék együttes tömegét ( $m_4$ ).

A mérési adatokból az anyag **sűrűségét** ( $\rho$ ) g/cm<sup>3</sup> egységben a következő képlettel számoljuk:

H-8200 Veszprém, Egyetem u.10.  
37

H-8201 Veszprém, Pf. 158.  
Telefon: (+36 88) 623-515  
Internet: www.uni-pannon.hu



$$\rho = \frac{m_2 - m_1}{m_4 + m_2 - m_1 - m_3} \cdot \rho_f$$

ahol  $\rho_f$  - a mérőfolyadék sűrűsége ( $\text{g/cm}^3$ ).

A mérésekhez általában desztillált vizet használunk mérőfolyadékként. Olyan esetekben azonban, amikor a víz a mérendő anyaggal pl. kémiai reakcióba lép (cement, gipsz, mész), vizet nem, hanem valamilyen indifferens folyadékot (abszolút alkoholt, izopropilalkoholt, stb.) használunk.

(A mérőfolyadék sűrűségét nem kell meghatározni, adott hőmérsékletre vonatkozó értékét a vizsgálat során megadjuk.)

## 7.2. Testsűrűség

Testsűrűsége ( $\rho$ ) a vizsgálandó anyag tömegének és a geometriai méretéből számított térfogatának hányadosát értjük; másképpen: a pórusokkal együtt mért térfogategységnyi száraz test tömege. Mértékegysége:  $\text{kg/m}^3$ .

Tömör test esetén a testsűrűség értéke megegyezik a valódi sűrűség értékével ( $\rho = \rho_T$ ). Porózus szerkezet esetében a testsűrűség mindig kisebb a sűrűségnél ( $\rho_T < \rho$ ).

A testsűrűség meghatározása tömeg- és térfogatomérésre vezethető vissza. A tömegmérés egyszerű, minden esetben végrehajtható. A nehézséget tulajdonképpen a test térfogatának meghatározása okozza.

### 7.2.1. Szabályos alakú test testsűrűségének meghatározása

Mérlegem lemérjük a test tömegét, tolómércével, csavarmikrométerrel a térfogat számításához szükséges méreteket. A tömeg (kg) és a térfogat ( $\text{m}^3$ ) hányadosa a **testsűrűség** ( $\text{kg/m}^3$ ):

$$\rho_T = \frac{m}{V}$$



### 7.2.2. Szabálytalan alakú test testsűrűségének meghatározása

Ez esetben a térfogat meghatározását a test által kiszorított folyadék térfogatának mérésére vezetjük vissza. A térfogatméréshez használt folyadék rendszerint víz. Ha a test olyan pórusokat tartalmaz, melybe a víz behatolhat, akkor nem a test tényleges térfogatát, hanem ennél kisebb térfogatot fogunk mérni, mivel a test a víz egy részét magába szívta. Ezt a hibát kétféleképpen lehet kiküszöbölni:

- a testet lakk- vagy paraffinréteggel vonjuk be,
- eleve telítjük a testet vízzel.

A térfogat meghatározására legegyszerűbb eszköz a mérőhenger, félig megtöltjük vízzel, leolvassuk a meniszkusz állását, majd behelyezzük a vizsgálandó, előzetesen lemért testet és megállapítjuk, hogy mennyivel emelkedett a vízszint a mérőhengerben. (Szemcsés anyagok vizsgálatánál mérőhenger helyett kalibrált bürettacsövet használunk a térfogat mérésére.) Ez a módszer azonban nem eredményez megfelelő pontosságot.

A hidrosztatikai módszerrel végzett testsűrűség meghatározásakor a térfogatot úgy határozzuk meg, hogy megmérjük a testre ható erőt levegőn és vízben. A kettő különbsége a felhajtó erő, amelynek számértéke megegyezik a test térfogatával.

### ***Testsűrűség meghatározása hidrosztatikai módszerrel***

Szükséges felszerelés:

- hidrosztatikai mérleg (olyan mérleg, amelynek tányérjához vékony drótszál segítségével speciális tartó van felfüggesztve a minta mérőfolyadékba történő bemerítéséhez. A tartó alatt helyezkedik el a mérőfolyadékkal megtöltött edény, amibe a bemerítést el lehet végezni.)

- szárítószekrény

- megfelelő méretű edény a próbatestek vízzel való telítéséhez, pl. 400 ml-es főzőpohár - desztillált víz



Eljárás: A kiégetett, lemért próbatesteket ( $m_1$ ) szobahőmérsékletű desztillált vizet tartalmazó 400 ml-es főzőpohárba kell helyezni, fölforralni, s másfél órán át forrásban tartani (ügyelve arra, hogy a próbatestek fölött min. 1 cm magasságban mindig legyen víz).

A főzőpoharat a gázlágról levéve megvárjuk, míg a benne levő próbatestek szobahőmérsékletre hűlnek.

A próbatestet cérnaszál hurkába illesztve a mérleg baloldali tányérja fölé telt vizes edénybe kell meríteni, úgy, hogy az sem a pohár falához, sem az aljához ne érjen, majd mérni kell a próbatest tömegét ( $m_3$ ). Ezután a próbatestet a vízből kiemelve, pamut textíliával a felületi nedvességet leitatva, továbbra is a mérlegre függesztve mérni kell a tömegét ( $m_2$ ).

Vizsgálati eredmény. A vizsgálati eredmény a próbatesteken mért értékek számtani középértéke két tizedes pontossággal. A testsűrűséget  $g/cm^3$ -ben a következő képlettel kell számítani:

$$\rho_t = \frac{m_1}{m_2 - m_3}$$

ahol:  $m_1$  - a tömegállandóságig szárított próbatest tömeg g-ban,

$m_2$  - a vízzel telített próbatest levegőn mért tömege g-ban,

$m_3$  - a vízzel telített próbatest vízbe merített tömege g-ban.

Lakkal vagy paraffinnal bevont próbatest esetén a képlet a következőképpen módosul:

$$\rho_T = \frac{m_{sz}}{m_{sz} - m_v}$$

ahol  $m_{sz}$  - a paraffinnal bevont próbatest tömege levegőn (g)

$m_v$  - a paraffinnal bevont próbatest vízbe lógotott tömege (g)





## 8. *Vízfelvétel, porozitás meghatározása*

### 8.1. *Vízfelvétel*

A nem teljesen tömör kerámiai termékek pórusos, kapillárisokkal átszőtt szerkezetűek. A pórusok egy része vízzel telíthető; ez szoros kapcsolatban áll a nyílt porozitással.

**A vízfelvétel ( $W$ , %) fogalma:** a test nyílt pórusaiba felvett víz mennyisége a száraz test tömegszázalékában kifejezve.

A vízfelvétel meghatározására több módszert is kidolgoztak, pl. lehet a pórusokat hidegen, forralással, vákuumozás után, nyomás alatt, stb. telíteni. Az alkalmazott módszerektől függően a pórusok különbözőképpen telítődnek és a vízfelvevőképességre más-más értéket kapunk.

Az általunk alkalmazott vizsgálati módszer a forralásos technika.

A mérés kivitelezése megegyezik a 7.2.2. fejezetben ismertetett eljárással. A vízfelvétel tömeg %-ban a következő képlettel számítható:

$$W \% = \frac{m_2 - m_1}{m_1} \cdot 100$$

### 8.2. *Porozításvizsgálat*

A porozitás a kerámiai anyagok egyik legfontosabb anyagi jellemzője.

A téglatermékek esetén pl. a szilárdság mellett a porozitás a másik legfontosabb tulajdonság, hiszen a téglák porozitása (zárt porozitás) egyértelműen meghatározza azok hőszigetelő képességét.

A finomkerámiai termékek minősítése esetén szintén igen lényeges szempont a porozitás ismerete (lásd majolika-fajansz-porcelán termékcsaládot).

Szilárd vázszerkezetű anyagok esetében háromféle porozitást különböztetnek meg: a látszólagos (vagy nyílt), a zárt és a valódi (összes vagy teljes) porozitást.



Fogalmaik:

**látszólagos** porozitás ( $P_L$ ): a folyadékkal telített pórustérfogat a száraz test térfogatszázalékában kifejezve

**zárt** porozitás ( $P_Z$ ): folyadékkal nem telített pórustérfogat a száraz test térfogatszázalékában kifejezve

**valódi** porozitás ( $P_V$ ): az összes - nyílt és zárt - pórustérfogat a száraz test térfogatszázalékában kifejezve

Másképpen:

a valódi porozitás a testben levő összes üreg, lyuk, pórus százalékos mennyiségét adja meg, a látszólagos porozitás alatt pedig a pórusoknak csak azok részét értjük, amelyek folyadékkal telíthetők. A látszólagos porozitás kialakításában tehát csak a felszínnel és egymással összeköttetésben levő viszonylag nagyobb pórusok vesznek részt (a kisebb méretű ill. a zárt pórusokba a telítő folyadék nem tud behatolni).

Az adott szabványok részletesen előírják a telítés módját, a vízfelvétel meghatározását, stb.

A porozitás értékek kiszámítása a következőképpen történik:

$$\text{látszólagos porozitás: } P_L = \frac{\rho_t \cdot W}{\rho_{\text{vizsgáló folyadék}}}$$

$$\text{valódi porozitás: } P_V = \frac{\rho - \rho_t}{\rho}$$

$$\text{zárt porozitás: } P_Z = P_V - P_L$$

ahol:  $\rho_t$  - testsűrűség

W - vízfelvétel

$\rho$  - sűrűség

**A jegyzőkönyvben beadandó:**

H-8200 Veszprém, Egyetem u.10.  
42

H-8201 Veszprém, Pf. 158.  
Telefon: (+36 88) 623-515  
Internet: www.uni-pannon.hu



A felsőfokú oktatás minőségének és  
hozzáférhetőségének együttes javítása a  
Pannon Egyetemen  
EFOP-3.4.3-16-2016-00009



- a tömegmérések eredményei
- a kiszámított vízfelvétel értékek, azok átlaga
- a kiszámított porozitás értékek, azok átlaga
- az égetési hőmérséklet vs. vízfelvétel diagram
- az égetési hőmérséklet vs. porozitás diagram

## ***9. Szilárdsági jellemzők meghatározása***

Építőanyagok, szilikátipari nyers- és késztermékek egyik legfontosabb jellemzője a szilárdság.

A szilárdsági tulajdonságok az anyagok mechanikai viselkedését különböző módon jellemzik. A szilárdságot így többféleképpen értelmezhetjük aszerint, hogy arra termék teherviselésében vagy idealizált vizsgálatainkban van-e szükség (2. táblázat).



A szilárdság értelmezése		Szilárdság jellege	Szilárdság kifejezése	Példa	Alkalmazási terület
Roncsolásos	test-szilárdság	statikus	törőfeszültség	nyomó szil.	általános
			alakváltozás	rugalmas mod.	általános
	dinamikus	feszültség + munka	dinamikus hajl.	porc. szigetelők	
Roncsolásmentes	felületi szilárdság	kopás	térfogat-vesztés	csiszolással kopás	csiszolókorong burkoló lap
	közvetlen értelmezés	keménység	skálaérték	Mohs-skála	ásványok
			benyomódás	gyémántgúla behatolás	üveg
közvetett értelmezés	hullám-terjedés	hullámseb. din.rug.mod.	ultrahang	porc. szigetelők, beton	

2. táblázat A szilárdság értelmezése

A szilárdság *törési - alakváltozási értelmezésében* a törés és épen maradás határállapotát állítjuk elő egy anyag egészében (testszilárdság) meghatározva a törési feszültségi állapotot és szükség esetén a végbemenő alakváltozási folyamatot.

A szilárdság *felületi értelmezésében* az eredetileg épnek tekintett és valamely mechanikai hatásnak kitett felület változását vizsgáljuk. Felületi szilárdság a felület ellenállása a változó hatással szemben.

Roncsolásos a vizsgálat, ha a vizsgálat során az anyag tönkremegy (pl. eltörik) vagy további vizsgálatokra alkalmatlanná válik.

Roncsolásmentes vizsgálat esetében az anyagon a vizsgálatok megismételhetők, és az ismételt eredmények egymástól csak a szórási értékekben különböznek.

A szilárdság közvetett jellemzése (becslése) esetén olyan jellemzőket határozunk meg, amelyek a szilárdsági mérőszámoknál kedvezőbben, egyszerűbben, roncsolásmentesen állapíthatók meg és azokkal kielégítő valószínűséggel függenek össze.

Az anyagok mechanikus viselkedése a terhelés időbeli menetétől nagy mértékben függ:



Statikus a terhelés (és a szilárdsági adat), ha a terhelés időbeli változása kismértékű, fokozatosan növekvő, a szokásos vizsgálatoknál nem haladja meg az 1,5 MPa/s terhelési sebességet.

Tartós a terhelés, ha az hosszabb időn (pl. órákon, napokon) át változatlan.

Dinamikus vizsgálatok hirtelen, ütésszerű terhelésből vagy több, egymást követő terhelési - elengedési szakaszból tevődnek össze.

A megjegyzés nélküli szilárdsági adatok általában statikus testszilárdságra vonatkoznak.

A szilárdság-vizsgálatok, elsősorban a statikus vizsgálatok osztályozásának másik módja szerint - az alkalmazott igénybevétel alapján - megkülönböztetünk nyomó, húzó, hajlító, nyíró, stb. vizsgálatokat. A vizsgálat módját mindig az határozza meg, hogy a vizsgált anyagot felhasználás során milyen igénybevétel éri.

Megbízható eredményeket csak akkor kaphatunk, ha a próbatetek elkészítése során különös gonddal ügyelünk az egyenletességre, a szabványok pontos betartására.

### 9.1. Hajlítószilárdság meghatározása

A hajlításra igénybe vett - szabványos körülmények között készített, tárolt, meghatározott alakú, szabványos módon terhelt - próbatetek hajlítószilárdságán a próbatesteken mért törőnyomaték és a próbatest keresztmetszeti hányadosát értjük:

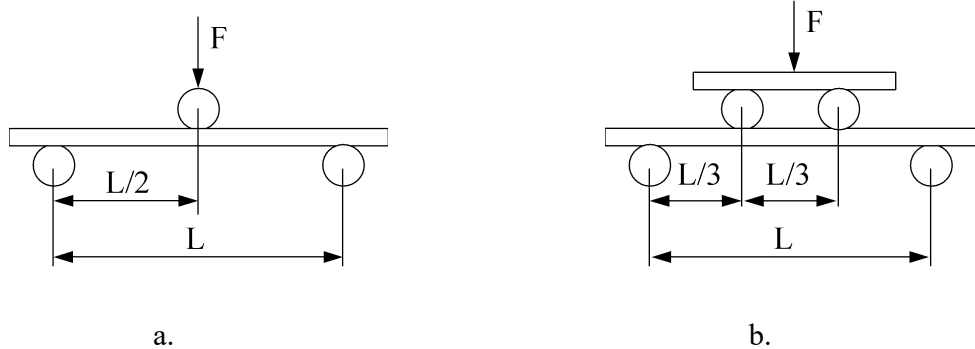
$$\sigma_h = \frac{M}{W}$$

ahol  $\sigma_h$  - a próbatest hajlítószilárdsága,  $N/mm^2 = MPa$

M - a törőnyomaték, Nmm

W - a keresztmetszeti tényező,  $mm^3$

A terhelési, ill. alátámasztási módok a 13 a-b. ábrán láthatók:



13.a-b. ábra A hajlítoszilárdsági vizsgálatához alkalmazható terhelési és alátámasztási módok

( $L$  - alátámasztási hossz, mm;  $F$  - hajlítóerő, N)

A hajlítoszilárdságot a következő képletek alapján számoljuk:

a.) esetben:  $\sigma_h = \frac{M}{W} = \frac{F \cdot L}{4 \cdot W}$

b.) esetben:  $\sigma_h = \frac{M}{W} = \frac{F \cdot L}{6 \cdot W}$

ahol  $F$  - hajlítóerő, N

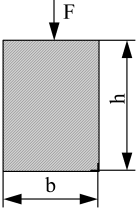
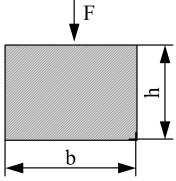
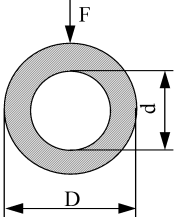
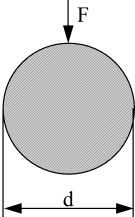
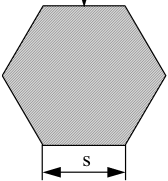
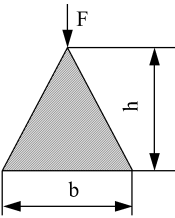
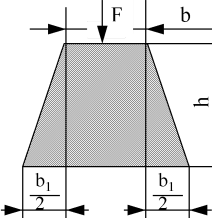
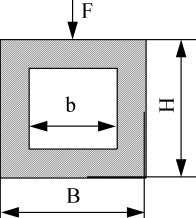
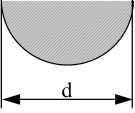
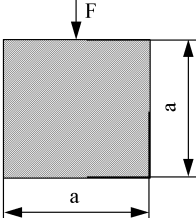
$L$  - alátámasztási távolság, mm

$W$  - keresztmetszeti tényező, mm<sup>3</sup>

$\sigma_h$  - hajlítoszilárdság, N/mm<sup>2</sup> (= MPa)

A keresztmetszeti tényező testformaként változik, ezért minden egyes keresztmetszet esetében más és más.

A 3. táblázatban látható összefoglalva a különböző alakú próbatestek keresztmetszetének rajza, ill. az azokhoz tartozó keresztmetszeti tényezők.

				
$W = \frac{b \cdot h^2}{6}$		$W = \frac{(D^4 - d^4) \cdot \pi}{32 \cdot D}$	$W = \frac{\pi \cdot d^3}{32}$	$W = \frac{5 \cdot s^3}{8}$
				
$W = \frac{b \cdot h^2}{24}$	$W = \frac{6b^2 + 6bb_1 + b_1^2}{12(3b + 2b_1)} \cdot h^2$	$W = \frac{B \cdot H^3 - b \cdot h^3}{6H}$	$W = 0,024d^3$	$W = \frac{a^3}{6}$

3. táblázat Különböző testek keresztmetszeti tényezői ( $W$ )

Így pl. a leggyakrabban használt próbatest forma, a hasáb esetében a

$$W = \frac{b \cdot h^2}{6} \text{ (mm}^3\text{)}$$

ezt az értéket behelyettesítve a hajlítózilárdságot kifejező képletbe, a következő összefüggést kapjuk:

$$\sigma_h = \frac{3}{2} = \frac{F \cdot L}{b \cdot h^2}$$

ahol  $b$  - a próbatest szélessége, mm



A felsőfokú oktatás minőségének és  
hozzáférhetőségének együttes javítása a  
Pannon Egyetemen  
EFOP-3.4.3-16-2016-00009



**h** a próbatest vastagsága (magassága), mm

H-8200 Veszprém, Egyetem u.10.  
48

H-8201 Veszprém, Pf. 158.  
Telefon: (+36 88) 623-515  
Internet: [www.uni-pannon.hu](http://www.uni-pannon.hu)



**Európai Unió**  
Európai Strukturális  
és Beruházási Alapok



**BEFEKTETÉS A JÖVŐBE**





A felsőfokú oktatás minőségének és  
hozzáférhetőségének együttes javítása a  
Pannon Egyetemen  
EFOP-3.4.3-16-2016-00009



***A laborjegyzőkönyvben beadandó:***

- a próbatestek méretei, az abból számított keresztmetszeti tényezők
- a mért hajlító-törőerő értékek, ill. azok átlagai
- a számított hajlítoszilárdság értékek
- az égetési hőmérséklet vs. hajlítoszilárdság diagram

H-8200 Veszprém, Egyetem u.10.  
49

H-8201 Veszprém, Pf. 158.  
Telefon: (+36 88) 623-515  
Internet: [www.uni-pannon.hu](http://www.uni-pannon.hu)





## **SZILIKÁTIPARI ALAPANYAGOK ÉS KÉSZTERMÉKEK MINŐSÍTŐ VIZSGÁLATAI**

### ***10. Tűzálló anyagok minősítő vizsgálatai***

#### ***10.1. Tűzálló anyagok gázáteresztőképesség vizsgálata (MSZ 5942-78 alapján)***

A gázáteresztőképesség a porózus anyagoknak az a tulajdonsága, hogy nyomáskülönbség hatására gázt vagy levegőt eresztenek át.

A **gázáteresztőképességi tényező ( $D_s$ )** egységnyi, ha 1 s alatt 1 cm<sup>3</sup> mennyiségű, 1 dinamikai viszkozitású (Pa·s) gáz áramlik át 10 Pa nyomáskülönbség mellett a próbatest 1 cm<sup>2</sup> felületén, arra merőleges irányban 1 cm hosszúságban.

**Mértékegysége:** perm (Pm)

**Megjegyzés:** A gyakorlatban a perm 10<sup>-9</sup>-szeresét használják, amelynek elnevezése nanoperm (nPm).

#### **Próbatest készítése**

A henger alakú próbatestet 50 mm belső átmérőjű csőfúróval kell a mintadarabból kivágni. A próbatest mérete Ø 50mm x 40-45 mm. A henger alakú próbatest tengelyére merőleges felületeit párhuzamosra kell csiszolni. A próbatestek gázáteresztő felületeiről a felületi kérget csiszolással kell eltávolítani. Nedves előkészítés esetén a próbatestről a csiszolási port vízzel és kefével, száraz vágás esetén pedig csak kefével és sűrített levegővel kell eltávolítani.

A kész próbatesteket vizsgálat előtt 110±5°C hőmérsékleten tömegállandóságig kell szárítani, majd szobahőmérsékletre hűteni.

Állandónak tekinthető a próbatest tömege, ha két egymás követő szárítás utáni mérlegelés között a tömegkülönbség nem haladja meg az előző mérési eredmény 0,1%-át.

#### **A vizsgálat menete:**

H-8200 Veszprém, Egyetem u.10.  
50

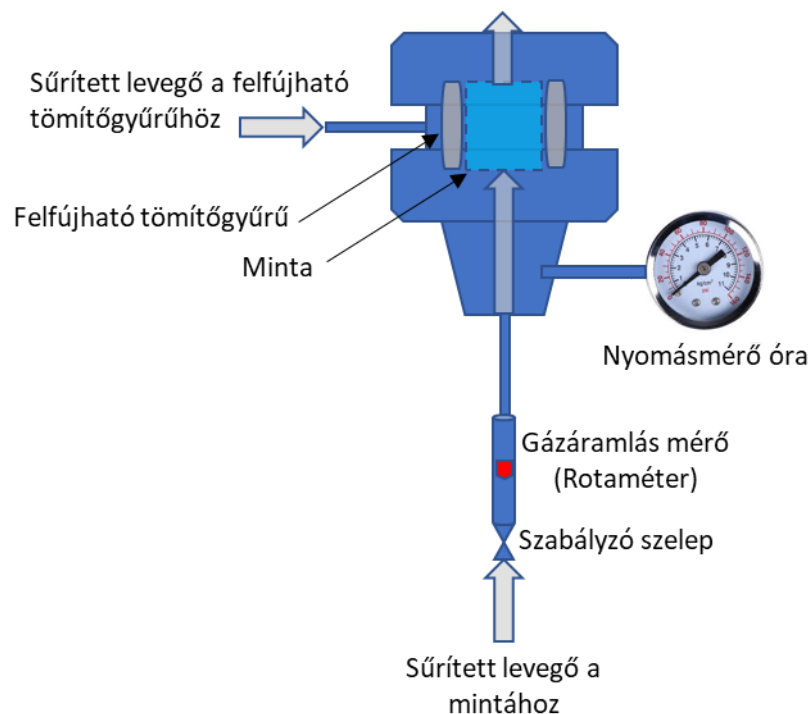
H-8201 Veszprém, Pf. 158.  
Telefon: (+36 88) 623-515  
Internet: www.uni-pannon.hu

A vizsgálatot sűrített levegővel szobahőmérsékleten kell végezni. A vizsgálat levegő helyett más gázzal is elvégezhető.

Külön előírás hiányában a vizsgálat folyamán a gázáramlás iránya merőleges legyen a téglá beépítés után igénybevett felületére. A hengeres alakú próbatestek gázáteresztőképességi tényezője meghatározható a próbatest sajtolási irányával egybeesően ( $D_sII$ ) vagy arra merőlegesen ( $D_sI$ ). Ezt a vizsgálati jegyzőkönyvön fel kell tüntetni.

A próbatestet 0,1 mm pontossággal megmérjük, gázáteresztő felületét két tizedes pontossággal számítjuk ki  $cm^2$ -ben.

A próbatestnek a gázáteresztésben részt nem vevő felületeit a vizsgálat előtt gázzáróan kell tömíteni. A gázáteresztő felületek teljesen szabadok legyenek, a próbatest áramlási keresztmetszete ne csökkenjen.



1. ábra A gázáteresztőképesség-mérő berendezés felépítése



A hengeres próbatestet a 1. ábra szerinti befogófej gumitömlős részébe kell helyezni, majd a tömlőt 300-400 kPa nyomású sűrített levegővel kell a próbatestre szorítani.

A berendezést és a próbatest befogásának tömítettségét ellenőrizni kell. Levegő csak a próbatest vizsgálati felületein áramolhat át.

A mérést legalább három különböző nyomáson kell elvégezni.

A vizsgáló berendezésben a nyomáscsökkentő szelep nyitásával fokozatosan kell a levegőt bebocsátani. Csőidom próbatest esetén a nyomáscsökkentő szeleppel először 200-500 Pa nyomáskülönbséget kell beállítani. 3 perc múlva az átáramló levegő térfogatáramát és a nyomáskülönbséget le kell olvasni. A mérést – a próbatest kivétele nélkül – 600-1000 Pa és 800-2000 Pa mérési tartományban a nyomás emelésével meg kell ismételni. Tömör próbatest esetén a méréseket 2000-3000 Pa, 3000-5000 Pa és 4000-6000 Pa nyomáskülönbség beállításával kell végezni. A térfogatáramot ( $V$ ) a nyomáskülönbség ( $p$ ) függvényében derékszögű koordináta rendszerben ábrázolva, egyenest kell kapni. Ha a mérési pontok nem esnek egy egyenesre és a mérések gázáteresztőképesség értékének eltérése nagyobb 5%-nál, a próbatest újbóli befogása és a tömítettség ellenőrzése után a vizsgálatot meg kell ismételni.

### A vizsgálati eredmények értékelése

Henger alakú próbatestnél – ha a mérést nem  $20 \pm 1$  °C hőmérsékletű levegővel végeztük – a gázáteresztőképességi tényezőt a következő képlettel kell kiszámítani (**a mértékegységek fontosak!**):

$$D_S = \frac{V \cdot \eta \cdot h \cdot 10^6}{A \cdot (p_1 - p_2)} \quad (n P m),$$

ahol  $D_S$  – a próbatest gázáteresztőképességi tényezője (nPm)

$V$  – a levegő térfogatárama ( $m^3/s$ )

$\eta$  – a levegő dinamikus viszkozitása (Pa·s)

$A$  – a próbatest felülete a levegő áramlásának irányában ( $cm^2$ )



$p_1$  – a levegő nyomása a próbatest előtt (Pa)

$p_2$  – a levegő nyomása s próbatest után (Pa)

Ha a mérést 20 °C hőmérsékletű levegővel végezzük, a gázáteresztőképességi tényező nPm-ben:

$$D_s = 184 \cdot \frac{V \cdot h \cdot 10^6}{A \cdot p_1} \quad (nPm),$$

Ahol,

$D_s$  a próbatest gázáteresztőképességi tényezője (nPm)

$V$  a levegő térfogatárama (m<sup>3</sup>/s)

$A$  a próbatest felülete a levegő áramlásának irányában (cm<sup>2</sup>)

$p_1$  a levegő nyomása a próbatest előtt (túlnyomást mérünk!, Pa)

## 11. Hőszigetelő anyagok vizsgálatai

A szerkezeti anyagok közül hőszigetelő anyagoknak tekinthetők mindazok, amelyek anyagi tulajdonságaikból eredően képesek arra, hogy a különböző hőmérsékletű terek között spontán meginduló, hőkiegyenlődésre törekvő folyamatok sebességét, intenzitását jelentős mértékben csökkentsék.

Tágabb értelemben tehát – egy-egy adott felhasználási helytől és céltől függően – nagyon sokféle szerkezeti anyag alkalmas lehet a hővándorlás fékezésére, a mindennapi technika azonban azokat tekinti hőszigetelő anyagoknak, amelyek a hőenergia terjedését **vezetéssel** és **konvekcióval** történő módját csökkentik jelentősen. A nagyobb hőmérsékleten meghatározó szerepet játszó sugárzás útján végbemenő energiavándorlás fékezése árnyékolással történik. Az árnyékolásra felhasználható anyagok sok esetben jó hővezetők, ezért ezeket hagyományos értelemben nem szoktuk a hőszigetelő anyagok közé sorolni.

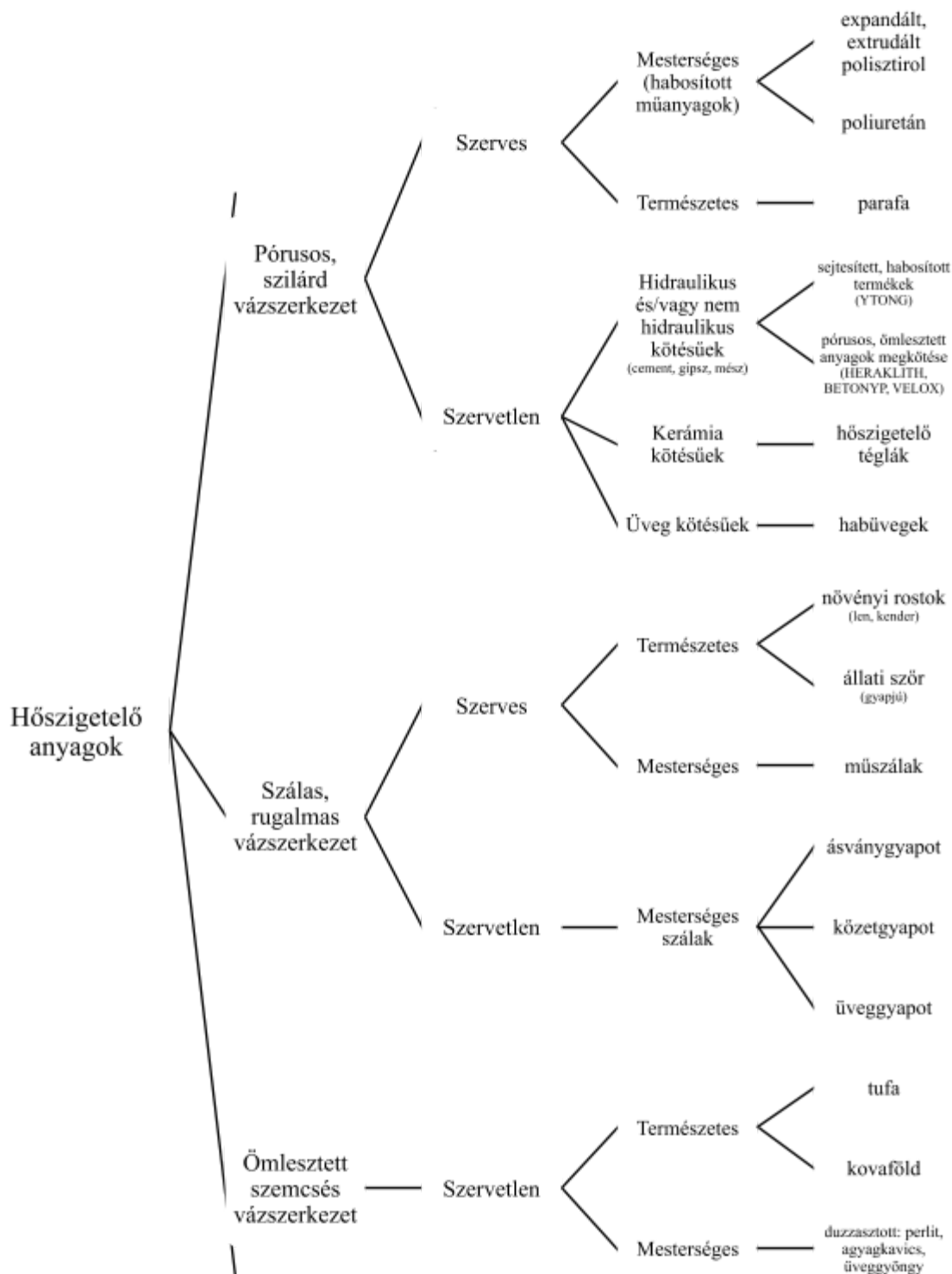
A hőszigetelő anyagok egyik legfontosabb jellemzője a kismértékű hővezető képesség, de ezen túlmenően alapkövetelmény velük szemben az is, hogy a felhasználásuk helyén jó



tulajdonságaik huzamosabb időtartam alatt se változzanak meg jelentős mértékben, és a felhasználásukkal elérhető nyereség /energia és anyagtakarékosság, minőségmegőrzés/ nagyobb legyen a szigetelésre fordított költségnél. /Egészség- és életvédelem esetén ez utóbbi szempont természetesen nem jöhet szóba/.

Hőszigetelési szempontból az egyik legjobb tulajdonságú anyag a **nyugvó levegő**. Közismert tény azonban, hogy a nem-szilárd halmazállapotú anyagok részecskéi hőmérsékletkülönbség hatására azonnal konvekciós áramlásba kezdenek, és ez a jelenség a hőtranszport folyamatát meggyorsítja. A konvekciós áramlások mértéke jelentősen fékezhető azáltal, hogyha a hőszigetelésre használt levegő részecskéinek mozgási lehetőségét a lehető legkisebbre korlátozzuk. Ez gyakorlatilag a levegő ösztérfogatának apró terekre osztását, pórusokba zárását jelenti. Lényegében a hőszigetelő anyagnak azt a vázrendszert tekintjük, amelyik a légpórusokat magában hordozza.

Egy hőszigetelő anyag annál jobb hőszigetelő tulajdonságokkal rendelkezik, minél kisebb pórusokban, minél több levegőt tartalmaz, és maga a pórusfalakat alkotó anyag is minél rosszabb hővezető. A gyakorlati felhasználási igények, valamint a hőszigetelési sajátságok javításával néha elkerülhetetlenül együtt járó tulajdonságrömlések azonban a legtöbb esetben kompromisszumos megoldásokat követelnek. Például a légpórustartalom növelése /vagyis a testsűrűség csökkentése/ a mechanikai tulajdonságok romlását eredményezi, és ugyanakkor jelentősen megnő a szerkezet nedvességfelvevő és visszatartó képessége is. Másik példa lehet, amikor a megfelelően rossz hővezetéssel rendelkező vázszerkezet az alkalmazás körülményei között hamar tönkremegy deformálódik, penészedik/. A hőszigetelő anyagok egy lehetséges csoportosítása:





### *1. ábra A hőszigetelő anyagok csoportosítása*

A hőszigetelő anyagok minősítése elsősorban a hővezetési tényezőjük meghatározásából, illetve a kezelésük, felhasználásuk során várható viselkedésük, a behatásokkal szembeni állékonyságuk meghatározásából áll.

#### *11.1. Vízfelvétel meghatározása rövid és hosszú ideig tartó részleges és teljes bemerítéskor (MSZ EN 1609:1997 és MSZ EN 12087:1997)*

Vízfelvétel meghatározására két lehetőség adódik:

- 1. módszer – részleges bemerítés:
  - o a részleges bemerítéssel végzett rövid idejű vízfelvétel célja az építési munka során egy 24 órás eső okozta vízfelvétel szimulálása.
  - o a részleges bemerítéssel végzett hosszú idejű vízfelvétel célja a hosszú ideig tartó vízhatás okozta vízfelvétel szimulálása.
- 2. módszer – teljes bemerítés: a teljes bemerítéssel végzett vízfelvétel nincs közvetlen kapcsolatban a helyszíni feltételekkel, de fontos vizsgálati feltételként van elfogadva néhány termék néhány alkalmazása esetén.

#### **A módszer elve**

**Részleges bemerítés** (1. módszer): a rövid és hosszú idejű vízfelvételt részleges bemerítéssel a próbatest tömegváltozásának mérésével határozzuk meg, amelynek alsó részét 24 óra (rövid) vagy 28 nap (hosszú) időtartalomra vízzel hozzuk érintkezésbe.

A felülethez tapadó, de a próbatest által fel nem szívott vízfelesleget az 1A módszer szerint elvezetjük, vagy az 1B módszer szerint a kezdeti vízfelvétel levonásával vesszük számításba.

**Teljes bemerítés** (2. módszer): A hosszú idejű vízfelvétel teljes bemerítéskor a 28 nap időtartamra teljesen vízbe merített próbatest tömegváltozásának mérésével határozzuk meg.



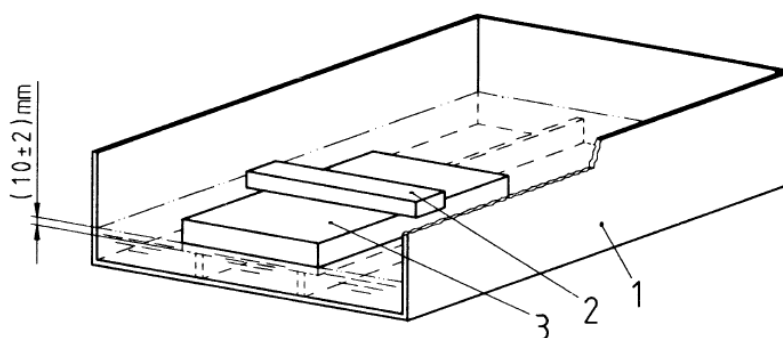
A felülethez tapadó, de a próbatest által fel nem szívott vízfelesleget az 2A módszer szerint elvezetjük, vagy a 2B módszer szerint a kezdeti vízfelvétel levonásával vesszük számításba.

### 18.2.1. Rövid és hosszú idejű vízfelvétel részleges bemerítéskor (1. módszer)

#### **1A módszer (vízvezetéses).**

A kezdeti tömeg,  $m_0$ , meghatározásához mérjük le a próbatestet 0,1 g pontossággal.

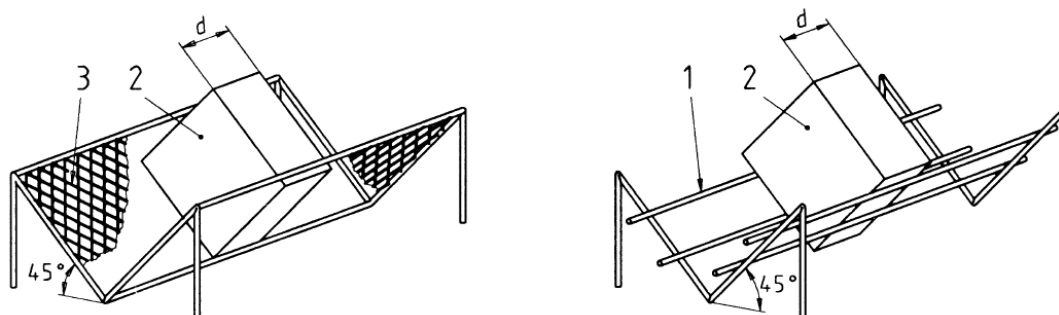
Helyezzük a próbatestet az üres víztartályba, és megfelelően terheljük le, hogy a víz hozzáadásakor az részben víz alatt maradjon. Gondosan adjuk a vizet a tartályba addig, amíg a próbatest alsó felülete  $10 \pm 2$  mm-re lesz a vízfelszín alatt. Gondoskodjunk arról, hogy a vízszint állandó maradjon a vizsgálat alatt (1. ábra).



- 1 Víztartály
- 2 Terhelés a próbatest rögzítésére
- 3 Próbatest

3. ábra Példa a részleges bemerítéshez alkalmas eszközre (1A és 1B módszer)

Vizsgálattól függően 24 óra (rövid) vagy 28 nap (hosszú) múlva vegyük ki a próbatestet;  $10 \pm 0,5$  percig folyassuk le róla a vizet, függőlegesen, egy  $45^\circ$ -ban megdőntött szitára helyezzük, ahogy a 2. ábra mutatja. Újra mérjük le a próbatest tömegét,  $m_{24}$  (rövid) vagy  $m_{28}$  (hosszú) meghatározásához.



- a)
- 1 Rozsdamentes acélrács
  - 2 Próbatetest
  - 3 Perforált rozsdamentes acél

b)

4. ábra Példa a vízvezető eszközre.

### 1B módszer (a kezdeti vízfelvétel levonása)

A próbatetest kezdeti tömegének,  $m_0$ -nak a meghatározásához mérjük le a próbatestet 0,1 g pontossággal.

A vizsgálatot a próbatestek felénél fő felületükkel felfelé, míg a másik felénél ugyanazzal a felületükkel lefelé fektetve kell elvégezni.

Helyezzük a próbatestet a víztartályba úgy, hogy a próbatetest részben merüljön a vízbe, és alsó felülete  $10 \pm 2$  mm-re legyen a vízfelszín alatt. 10 másodperc múlva vegyük ki a próbatestet, tartsuk vízszintesen, és 5 másodpercen belül tegyük egy ismert tömegű műanyag tálcára. A próbatetest kezdeti vízfelvételét tartalmazó ml tömegének meghatározásához mérjük le a tálcát a próbatesttel együtt.

A próbatestet helyezzük ismét a víztartályba, és tegyük rá egy megfelelő terhet azért, hogy az részlegesen víz alatt maradjon, és alsó felülete  $10 \pm 2$  mm-re legyen a vízfelszín alatt (1. ábra). Gondoskodjunk arról, hogy a vízszint állandó maradjon a vizsgálat során.

24 óra (rövid) vagy 28 nap (hosszú) múlva vegyük ki a próbatestet, tartsuk vízszintesen és 5 másodpercen belül tegyük a korábban meghatározott műanyag tálcára, az  $m_{24}$  (rövid) vagy  $m_{28}$  (hosszú) tömeg meghatározásához.



Az 1B módszer csak akkor alkalmazható, ha a következő kifejezéssel számított kezdeti vízfelvétel kisebb vagy egyenlő  $0,5 \text{ kg/m}^2$ -nél:

$$\frac{m_1 - m_0}{A_p}$$

ahol

- $m_0$  a próbatest kezdeti tömege az 1B módszer szerint meghatározva (kg);  
 $m_1$  a kezdeti vízfelvételt tartalmazó próbatest tömege az 1B módszer szerint (kg);  
 $A_p$  a próbatest alsó felületének területe ( $\text{m}^2$ ).

### Az eredmények kiszámítása és megadása

Az (1) vagy a (2) egyenlet felhasználásával számítsuk ki a részleges bemerítéssel kapott rövid ( $W_p$ ) és hosszú ( $W_{lp}$ ) idejű vízfelvételt ( $\text{kg/m}^2$ ):

Rövid idejű

Hosszú idejű

#### 1A módszer

$$W_p = \frac{m_{24} - m_0}{A_p}$$

$$W_{lp} = \frac{m_{28} - m_0}{A_p} \quad (1)$$

#### 1B módszer

$$W_p = \frac{m_{24} - m_1}{A_p}$$

$$W_{lp} = \frac{m_{28} - m_1}{A_p} \quad (2)$$

ahol

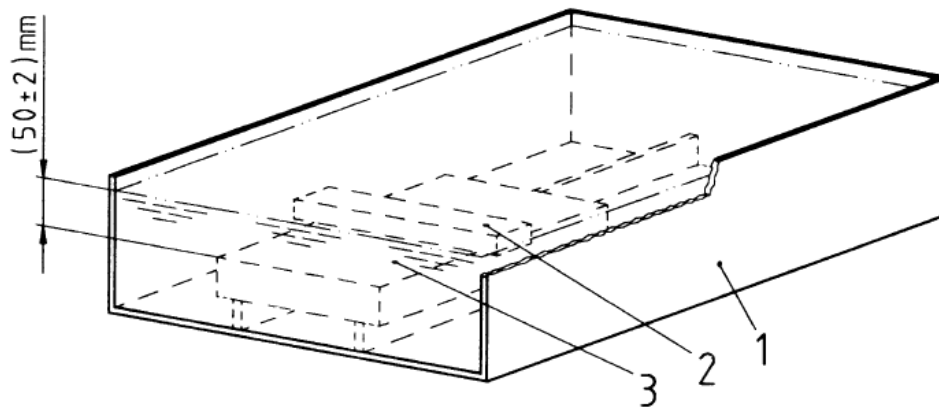
- $m_0$  a próbatest kezdeti tömege az A módszer szerint meghatározva (kg)  
 $m_1$  a kezdeti vízfelvételt tartalmazó próbatest tömege a B módszer szerint (kg)  
 $m_{24}$  a próbatest tömege a 24 órás részleges bemerítés után (A és B módszer) (kg)  
 $m_{28}$  a próbatest tömege a 28 napos részleges bemerítés után (A és B módszer) (kg)  
 $A_p$  a próbatest alsó területének felülete, négyzetméterben.

### 18.2.2. Hosszú idejű vízfelvétel teljes bemerítéskor (2. módszer)

#### 2A módszer (vízelvezetés)

A kezdeti tömeg,  $m_0$  meghatározásához mérjük le a próbatestet  $0,1 \text{ g}$  pontossággal.

Helyezzük a próbatestet az üres víztartályba, és megfelelően terheljük le, hogy teljesen a víz alatt maradjon. Gondosan adjuk a vizet a tartályba addig, amíg a próbatest felső felülete  $50 \pm 2$  mm-re lesz a vízfelszín alatt (3. ábra). Gondoskodjunk arról, hogy a vízszint állandó maradjon a vizsgálat alatt.



- 1 Víztartály
- 2 Terhelés a próbatest rögzítésére
- 3 Próbatest

5. ábra Példa a teljes bemerítéssel végzett vízfelvétel meghatározásához alkalmas készülékre (2A és 2B módszer).

28 nap múlva vegyük ki a próbatestet;  $10 \pm 0,5$  percig folyassuk le róla a vizet, függőlegesen egy  $45^\circ$ -ban emgdöntött sitára helyezük, ahogy a 2. ábra mutatja. Tömegének,  $m_{28}$ -nak a meghatározásához újra mérjük le a próbatestet.

### 2B módszer (a kezdeti vízfelvétel elvonása)

A próbatest kezdeti tömegének,  $m_0$ -nak meghatározásához mérjük le a próbatestet 0,1 g pontossággal.

Helyezzük a próbatestet víztartályba úgy, hogy a próbatest teljesen merüljön a vízbe, és felső felülete  $50 \pm 2$  mm-re legyen a vízfelszín alatt. 10 másodperc múlva vegyük ki a próbatestet, vízszintesen tartsuk és 5 másodpercen belül tegyük egy ismert tömegű műanyag tálcára. A



próbatest kezdeti vízfelvételét tartalmazó  $m_1$  tömegének meghatározásához mérjük le a tálcát a próbatesttel együtt.

A próbatestet helyezzük vissza a víztartályba, és tegyük rá a megfelelő terhet, azért, hogy az teljesen a víz alatt maradjon és felső felülete  $50 \pm 2$  mm-re legyen a vízfelszín alatt (lásd 3. ábra). Gondoskodjunk arról, hogy a vízszint állandó maradjon a vizsgálat során.

28 nap múlva vegyük ki a próbatestet, vízszintesen tartsuk és 5 másodpercen belül tegyük a korábban meghatározott tömegű műanyag tálcára, az  $m_{28}$  tömeg meghatározásához.

A 2B módszer csak akkor alkalmazható, ha a következő kifejezés felhasználásával számított kezdeti vízfelvételt kisebb vagy egyenlő  $0,5 \text{ kg/m}^2$ -nél:

$$\frac{m_1 - m_0}{A_p}$$

ahol

$m_0$  a próbatest kezdeti tömege a 2B módszer szerint meghatározva (kg);

$m_1$  a kezdeti vízfelvételt tartalmazó próbatest tömege a 2B módszer szerint (kg);

$A_p$  a próbatest teljes, víznek kitett felülete ( $\text{m}^2$ ).

### Az eredmények kiszámítása és megadása

Az (3) vagy a (4) egyenlet felhasználásával számítsuk ki a részleges bemerítéssel kapott hosszú ( $W_{lt}$ ) idejű vízfelvételt ( $\text{kg/m}^2$ ):

2A módszer

$$W_{lt} = \frac{m_{28} - m_0}{V} \cdot \frac{100}{\rho_w} \quad (3)$$

2B módszer

$$W_{lt} = \frac{m_{28} - m_1}{V} \cdot \frac{100}{\rho_w} \quad (4)$$

ahol

$m_0$  a próbatest kezdeti tömege a 2A módszer szerint meghatározva (kg)

$m_1$  a kezdeti vízfelvételt tartalmazó próbatest tömege a 2B módszer szerint (kg)

$m_{28}$  a próbatest tömege a 28 napos részleges bemerítés után (A és B módszer) (kg)



- V a próbatest kezdeti térfogata (m<sup>3</sup>)  
ρ<sub>w</sub> a víz sűrűsége 1000 kg/m<sup>3</sup>-nek feltételezve.

## 11.2. Hőszigetelő anyagok hővezetési tényezőjének meghatározása

### 11.2.1. Hővezetés, hővezetési tényező

Hőközlés, vagy más néven hőátzármaztatás, három összetevőből áll össze: áramlásos hőcsere (konvekció), hőszugárzás és hővezetés. **Konvekció** folyadékokban és gázokban következik be, az energiaátvitel a részecskék helyváltoztatása révén megy végbe. A **hőszugárzás jelensége** nem más, mint az energia *elektromágneses hullámok alakjában való terjedésének* folyamata. A **hővezetés** vagy **konduktív hőátadás** során az energiacsere a test részecskéi közötti közvetlen érintkezés útján megy végbe, hőmérséklet-különbség hatására. Folyadékokban vagy szilárd testekben (dielektrikumokban) az energia átvitele hullámok segítségével történik, gázokban az atomok vagy molekulák diffúziója útján, fémekben pedig a szabad elektronok diffúziója révén. A hőáramlástól (konduktív hőátadás) annyiban tér el, hogy nincs anyagáramlás.

Az anyagok különböző mértékben vezetik a hőt. A vezetés mértékének a jellemzésére használt kifejezés a **hővezetési tényező** (λ), amely egy anyagi állandó. A hővezetési tényező a Fourier-törvény alapján definiálható.

Két párhuzamos, egymástól dx távolságra lévő, dT hőmérséklet-különbségű, A nagyságú szilárd falfelület között kialakuló hőáramsűrűség nagyságát matematikailag elsőként Jean Baptiste Joseph **Fourier** fogalmazta meg 1822-ben:

$$j_Q = -\lambda \frac{dT}{dx} = -\lambda |\text{grad}(T)|$$

$$\lambda = -\frac{dQ}{A \cdot dt \cdot |\text{grad}T|}$$

A kifejezésben:

Q - hőmennyiség, J

T - hőmérséklet, K

λ - hővezetési tényező, W/m·K

H-8200 Veszprém, Egyetem u.10.  
62

H-8201 Veszprém, Pf. 158.  
Telefon: (+36 88) 623-515  
Internet: www.uni-pannon.hu



$t$  - idő, s

$A$  - keresztmetszet, m<sup>2</sup>

$x$  - távolság, m

A hővezetési tényező számszerű értéke azt a hőmennyiséget adja meg, amely az adott anyag két, egymástól egységnyi távolságra lévő, egységnyi keresztmetszetén, egységnyi hőmérséklet-gradiens hatására, időegység alatt áthalad. Ez a mennyiség a hővezető képességet – vagy annak a reciprokát, a hőszigetelő képességet – jellemzi.

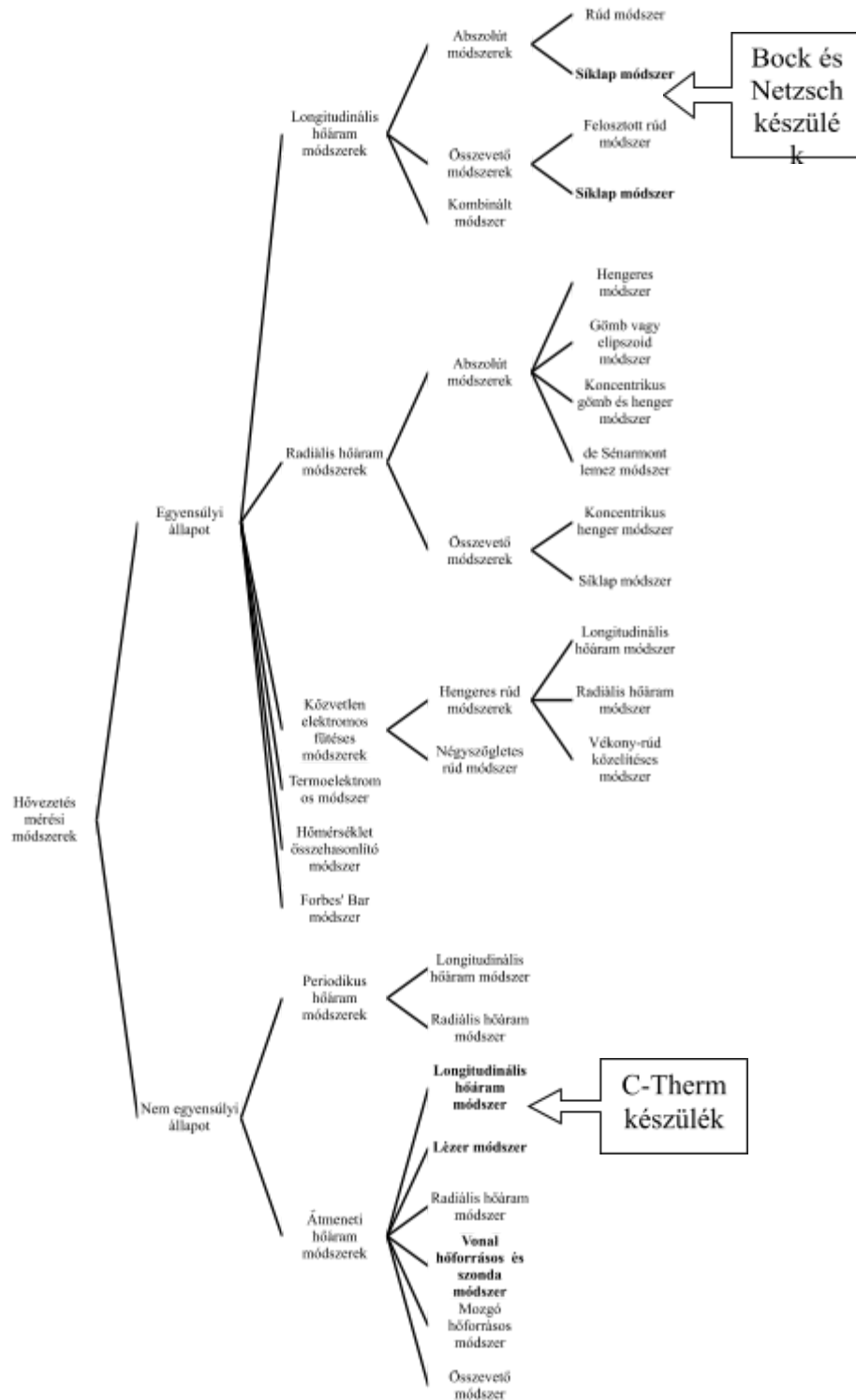
### 11.2.2. Hővezetési tényező meghatározása

A  $\lambda$  (hővezetési tényező) értékének meghatározására – a vizsgált minták jellegének megfelelően – több módszer is ismeretes, amelyeket alapvetően két nagy csoportba lehet bekezelni: egyensúlyi állapotú módszerek, illetve nem egyensúlyi állapotú, úgynevezett átmeneti módszerek, amelyeknek alkalmazhatóságát a vizsgálni kívánt anyag határozza meg.

**Az egyensúlyi állapotú módszerek esetén** a mérés olyan időpillanatban történik, amikor a minta hőmérséklete egy állandó értékre állt be és nem változik az idővel. A módszer előnye a pontossága és reprodukálhatósága, hátránya pedig, hogy a vizsgálat hosszú ideig tart és komoly berendezést igényel.

A **nem egyensúlyi állapotú módszerek** esetén a mérés a minta felfűtése során történik így ellentétben az egyensúlyi módszerrel a vizsgált fizikai paramétert idő függvényében regisztrálják. A módszer nagy előnye, hogy kevés időt vesz igénybe maga a mérés.

A következő ábrán valamennyi mérési elv megtalálható, de csak a vastagon szedetteket használják a rossz hővezetésű, illetve hőszigetelő anyagok hővezetési együtthatójának meghatározására. Az Anyagmérnöki Intézet mindkét elven működő műszerrel is rendelkezik, amelyek más-más anyagrendszerek hővezetőképességének meghatározására alkalmasak







2. ábra A hővezetési tényező meghatározásának módszerei

### 11.2.3. Hővezetési tényező meghatározása egyensúlyi (síklapos) módszerrel

#### **Feutron és NETZSCH HFM 436/3/1**



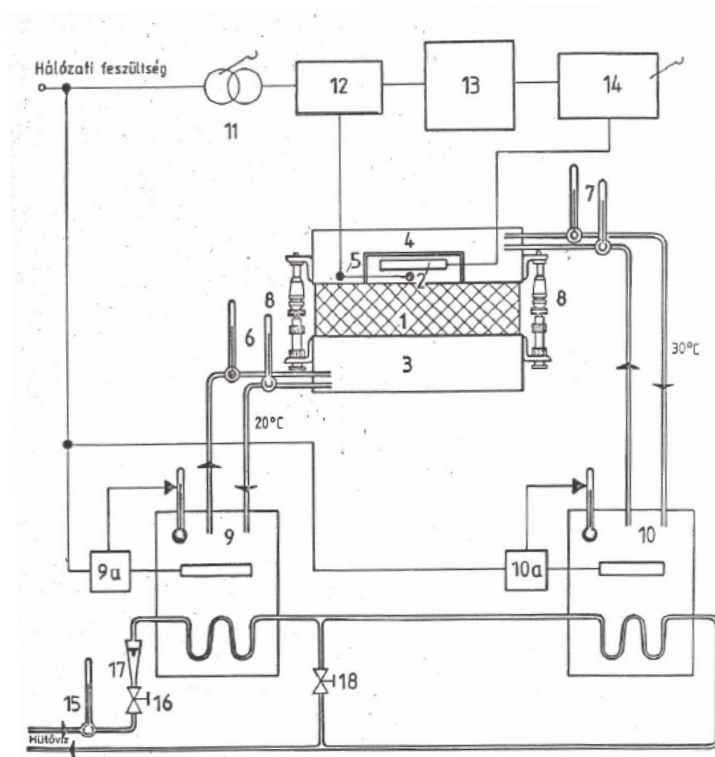
3. ábra NETZSCH HFM 436/3/1 Lambda készülék

#### **A műszerek működésének elvi alapjai**

A Feutron és NETZSCH HFM (Heat Flow Meter) 436/3 készülékek mérési elve az egyensúlyi állapotú módszerek közé sorolható, azon belül is **Bock módszerrel** (más néven: **longitudinális hőáram mérési módszerrel**) határozza meg a hővezetési tényezőt. A módszer elve, hogy a műszer a vizsgálandó minta egymással párhuzamos, ismert nagyságú felülete között állandósult /stationer/ hőáramlást hoz létre, és meghatározza azt a hőmennyiséget, amely az állandósult viszonyok között időegység alatt az anyagon áthalad.



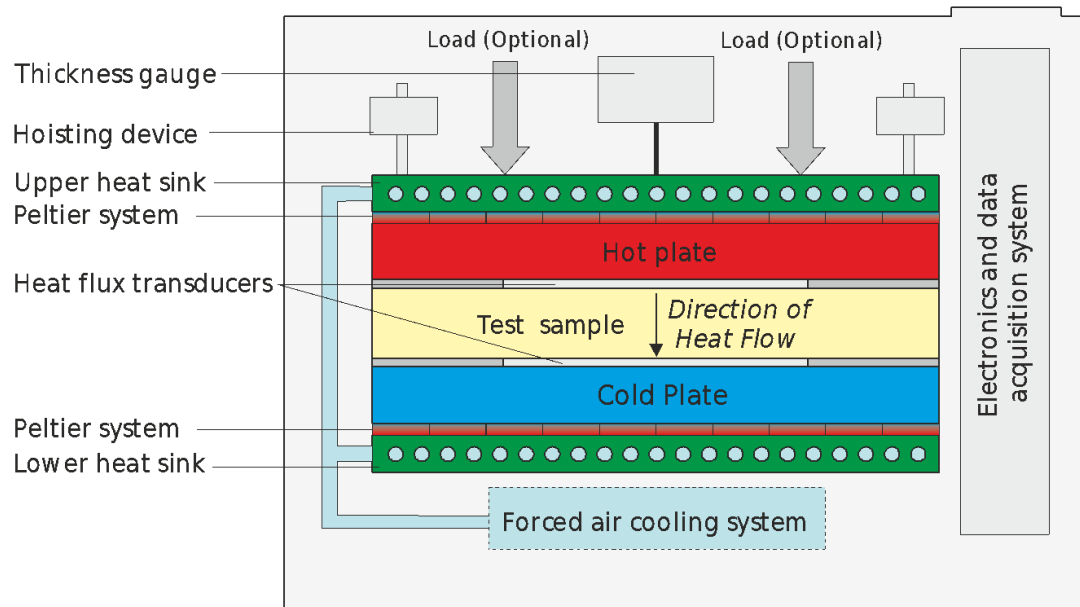
A stacionárius hőáramlás kialakulását a mintát befogó két fémlap hőmérsékleteinek egymástól eltérő, de állandó értéken tartásával éri el, vagyis a mintát egy állandó hőmérsékletű „hidegebb” és „melegebb” lap fogja közre. A Bock készülék esetén a „hideg” lapot termosztáttal /9/ hűtve, a „meleget” pedig egy olyan elektromos fűtőtesttel /2/ tartja állandó, beállított értéken, amelynek a mérés alatti elektromos munkája egy fogyasztásmérőn /13/ leolvasható. A vizsgált minták hővezetőképessége szabja meg, hogy a „meleg” lap hőmérsékletét kevesebb, vagy több pótfűtéssel képes állandó értéken tartani. Az időegység alatt pótfűtésre használt elektromos energia /vagyis a teljesítmény/ pontos ismeretében  $\lambda$  értéke a minta adataiból, illetve a készülék biztosította körülményekből /ezek egy részét a készülékhez tartozó konstans értéke foglalja magába) meghatározható (részletesebb leírás: lásd a laborjegyzetet).



4. ábra Bock-féle készülék működési sémája

A NETZSCH készülék esetén a lapok hőmérsékletét Peltier hűtő/fűtő rendszer szabályozza. A mintán áthaladó hőáramot ( $q$ ) kalibrált hőáram szenzorok határozzák meg. A mérést a műszer

a termikus egyensúly beálltakor végzi el, a mérés során a minta 100x100 mm felületét veszi figyelembe, a hőáram szenzorokat pedig egy minősített standarddal kalibrálja.



5. ábra A HFM 436 működési elve és felépítése

A már fentiekben bemutatott Fourier egyenlet adja meg az összefüggést a hőáram, a hővezetési tényező és a minta egyéb paramétereinek között:

$$Q = \lambda A \frac{\Delta T}{\Delta x}$$

Ahol,

Q – hőáram, J

$\lambda$  – hővezetési tényező, W/mK

A – hőátadási felület, m<sup>2</sup>

$\Delta x$  – minta vastagsága, m

$\Delta T$  – minta két oldala közötti hőmérsékletkülönbség



A hőáram szenzorok Volt mértékegységben kapott értéke (V) arányos lesz a mintán áthaladó hőáram mennyiségével. A minta vizsgált felülete (a szenzor felülete) minden mérés során ugyanakkora, ami egyben a mintán áthaladó hőmennyiség keresztmetszetét is jelenti:

$$Q = N \cdot V$$

Ahol N egy kalibrációs faktor, ami összekapcsolja a hőáram szenzor mért feszültség jelét a tényleges hőáram mennyiségével.  $\lambda$ -ra kifejezve a két egyenletet, a hővezetési tényezőt az alábbi összefüggés alapján számolja:

$$\lambda = k = N \frac{V \Delta x}{\Delta T}$$

A Bock, vagy más néven hőáram méréses módszer szabványosított mérési technika. Alkalmazhatóságát (hőszigetelő anyagokra) a szabványok határozzák meg, az alábbiakban azok a szabványok lesznek felsorolva, ahol ezt a mérési elvet írják elő:

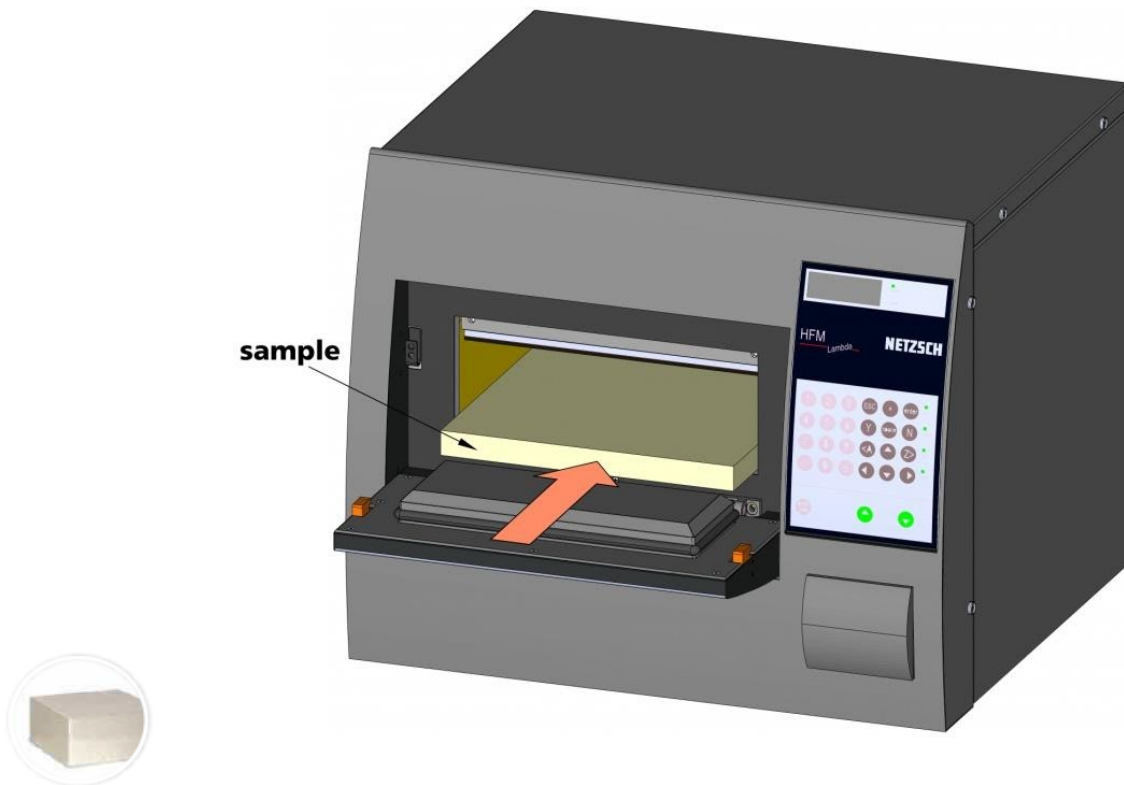
- **ISO 8301:** Szabvány a hőszigetelő anyagok hővezetési képességének meghatározására, hőáram méréses módszert alkalmazva.
- **ASTM C518:** Amerikai szabvány a hőszigetelő anyagok hővezetési képességének meghatározására, hőáram méréses módszert alkalmazva.
- **DIN EN 12667/12939:** Európai szabvány a hőszigetelő anyagok hővezetési képességének meghatározására, hőáram méréses vagy izolált forró lapos módszert (guarded hot plate) alkalmazva.
- **DIN EN 13163:** Európai szabvány az épületeken alkalmazott habszigetelések hővezetési képességének meghatározására, hőáram méréses vagy izolált forró lapos módszert (guarded hot plate) alkalmazva.

### A műszerek alkalmazhatósága

A HFM műszerek gyors, automatizált megoldást nyújtanak a kis hővezetésű anyagok (például hőszigetelők) hővezetési képességének meghatározására. A HFM-ek, ahogy a fentiekben már említve volt, kalibrált műszerek, amelyek az ASTM C518, ISO8301, JIS A 1412 és DIN EN 12667 szabványok szerint hajtják végre a méréseket.

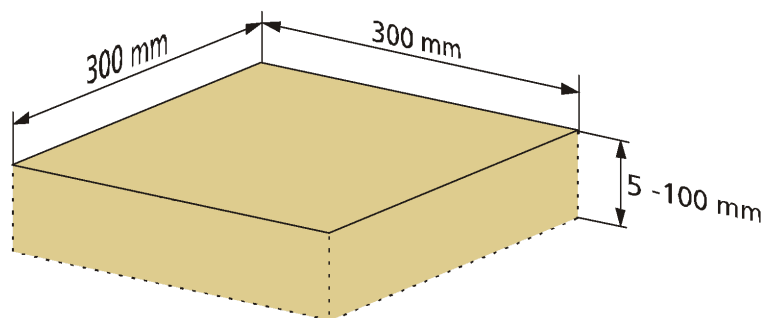


A műszer 0,002 W/mK-től 1,0 W/mK-ig képes szilárd és laza szemcsés anyagok (megfelelő keret alkalmazásával) hővezetőképességének meghatározására. A minták méretének korlátai 300 x 300 x 100 mm. A NETZSCH műszer esetén a lapok hőmérséklete 0 és 100 °C között szabályozható, így többféle átlaghőmérséklet és hőmérséklet különbség is beállítható, valamint egy mérési program alatt tíz különböző hőmérsékleti paraméterű mérési pont hővezetési tényezője határozható meg. Egy mérés átlagosan két órát vesz igénybe, de hasonló anyagrendszerek és beállítások mellett ez az idő tizenöt percre is csökkenthető.



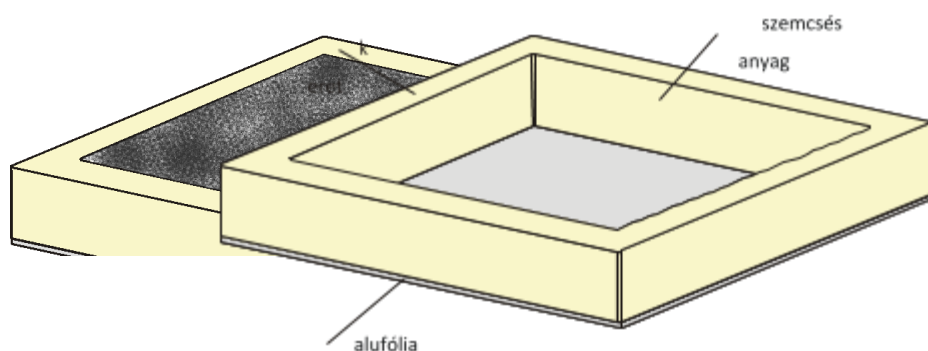
6. ábra Minta behelyezése a készülékbe

**Szilárd anyagok:** Minden olyan szilárd minta hővezetési tényezőjének meghatározására alkalmas a műszer, amely rendelkezik két párhuzamos, a műszer 100 x 100 mm-es méreténél nagyobb felülettel. A legjobb módszer az inhomogén, kompozit rendszerek együttes hővezető képességének meghatározására az 1 W/mK-nél kisebb hővezetési tényezőjű anyagok esetén.



7. ábra Szilárd minták méretkorlátai

**Porok:** Porok és nagyobb méretű, homo- és heterodiszperz szemcsés anyagok hővezetési tényezője is meghatározható. A méréshez szükséges térfogat  $d < 20$  mm-es szemcsehalmazok esetén  $\sim 2$  dm<sup>3</sup>, míg  $d > 20$  mm-es szemcsehalmazoknál  $\sim 4$  dm<sup>3</sup>.



SEQ ábra \\* ARABIC 8. ábra Laza szemcsés anyagok mérési elrendezése

HFM 436/3/1 Műszaki paraméterei	
Lapok hőmérséklet határai	0 - 100°C-ig (10 programozható mérési pont)
Hűtés	Légkeveréssel
Lapok hőszabályozó rendszere	Peltier rendszer



A felsőfokú oktatás minőségének és  
hozzáférhetőségének együttes javítása a  
Pannon Egyetemen  
EFOP-3.4.3-16-2016-00009



<b>Programozható mérési pontok</b>	10
<b>Minta méretkorlátai</b>	300 x 300 x 5-től 100 mm vastagságig
<b>A hőáram vizsgált keresztmetszetének nagysága</b>	10.16 cm x 10.16 cm
<b>Hőszigetelő képesség mérési korlátai</b>	0.1- 8.0 m <sup>2</sup> K/W-ig
<b>Hővezetőképesség mérési korlátai</b>	0,002 - 1.0 W/mK-ig
<b>Reprodukálhatóság</b>	0,5 %
<b>Pontosság</b>	± 1 - 3 %-ig
<b>Terhelő erő (opcionális)</b>	21 kPa-ig
<b>Mérete</b>	625 x 700 x 515 mm
<b>Tömege</b>	64 kg

1. táblázat A HFM 436 Lambda műszaki paraméterei

H-8200 Veszprém, Egyetem u.10.  
71

H-8201 Veszprém, Pf. 158.  
Telefon: (+36 88) 623-515  
Internet: www.uni-pannon.hu





**A mérés úrlapja**

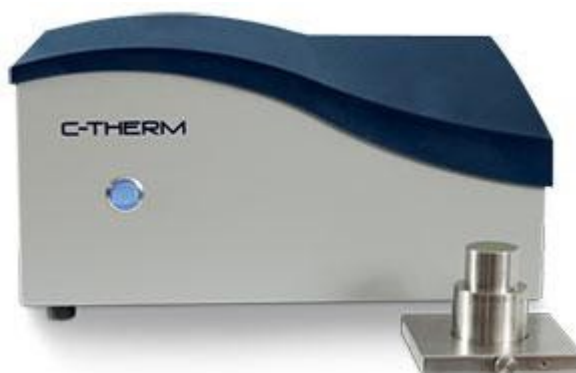
<b>Dátum:</b>		<b>Minta jele:</b>									
		<b>A mérést végezte:</b>									
	<b>Kezdeti (d<sub>a</sub>)</b>	<b>Végső (d<sub>e</sub>)</b>			$d'_a = \frac{\sum d_a}{4} =$			$d = \frac{d'_a + d'_e}{2000} =$			
<b>d<sub>1</sub></b>								<b>Teljesítmény fokozat</b>			
<b>d<sub>2</sub></b>								<b>K<sub>j</sub></b>			
<b>d<sub>3</sub></b>					$d'_e = \frac{\sum d_e}{4} =$			<b>W</b>		0,0014	
<b>d<sub>4</sub></b>								<b>A</b>		1,16	
	$\sum d_a$		$\sum d_e$				<b>Átszámítási tényező</b> Kcal/mh°C → W/mK				
<b>Leolvasások száma (m)</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>				
<b>Idő (h)</b>											
<b>Hűtővíz hőmérséklet (°C)</b>											
<b>Szobahőmérséklet (°C)</b>											
<b>Számláló (E)</b>											
<b>t<sub>w1</sub> (°C)</b>											
<b>t<sub>w2</sub> (°C)</b>											
<b>t<sub>k1</sub> (°C)</b>											
<b>t<sub>k2</sub> (°C)</b>											
$\Delta E$											
$\Delta Z$ (idő) (h)											
$\frac{\Delta E}{\Delta Z}$											
$\sum t_{w1} / m = a$			$\sum \Delta E$			$q \cdot w$					
$\sum t_{w2} / m = b$			$\sum \Delta Z$								
$\sum t_{k1} / m = c$			$\frac{\sum \Delta E}{\sum \Delta Z}$			$\Delta t = \frac{(a+b)-(c+e)}{2} =$					
$\sum t_{k2} / m = e$											
$q = \frac{\sum \Delta E}{\sum \Delta Z} \cdot K_j$			$\lambda = \frac{A \cdot q \cdot d}{\Delta t - q \cdot w} \left[ \frac{W}{mK} \right] =$								





#### 11.2.4. Hővezetési tényező meghatározása MTPS módszerrel

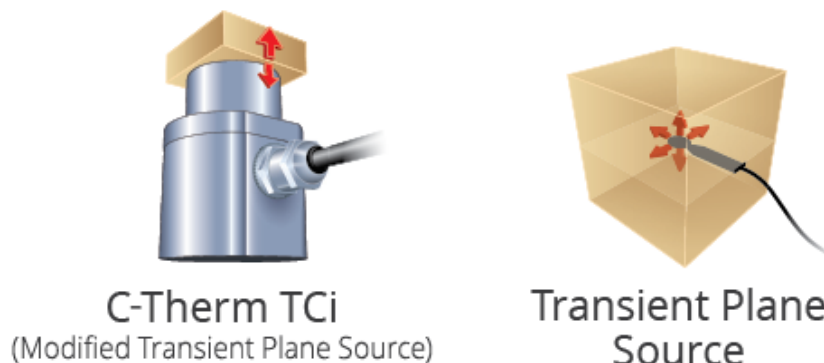
##### **C-Therm TCi™ System**



9. ábra A C-Therm TCi<sup>MT</sup> készülék

##### **A műszer működésének elvi alapja**

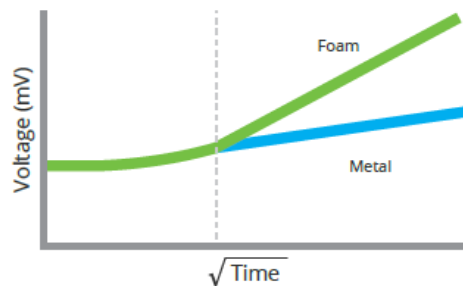
A C-Therm cég TCi műszerei egy újfajta szabadalmaztatott, úgynevezett **MTPS (Modified transient plane source)** módszert alkalmaznak a hővezetőképesség meghatározására. Ez az új módszer a nem-egyensúlyi módszerek közé sorolható, azon belül is az átmeneti síklap-hőforrású módszer egy módosított változata, amelyet Dr. Nancy Mathis dolgozott ki és az így fejlesztett műszer a R&D Díjat is elnyerte.



10. ábra A TPS és MTPS mérési módszer elvi rajza



A hagyományos átmeneti síklap-hőforrasú módszer (TPS) során két mintafél közé szorítják szendvicsszerűen a szenzort. A szenzor egy spirálisan feltekert nikkelfém tartalmaz, amelyet egy vékony polimer hártya izolál a külvilágtól. A mérés során ismert árammal terhelik a spirált, amitől a szenzor hőmérséklete növekszik. A generált hő elvezetése elsősorban a minta hő elvezetési képességétől fog függni. A hőmérséklet (illetve feszültség) és idő paraméterek követésével a minták hővezetéséről, hődiffúziós tényezőjéről, illetve fajhőjéről lehet információt nyerni.



11. ábra A TPS és MTPS módszer mérési elve

A hődiffúziós tényező az alábbi egyenlet szerint függ össze a hővezetési tényezővel:

$$\alpha = \frac{\lambda}{\rho c_p}$$

Ahol,

$\alpha$  – hődiffúziós tényező,  $m^2/s$

$\lambda$  – hővezetési tényező,  $W/mK$

$\rho$  – sűrűség,  $kg/m^3$

$c_p$  – fajhő,  $J/kgK$

Az MTPS esetén a módszer úgy módosul, hogy a készülék egy egyoldalú, felületi, hőreflexiós szenzort használ, ami egy pillanatnyi, konstans hőforrást biztosít. További különbség, hogy az MTPS egy másik, a hődiffúzióhoz hasonló mennyiséget határoz meg, az úgynevezett hőeffúziós tényezőt. A hőeffúziós tényező definíció szerint azt adja meg, hogy adott anyag milyen gyorsan képes hőcserére a környezetével, és az alábbi egyenlet szerint számolható:



$$e = \sqrt{\lambda \rho c_p}$$

Ahol,  $e$  – hőeffúziós tényező,  $J/m^2Ks^{0.5}$

További eltérés a két módszer között, hogy az MTPS berendezéseknél a készülék egy egyoldalú, felületi, hőreflexiós szenzort használ, ami egy pillanatnyi, konstans hőforrást biztosít. A szenzor mechanikai stabilitással bíró tokozással is rendelkezik, ami elektromos és termikus szigetelést is biztosít. Így a berendezés egyoldalú, felületi mérésre alkalmas, ami maximális rugalmasságot biztosít folyadékok, porok, paszták és szilárd anyagok vizsgálata esetén.

### A műszer alkalmazhatósága

A TCi műszerek roncsolásmentes vizsgálattal képesek gyors és pontos adatot szolgáltatni az anyagok termikus tulajdonságairól, így a hődiffúziós tényezőjükről, hővezetési tényezőjükről, fajhőjükről, R-értékükről (szigetelők esetén) és a hőáram behatolási mélységéről. A méréshez nem szükséges előzetes kalibráció vagy komolyabb mintaelőkészítés, a hővezetési tényező széles határok között határozható meg (0-tól 220 W/mK), valamint széles hőmérséklet tartományon is (-50°C-tól egészen 200 °C-ig) a megfelelő hőkamra alkalmazásával, amellyel az Anyagtudományi intézet is rendelkezik.

**Szilárd anyagok:** Az anyagok hővezető képessége a jól vezető fémektől kezdve egészen az aerogélekig meghatározható, a minták alakja és mérete nincs előírásokhoz kötve, egyetlen megkötés, hogy legalább a szenzor méretével megegyező sík felülettel rendelkezzenek (17 mm átmérőjű, kör alakú felület). Megfelelő beállításokkal a műszer képes felületi bevonatok hővezetési tényezőjének meghatározására is. Viszont bizonyos kompozitok, inhomogén anyagok hővezetőképességének meghatározására nem alkalmas, a szenzor kis mérete miatt.

**Porok:** A TCi kizárólagosan alkalmas módszer a robbanóanyagok hővezetési tényezőjének meghatározására, valamint olyan drága porokénak, amelyek nem állnak rendelkezésre nagy mennyiségben. A pontos méréshez viszont elengedhetetlen, hogy a porok megfelelő finomsággal rendelkezzenek, különben a közrezárt levegő hibás eredményt adhat a szenzor kis felülete miatt.

**Paszták:** A műszer szintén alkalmas például az elektronikában előszeretettel használt hővezető paszták vagy más vegyületek hővezetési tényezőjének meghatározásához. A rendszer



idő paramétereinek megfelelő megválasztásával a behatolási mélység is különböző értékre választható meg, amivel ellenőrizhető a paszták homogén eloszlása.

**Folyadékok:** A TCi készülék elsősorban a széles tartományban variálható hőmérséklet miatt lehet megfelelő a folyadékok hővezetési és hődiffúzivitási tényezőjének meghatározására. A nagyon kis hőhatás, illetve kis mintamennyiség csökkenti a konvektivitás miatt fellépő mérési pontatlanságot is. Egyetlen megkötés a folyadékokkal szemben, hogy ne károsítsák a szenzort.

Anyag típusa	Minimális mintavastagság	Mintaelőkészítés	Érintkeztető anyag
<b>Folyadékok</b>	1 mm	Minimum 35 ml-es mennyiség szükséges a méréshez	-
<b>Porok</b>	1 mm	Minimum 30 ml-es mennyiség szükséges a méréshez	
<b>Habok</b>	2 mm	-	
<b>Polimerek</b>	5 mm	Az érintkeztető anyaggal először be kell vonni a szenzort, utána a mérés elvégezhető.	
<b>Kerámiák</b>	5 mm		
<b>Fémek</b>	5-12 mm		

2. táblázat Anyagrendszerek követelményei és mérési paramétere



<b>C-Therm TCi™ műszaki paraméterei</b>	
<b>Hővezetőképesség mérési korlátai</b>	0,002-220 W/mK
<b>Mérési idő</b>	0,8-2,5 sec
<b>Minimális mintaméret</b>	17 mm átmérő
<b>Maximális mintaméret</b>	Korlátlan
<b>Minimális mintavastagság</b>	Minta típusától és hővezetési tényezőjétől függ (lásd. fentebbi táblázatban)
<b>Maximális mintavastagság</b>	Korlátlan
<b>Hőmérséklet tartomány</b>	-50°C – 200°C
<b>Reprodukálhatóság</b>	Átlagosan 1%
<b>Pontosság</b>	Kisebb, mint 5 %
<b>Szoftver</b>	Windows operációs rendszerrel kompatibilis szoftver, az eredmények könnyen konvertálhatók át Excel-be. További meghatározható tulajdonságok még: <ul style="list-style-type: none"><li>• Hődiffúziós tényező</li><li>• Fajhő</li><li>• Sűrűség</li></ul>
<b>Bemeneti teljesítmény</b>	110-230 VAC 50-60 Hz
<b>Tanúsítványok</b>	FCC, CE, CSA

3. táblázat A C-Therm TCi™ műszaki paraméterei



## **12. Üvegek, mázak és zománcok minősítő vizsgálatai**

### **12.1. Lemezzománcok kémiai ellenálló-képességének vizsgálata (DIN 51150)**

**Zománcvizsgálat:** hideg citromsavval szembeni ellenállóképesség meghatározása

**Cél:** szobahőmérsékleten a zománcok savállóságának meghatározása. Alkalmos az időjárási hatásokkal szembeni ellenállóképesség mérésére is.

A savállóság számszerű megadására a

**DIN51151** Zománcok forró citromsavval szembeni ellenállóképességének meghatározása

**DIN51157** Zománcok forró sósavval szembeni ellenállóképességének meghatározása szabványokban leírtak vonatkoznak.

#### 12.1.1. Mérés rövid leírása

A vizsgálandó felületet 9%-os citromsavoldattal 15 percig oldjuk. A felület látható megváltozása jelzi az oldódás erősségét.

10 g tiszta, kristályos citromsav oldása 100 ml desztillált vízben.

Friss oldat szükséges.

A minta felületét triklóretilénnel kell tisztítani.

Hőmérséklet:  $22 \pm 3$  °C.

#### 12.1.2. A vizsgálat menete:

A megtisztított sima felületen egy kb. 25 mm átmérőjű ccseppet képezünk az oldatból, amelyet óraüveggel (átmérő:~30 mm) lefedünk. 15 perc  $\pm$  30 másodperc elteltével az óraüveget levesszük és vízzel leöblítjük a zománcfelületet. Szűrőpapírral dörzsölésmentesen szárítjuk.



### 12.1.3. Kiértékelés:

A vizsgálatot követő 2 órán belül el kell végezni a kiértékelést.

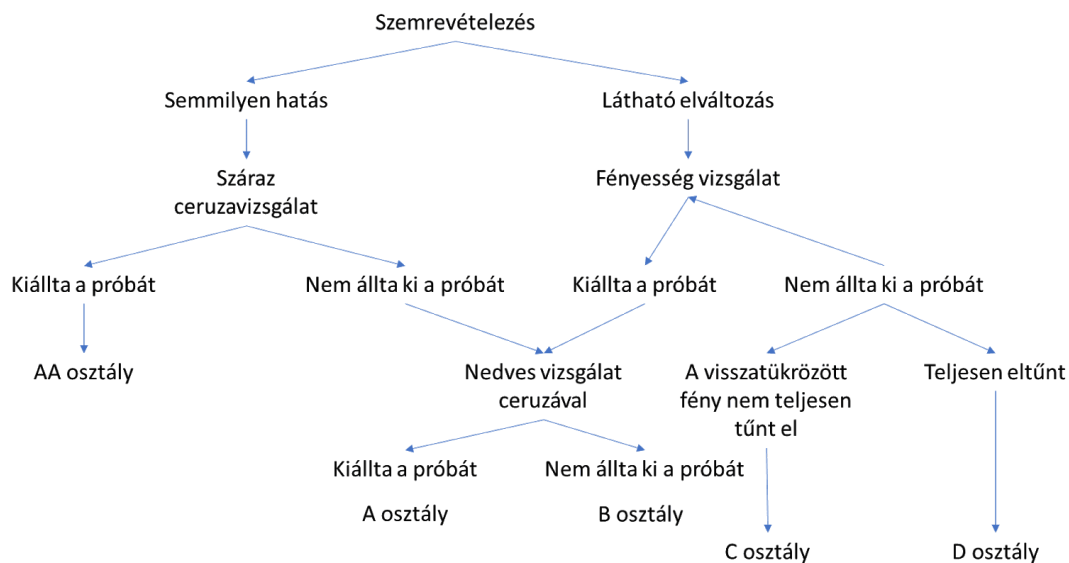
250 mm távolságból nézve kell megállapítani változott-e a fénye vagy a színe a zománcnak. Képződött-e a felületen valamilyen bevonat réteg. Nem szabad túl közel tartani a felületet a fényforráshoz.

- Ceruzanyom letörlése száraz ruhával: Erősen nyomott ceruzával több vonalat kell húzni a savazott felületen és azon túl is. Ha a savazott felületről nehezebben lehet eltávolítani a ceruzanyomot száraz, puha ruhával, mint a nem kezelt felületről, a zománc nem állta ki a próbát.
- Ceruzanyom letörlése nedves ruhával: Jól kicsavart nedves ruhával törölve a felületet, amennyiben lényegesen nehezebben távolítható el a ceruzanyom, a zománc nem állta ki a próbát.
- Fényesség vizsgálat: Lámpa fényében, arra közel  $45^\circ$  alatt, attól  $350 \pm 100$  mm-re tartva a zománcozott lapot a lámpa tükörképének az erősségét kell vizsgálni a savazott, az eredeti felületen és a határvonaluk mentén.

8 párhuzamos minta vizsgálata alapján kell az zománcot az AA-D osztályok valamelyikébe besorolni.

### 12.1.4. A vizsgálati jelentés tartalma:

- A szabvány adatai
- A minta jellemzői
- A ceruzapróbák eredménye
- A savállósági osztály megadása, pl. A osztály az alábbi táblázat szerint



### A jegyzőkönyvben leadandó kiegészítések

- CIELAB színínger jellemzők mérési eredményei
- Optikai mikroszkóppal végzett vizsgálatok eredményeinek leírása



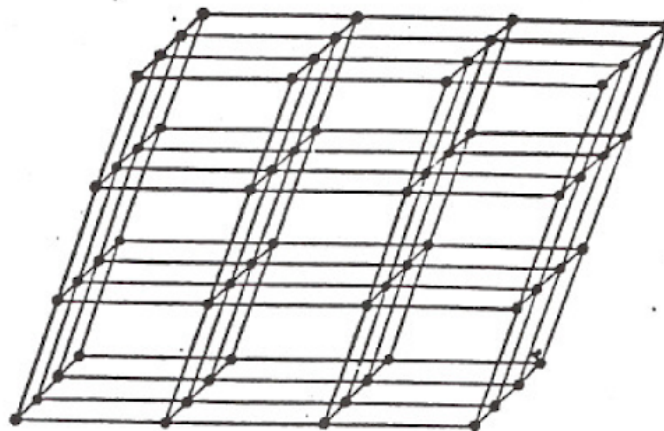


## SZILIKÁTIPARI ALAPANYAGOK ÉS KÉSZTERMÉKEK NAGYMŰSZERES VIZSGÁLATAI

### 13. Röntgendiffrakciós fázisanalízis

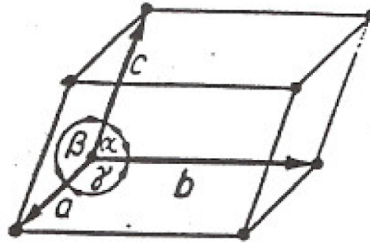
A polikristályos anyagban jelenlévő különböző kristályos fázisok jellemző röntgeninterferencia képet adnak. A röntgenvizsgálat lehetővé teszi a kristályos fázisok minőségének és mennyiségének meghatározását.

A kristály olyan szilárd anyag, amelyben a részecskék meghatározott szabályszerűséggel ismétlődnek a tér három irányában: kialakul a térrács (1. ábra).



1. ábra: Térrács

A térrács geometriai levezetéséhez úgy jutunk el, valamely kiindulási pontot a tér három irányában  $a$ ,  $b$  és  $c$  távolsággal eltolunk és  $e$  translációs műveletet végtelenszer megismételjük (2. ábra).



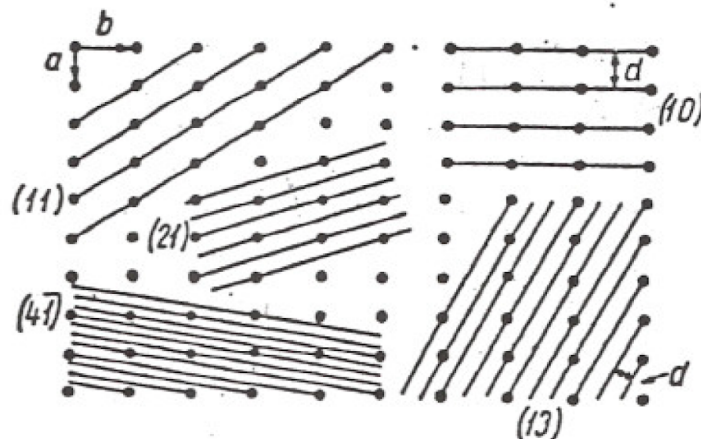
2. ábra: Elemi cella

Az így nyert pontok identikusak lesznek, vagyis anyaguk és geometriai helyzetük (környezetük) azonos.

Az  $a$ ,  $b$ ,  $c$  vektorok határozzák meg azt a kis paralelepipedont, amelynek sarkain a legközelebbi szomszédos identikus tömegrészek ülnek. ez az *elemi cella*. Az  $a$ ,  $b$ ,  $c$  vektorok a cella kristálytani tengelyei, hosszúságuk és az általuk bezárt szögek ( $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ ) a *térrács paraméterei*.

A térrács úgy is levezethető, hogy az elemi cellát toljuk el élei irányában végtelenszer.

A térrács azonban felfogható olyképpen is, mint a tömegrészeket magában foglaló rácssíkok halmaza. Az 1. ábrán csak három síkrendszer látható. Nyilvánvaló azonban, hogy a kristály tömegrészein keresztül számtalan sík jelölhető ki (3. ábra).





3. ábra: Rombos térrács pontjain átfektethető függőleges rácssíkok nyomvonalai

Az egymással párhuzamos rácssíkok is végtelenszer ismétlődnek és merőleges távolságuk állandó. Két sík egymástól való távolságát nevezzük *síkháló-távolságnak*, vagy *rácssík távolságnak* és  $d$  betűvel jelöljük.

A rácssíkok térbeli helyzetének rögzítésére a *Miller-indexeket* ( $hkl$ ) használjuk.

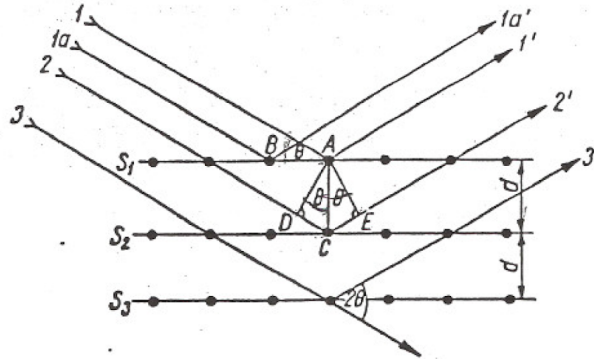
A 3. ábra híven tükrözi a kristályrács néhány fontos tulajdonságát. Minél nagyobb a rácssíkok közötti távolság, annál közelebb vannak egymáshoz a síkban helyet foglaló pontok. Ebből következik, hogy a tömegpontokkal legsűrűbben terhelt síkok  $d$  értékei a legnagyobbak és a legkisebb indexűek. E kis indexű síkokkal párhuzamosak.

A rácssíkok rendszere a különböző kristályokban eltérő és jellemző az illető rácsra, lehetőséget nyújtva kristályfázisok azonosítására.

1912-ben Laue német fizikus jutott arra a gondolatra, hogy ha egy kristályrácsban az atomok szabályos elrendeződésűek, akkor a kristályok atomtávolságaival megegyező hullámhosszú röntgen sugárzás a kristállyal mint optikai ráccsal eltéríthető. Azóta használják a röntgen sugárzást kristályszerkezet vizsgálatára.

### 13.1. A mérés elve

Bragg szerint a kristályrácsra eső és azon elhajló sugarak olyan helyzetben vannak, mintha az elhajló sugarak a rácsot felépítő  $hkl$  indexszel jellemezhető síkról verődnének vissza. Az értelmezéshez szükséges viszonyok a 4. ábrán láthatók.



4. ábra: Vázlat a Bragg-egyenlet levezetéséhez

Essen tökéletesen párhuzamos, tökéletesen monokromatikus,  $\alpha$  hullámhosszú sugár  $\theta$  szög alatt az egymástól  $d$  távolságban lévő, a rajz síkjára merőleges, atomokat tartalmazó  $S_1$ ,  $S_2$ ,  $S_3$  rácssíkokra. Az 1 és  $1_\alpha$  sugarak az  $S_1$  sík atomjaival ütközve minden irányban szóródnak, de csak  $1'$  és  $1'_\alpha$  irányban lesznek azonos fázisban és erősítik egymást. Mivel ezek is  $\theta$  szöget zárnak be a rácssíkkal, látható, hogy a két sugár között fázis- és úthosszkülönbség nincs. Az  $S_1$  sok minden atomjáról szóródó  $1'$ -vel párhuzamos sugarak fázisban vannak és hozzájárulnak az elhajolt sugárhoz. Ez minden síkra külön-külön érvényes. A következő az  $S_2$  rácssík C atomjára eső 2 sugár  $2'$  irányban hajlik el. Az 1 és 2 sugár között  $DC + CE$  úthosszkülönbség lép fel.

$$CD + CE = 2d \sin\theta$$

Az  $1'$  és  $2'$  sugarak akkor lesznek tökéletesen egy fázisban és erősítik egymást, ha az úthosszkülönbség a hullámhossz egészszámú többszöröse. Azaz:

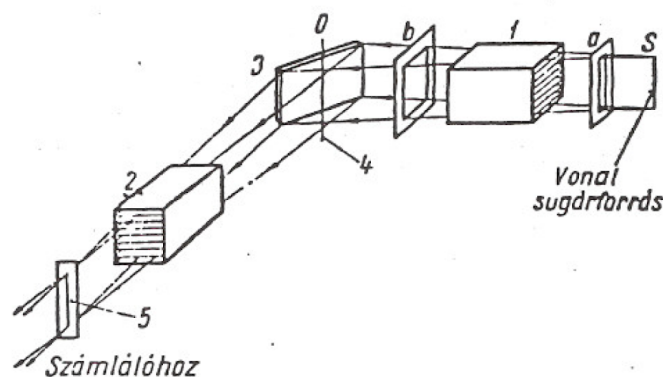
$$2d \sin\theta = n\lambda$$

Ez az alapvető Bragg-egyenlet. Az  $n$  a reflexió rendűségét jelenti.

A pordiffrakciós mérések esetén egy megfelelően elkészített mintára röntgensugárzásat bocsátunk és mérjük azt a  $\theta$  szögértéket, amelynél a jellemző  $\lambda$  hullámhosszú röntgensugárzás diffrakciót szenved.

### 13.2. A diffraktométer felépítése és működése

A 5. ábrán látható a diffraktométer egyszerűsített ábrája. A röntgenső vonalfókuszáról (L) kilépő röntgensugár-nyaláb a párhuzamosító Soller-rés (G) és divergencia-rés rendszeren (D) keresztül a sík preparátum felületére esik  $\theta$  szög alatt.

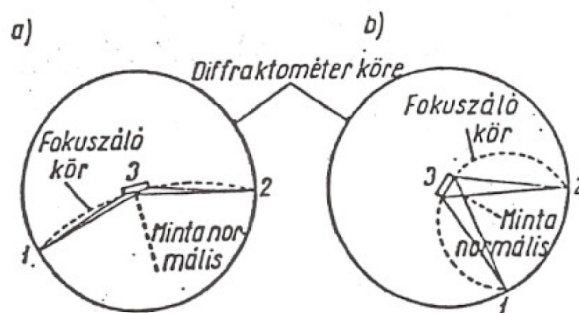


5. ábra: A por diffraktométer (Bragg-Brentano féle parafókuszálási geometria)

L - a röntgenső vonalfókusz, G - a röntgensugár-nyaláb párhuzamosító (Soller-rés), C - a minta besugárzott felülete, P - a sík preparátum, K - fókuszker; H - goniométerkör

Kedvező beesési szög esetén a minta felületén diffrakció következik be. A diffrakció szempontjából a mintában kedvezően elhelyezkedő kristallitokon elhajlott röntgensugarak a beeső sugárhoz képest  $2\theta$  szögben vonalszerűen fókuszálódnak a vevőresre (D). A vevőres elé vagy mögé helyezhető el a második Soller-rés (E) és egy szórás csökkentő rés (F). A vevőres után F pozícióba helyezhető az egykristály monokromátor. A vevőres és a röntgenső vonalfókusz egyenlő távolságra van a goniométer tengelyétől. A megfelelően fókuszált, párhuzamosított (monokromatizált) diffraktált sugárnyaláb végül a detektáló műszerbe jut (T). A sugárforrás vonalfókusz és a vevőres rendszer a goniométer-körön helyezkednek el, melynek középpontja a goniométer tengelye, amelyen a sík preparátum (P) elhelyezkedik. A készülékek többségében a sugárforrás rögzített és a mintatartó  $\theta$  míg a vevőres a detektorral együtt  $2\theta$  szöggel fordul el. Így minden szögállásnál a goniométer és a fókuszker

metszéspontjában lesz a vevőrés a detektorral együtt, ahol a diffraktált sugárnyaláb fókuszoltja található. A sík preparátum pedig minden esetben a fókuszáló érintősíkján kell, hogy legyen (6. ábra).



6. ábra: Sík preparátum fókuszáló geometriája első (a) és hátsó (b) reflexiók esetén 1 - vevőrés, 2 - sugárforrás, 3 - minta

### **A diffraktométer fő részei:**

a.) A generátor a röntgenső működtetéséhez, a sugárintenzitás szabályozásához és stabilizálásához szükséges elektromos berendezés.

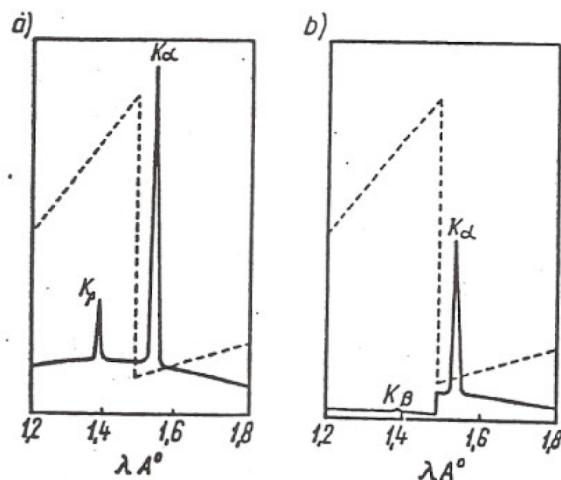
b.) A röntgenső. A röntgensugarat általában izzókatódos röntgensőben állítjuk elő. Ezekben az elektronforrás erős vákuumban fűtött wolframspirál, amellyel szemben tiszta fémanód van elhelyezve. Az izzókatódból a nagy feszültség hatására elektronok lépnek ki és nagy sebességgel a fémanódba ütköznek. Az anódfém atomjai gerjesztődnek, majd alapállapotba visszajutva az elnyelt energiát röntgenfotonok formájában sugározzák ki. A röntgensugár az anódban a fókuszon lép ki, amelyet úgy alakítanak ki, hogy megszabott irányú és nagyságú nyalábot kapjunk.

A röntgenfelvételek során alkalmazott röntgensugarak hullámhossza 0,5 - 2,5 Å. A röntgenelemzéshez határozott hullámhosszúságú sugárzásra van szükségünk. Ilyen sugárzást adnak a közepes rendszámú fémek, belőlük készülnek a röntgensővek anódjai. A szükséges feszültségen a röntgenső az illető fém rendszámára jellemző karakterisztikus sugárzást



bocsát ki, amely két eltérő hullámhosszúságú  $K_{\alpha}$  és  $K_{\beta}$  sugárzásból áll. Emellett mindig kapunk némi fehérsugarat is. Maga a  $K_{\alpha}$  is tulajdonképpen dublett, ami nagy felbontás mellett, nagy  $\theta$  szögeknél felhasad.

A zavaró  $K_{\beta}$  sugárnak a  $K_{\alpha}$ -hoz viszonyított intenzitását oly módon csökkenthetjük, hogy olyan anyag vékony lemezén szűrjük meg a sugárzást, amelynek abszorpciós maximuma  $K_{\alpha}$  és  $K_{\beta}$  közé esik. Az anód rendszámánál 1 vagy 2 értékkel kisebb rendszámú fémek ilyenek. A 7. ábrán a rézsugárzás spektruma látható.



7. ábra: A réz röntgenspektruma Ni szűrőn való áthaladás előtt (a) és után (b)

Tökéletesen monokromatikus sugárzást egykristály monokromátorral állíthatunk elő.

c.) A goniométer az a része a diffraktómetrnek, amely biztosítja a preparátum és a vevőrés, detektor megfelelő mozgását (mechanikusan vagy optikai leolvasóval).

d.) A detektor segítségével mérjük a diffraktált sugárnyaláb intenzitását.

Többféleféle detektortípus használatos: gáz proporcionális számláló, szcintillációs számláló és szilárdtest detektorok.

e.) Az impulzus számláló (scaler), vagy impulzus átlagmérővel (rotaméter) történhet a regisztrálás.



Napjainkban a mérés vezérlését és az adatgyűjtést (regisztrálást) számítógép segítségével végezzük.

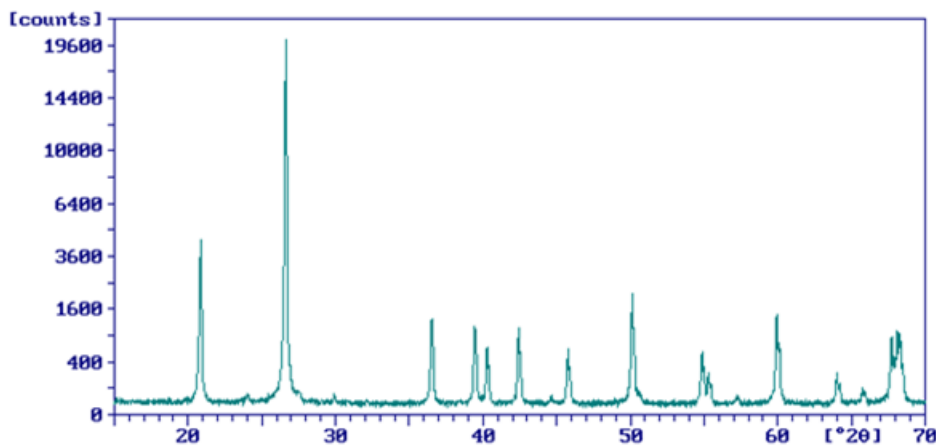
Minden esetben a végeredmény egy diffraktogram, amelyen az intenzitás értékek a  $2\theta$  függvényében láthatók. (Pl. a kvarc diffraktogramja, amely a későbbiekben a 8. ábrán kerül bemutatásra).

### *13.3. A minta előkészítése és a mérés menete*

A diffraktométer mintatartója 1...2 mm vastag műanyag vagy alumínium lemezke, ennek 2x1 cm-es mélyedésébe kell a mintát betölteni. Az anyagszükséglet 1...2 g. Mivel a mintát nem forgatjuk, a szemcsék számának növelésével érhetünk el megfelelő diffrakciót. Ezért, különösen ha pontos intenzitásértékre van szükség, 10  $\mu\text{m}$  alá kell a port finomítani. Fontos, hogy betöltéskor sík felületet kapjunk, mert durva felület és nagy abszorpciós együttható esetén a kisszögű reflexiók intenzitásai gyengék lesznek. Miközben a sík felületet sík lapocskával kialakítjuk, ügyelni kell arra, hogy nagyon nyomni nem szabad, mivel ekkor a minta orientációja léphet fel és ez megzavarja a kiértékelést.

A mintatartót a goniométer tengelyén az erre kijelölt helyen rugó segítségével rögzítjük. Ezt követően felvesszük a röntgendiffraktogramot az előre megadott  $2\theta$  szög tartományon belül megfelelő szögsebességgel számítógép segítségével (8. ábrán a kvarc diffraktogramja látható).





8. ábra: A kvarc diffraktogramjának részlete

A diffraktogramról a reflexiókhoz tartozó  $2\theta$  szög és intenzitás leolvasható. A készülék nagy felbontó képessége miatt a  $2\theta > 40^\circ$  szögértékeknél már  $(K_{\alpha_1} - K_{\alpha_2})$  dublett csúcsok jelentkeznek. (A kiértékeléshez csak a  $K_{\alpha_1}$  csúcsokat használjuk.)

### 13.4. A fázisösszetétel minőségi meghatározása

A fázis-meghatározás gyakorlata igen egyszerű. Ha ugyanis - mint az előző fejezetekből nyilvánvaló - a kristályvegyületek (fázisok) jellemző egyedi diffrakciós képet adnak, ismert anyagokról készült felvételekkel való egyszerű összehasonlítással azonosíthatók. Csupán arra van tehát szükségünk, hogy az ismeretlen anyagról elkészítsük a felvételt ( $I$  intenzitás  $2\theta$  szögérték) meghatározzuk a reflexiók  $d$  és  $I$  (ismerve a sugárzás hullámhosszát) értékeit és rendelkezésünkre álljon az ismert anyagok  $d$  és  $I$  értékeit tartalmazó olyan rendszer, amely a megfelelő és gyors összehasonlítást lehetővé teszi. Ilyen rendszer az ASTM kártonrendszer, amelyet az ASTM nemzetközi együttműködéssel készít és ad ki. Folyamatosan gyűjtik a röntgendiffrakciós adatokat, egy-egy sorozatban kb. 1000 kárton van. Példaként a kvarc kártonját a 9. ábrán mutatjuk be. A kereten kívüli nagy számok a kárton sorozat- és sorszámai.



A kereten belül a bal felső sarokban a három legerősebb vonal  $d$  értékei, alattuk relatív intenzitás értékeik láthatók. Negyedikként az anyag legelső és hozzátartozó intenzitását ( $I$ ). A bal oldali rekeszek a felvétel körülményeit és az adatok forrását, szerkezeti és optikai adatokat tartalmaznak. A bal alsó rekeszben a minta forrására és tisztaságára vonatkozó adatok lehetnek. E rekeszben jelzik, hogy a szóban forgó karton mely előbbi, elavult kártyákat helyettesítik. Ugyanis időről időre felülvizsgálják a kartonok megbízhatóságát és ha korszerűbb adatok állnak rendelkezésre, a régi kartonokat törlik a rendszerből. A megbízhatóbb adatokat tartalmazó kartonokat a jobb felső sarokban csillag jellel látják el. A jobb felső rekesz a minta kémiai képletét, kémiai és ásványtani elnevezését tünteti fel. Ez alatt található a teljes  $d$  értéksor a hozzávaló relatív intenzitásokkal és hkl indexekkel.

9. ábra: A kvarc ASTM kártyája

A kívánt kartonnak a nagy anyagból történő kiválasztását, illetve az azonosítás gyors módszeres elvégzését, a rendszerhez tartozó határozókönyv (Index) teszi lehetővé.

A könyv két részből áll. Első része a számindex (10. ábra), a tulajdonképpeni határozókulcs. Azon az elven épül fel, hogy az azonosításhoz általában elegendő a három legerősebb vonal  $d$  értéke ( $d_1, d_2, d_3$ ) intenzitása. A  $d_1$  bizonyos értékhatárain belül csoportokra bontják a teljes tartományt és ezekre a csoportokra megadják a  $d_1$  értékek relatív hibaértékét. Ezen csoportokon belül a  $d_2$  csökkenő értékei szerint rendszerezik az anyagokat.



3.32 <sub>2</sub>	4.32 <sub>2</sub>	3.25 <sub>2</sub>	4.25 <sub>2</sub>	4.55 <sub>2</sub>	2.86 <sub>2</sub>	2.79 <sub>2</sub>	1.74 <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> U <sub>2</sub> F <sub>2</sub> s	16- 17c
3.33 <sub>2</sub>	4.32 <sub>2</sub>	2.77 <sub>2</sub>	2.29 <sub>2</sub>	2.95 <sub>2</sub>	2.81 <sub>2</sub>	1.98 <sub>2</sub>	2.09 <sub>2</sub>	CH <sub>2</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	14- 81c
3.30 <sub>2</sub>	4.31 <sub>2</sub>	5.12 <sub>2</sub>	2.49 <sub>2</sub>	2.25 <sub>2</sub>	1.81 <sub>2</sub>	2.02 <sub>2</sub>	1.55 <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> M <sub>2</sub> I <sub>2</sub> g	14- 42a
3.30 <sub>2</sub>	4.31 <sub>2</sub>	2.64 <sub>2</sub>	2.58 <sub>2</sub>	2.22 <sub>2</sub>	1.51 <sub>2</sub>	2.22 <sub>2</sub>	1.97 <sub>2</sub>	VO(OH)	11- 15c
3.30 <sub>2</sub>	4.30 <sub>2</sub>	2.12 <sub>2</sub>	2.79 <sub>2</sub>	2.32 <sub>2</sub>	2.01 <sub>2</sub>	1.79 <sub>2</sub>	1.52 <sub>2</sub>	Hg <sub>2</sub> Br <sub>2</sub>	8- 46A
3.32 <sub>2</sub>	4.30 <sub>2</sub>	7.58 <sub>2</sub>	4.19 <sub>2</sub>	2.81 <sub>2</sub>	2.74 <sub>2</sub>	1.68 <sub>2</sub>	2.26 <sub>2</sub>	(M <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> Al(SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub>	3- 45
3.32 <sub>2</sub>	4.30 <sub>2</sub>	2.62 <sub>2</sub>	6.12 <sub>2</sub>	1.71 <sub>2</sub>	2.17 <sub>2</sub>	1.83 <sub>2</sub>	2.51 <sub>2</sub>	(M <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> M <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub>	17- 551
3.37 <sub>2</sub>	4.29 <sub>2</sub>	1.83 <sub>2</sub>	2.31 <sub>2</sub>	2.14 <sub>2</sub>	2.48 <sub>2</sub>	2.06 <sub>2</sub>	1.68 <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> (quartz-like phase)	17- 83B
3.37 <sub>2</sub>	4.29 <sub>2</sub>	1.83 <sub>2</sub>	2.31 <sub>2</sub>	2.14 <sub>2</sub>	2.48 <sub>2</sub>	2.06 <sub>2</sub>	1.68 <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub>	18- 889
3.39 <sub>2</sub>	4.29 <sub>2</sub>	2.47 <sub>2</sub>	2.31 <sub>2</sub>	2.25 <sub>2</sub>	2.21 <sub>2</sub>	2.14 <sub>2</sub>	1.99 <sub>2</sub>	BF <sub>3</sub>	11- 237
3.41 <sub>2</sub>	4.29 <sub>2</sub>	3.74 <sub>2</sub>	3.34 <sub>2</sub>	3.27 <sub>2</sub>	3.14 <sub>2</sub>	2.53 <sub>2</sub>	6.54 <sub>2</sub>	Ca(BeO <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> ·2H <sub>2</sub> O	15- 646
3.37 <sub>2</sub>	4.28 <sub>2</sub>	1.84 <sub>2</sub>	1.55 <sub>2</sub>	2.47 <sub>2</sub>	2.31 <sub>2</sub>	1.39 <sub>2</sub>	1.39 <sub>2</sub>	AlPO <sub>4</sub>	10- 423
3.41 <sub>2</sub>	4.27 <sub>2</sub>	3.62 <sub>2</sub>	6.75 <sub>2</sub>	6.53 <sub>2</sub>	4.31 <sub>2</sub>	2.84 <sub>2</sub>	2.34 <sub>2</sub>	(Li <sub>2</sub> Fe <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> OT	15- 310
3.36 <sub>2</sub>	4.27 <sub>2</sub>	3.71 <sub>2</sub>	3.45 <sub>2</sub>	3.92 <sub>2</sub>	3.34 <sub>2</sub>	3.27 <sub>2</sub>	2.96 <sub>2</sub>	KFeSi <sub>3</sub> O <sub>8</sub> (low form)	16- 153
3.34 <sub>2</sub>	4.26 <sub>2</sub>	3.64 <sub>2</sub>	2.61 <sub>2</sub>	2.49 <sub>2</sub>	1.89 <sub>2</sub>	3.97 <sub>2</sub>	3.05 <sub>2</sub>	2PbCD <sub>2</sub> ·2Pb(OH) <sub>2</sub> ·H <sub>2</sub> O	9- 256
3.34 <sub>2</sub>	4.26 <sub>2</sub>	1.82 <sub>2</sub>	1.54 <sub>2</sub>	2.46 <sub>2</sub>	2.26 <sub>2</sub>	1.36 <sub>2</sub>	2.13 <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub>	8- 499
3.39 <sub>2</sub>	4.25 <sub>2</sub>	3.15 <sub>2</sub>	2.84 <sub>2</sub>	8.45 <sub>2</sub>	2.69 <sub>2</sub>	2.12 <sub>2</sub>	1.09 <sub>2</sub>	SO <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub>	1- 39c
3.39 <sub>2</sub>	4.25 <sub>2</sub>	2.81 <sub>2</sub>	3.97 <sub>2</sub>	3.12 <sub>2</sub>	2.59 <sub>2</sub>	1.72 <sub>2</sub>	1.51 <sub>2</sub>	M <sub>2</sub> (MgCl <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> ) <sub>2</sub>	12- 196
3.37 <sub>2</sub>	4.24 <sub>2</sub>	3.32 <sub>2</sub>	2.12 <sub>2</sub>	2.45 <sub>2</sub>	1.84 <sub>2</sub>	1.83 <sub>2</sub>	1.54 <sub>2</sub>	CaPO <sub>4</sub>	8- 497
3.31 <sub>2</sub>	4.23 <sub>2</sub>	6.95 <sub>2</sub>	3.82 <sub>2</sub>	2.88 <sub>2</sub>	2.15 <sub>2</sub>	1.96 <sub>2</sub>	1.89 <sub>2</sub>	Be <sub>2</sub> A <sub>2</sub> O <sub>4</sub> (OH)·4H <sub>2</sub> O	15- 37a
3.37 <sub>2</sub>	4.20 <sub>2</sub>	3.46 <sub>2</sub>	2.48 <sub>2</sub>	7.87 <sub>2</sub>	6.93 <sub>2</sub>	4.37 <sub>2</sub>	3.28 <sub>2</sub>	LiAlSi <sub>2</sub> O <sub>6</sub> ·H <sub>2</sub> O	14- 148
3.41 <sub>2</sub>	4.18 <sub>2</sub>	2.41 <sub>2</sub>	2.89 <sub>2</sub>	1.86 <sub>2</sub>	1.87 <sub>2</sub>	2.95 <sub>2</sub>	1.39 <sub>2</sub>	Zn(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	6- 17b
3.39 <sub>2</sub>	4.17 <sub>2</sub>	4.84 <sub>2</sub>	3.29 <sub>2</sub>	4.18 <sub>2</sub>	2.61 <sub>2</sub>	1.63 <sub>2</sub>	5.79 <sub>2</sub>	BeSeO <sub>4</sub> ·4H <sub>2</sub> O	14- 85
3.36 <sub>2</sub>	4.16 <sub>2</sub>	3.42 <sub>2</sub>	2.86 <sub>2</sub>	2.39 <sub>2</sub>	2.36 <sub>2</sub>	2.24 <sub>2</sub>	1.96 <sub>2</sub>	(CrO <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> 16Q	9- 47
3.36 <sub>2</sub>	4.16 <sub>2</sub>	2.89 <sub>2</sub>	1.14 <sub>2</sub>	8.36 <sub>2</sub>	3.85 <sub>2</sub>	2.96 <sub>2</sub>	2.44 <sub>2</sub>	InSe	12- 118
3.36 <sub>2</sub>	4.15 <sub>2</sub>	2.87 <sub>2</sub>	1.77 <sub>2</sub>	7.42 <sub>2</sub>	3.39 <sub>2</sub>	3.42 <sub>2</sub>	1.51 <sub>2</sub>	M <sub>2</sub> Zr <sub>2</sub> F <sub>2</sub> s	10- 176
3.32 <sub>2</sub>	4.15 <sub>2</sub>	3.68 <sub>2</sub>	4.13 <sub>2</sub>	4.84 <sub>2</sub>	3.78 <sub>2</sub>	3.76 <sub>2</sub>	3.39 <sub>2</sub>	(M <sub>2</sub> Al <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> 182N	18- 86
3.44 <sub>2</sub>	4.10 <sub>2</sub>	3.75 <sub>2</sub>	3.25 <sub>2</sub>	1.45 <sub>2</sub>	8.58 <sub>2</sub>	4.76 <sub>2</sub>	2.42 <sub>2</sub>	ZnSO <sub>4</sub> ·11/20H <sub>2</sub> O	18-1499
3.34 <sub>2</sub>	4.09 <sub>2</sub>	4.85 <sub>2</sub>	8.37 <sub>2</sub>	4.88 <sub>2</sub>	3.24 <sub>2</sub>	3.18 <sub>2</sub>	3.81 <sub>2</sub>	SmZrF <sub>6</sub>	18- 18c
3.35 <sub>2</sub>	4.08 <sub>2</sub>	3.59 <sub>2</sub>	3.29 <sub>2</sub>	3.85 <sub>2</sub>	2.98 <sub>2</sub>	2.59 <sub>2</sub>	2.49 <sub>2</sub>	LiClO <sub>4</sub> ·1/4 H <sub>2</sub> O	18- 72b
3.31 <sub>2</sub>	4.08 <sub>2</sub>	8.28 <sub>2</sub>	2.95 <sub>2</sub>	8.93 <sub>2</sub>	4.43 <sub>2</sub>	3.04 <sub>2</sub>	4.60 <sub>2</sub>	Ca <sub>2</sub> B <sub>2</sub> O <sub>7</sub> ·H <sub>2</sub> O	16- 498
3.35 <sub>2</sub>	4.08 <sub>2</sub>	2.91 <sub>2</sub>	2.57 <sub>2</sub>	6.71 <sub>2</sub>	2.74 <sub>2</sub>	2.52 <sub>2</sub>	2.18 <sub>2</sub>	Hg <sub>2</sub> O <sub>2</sub> ·3H <sub>2</sub> O	16- 392
3.31 <sub>2</sub>	4.06 <sub>2</sub>	8.81 <sub>2</sub>	2.56 <sub>2</sub>	2.16 <sub>2</sub>	1.65 <sub>2</sub>	4.44 <sub>2</sub>	2.66 <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> CO <sub>2</sub>	17- 244

10. ábra: Az ASTM rendszer számindexének részlete

A könyv második része a kémiai elnevezés betűsorrendbe sorolja be az anyagot A név, vagy az ásványtani név, vagy a képlet és a három legerősebb vonal  $d$  és  $l$  értékei, végül a kartonszám következnek.

Az azonosítás menete tehát a következő:

1. Diffraktométeres felvétellel táblázatos formában meghatározzuk a  $2\theta$ , a  $d$  és  $l$  értékeket.
2. A legerősebb  $d_1$  vonal alapján az Index-könyvben megkeressük azt a csoportot, amelybe  $e$  vonal tartozik.
3. E csoport második oszlopában megkeressük azokat az értékeket, amelyek egyeznek vagy legközelebb esnek az ismeretlen második legerősebb  $d_2$  vonalával.
4. Megvizsgáljuk a harmadik vonal egyezését.
5. Ha mindhárom vonal értékei jól egyeznek, kikeressük a megfelelő kartont és ha a többi adat is megegyezik, megtaláltuk a keresett anyagot.

### A laborjegyzőkönyvben beadandó

- A kiértékelt röntgenfelvétel, melyen feltüntetjük a  $2\theta$ ,  $d$ ,  $l$  értékeket.
- Az azonosított kristályos fázis(ok) nevét, és az ASTM kártya számát, melyet(ket) a meghatározáshoz használtunk.



- A röntgenfelvételen bejelöljük a kristályos fázis(ok) csúcsait.
- Az adott röntgenkészülék és felvétel mérési paramétereit ( kV, mA, sugárzás, monokromátor, szögsebesség).

## 14. *Derivatográfias vizsgálatok*

### 14.1. *Termikus elemzési módszerek*

Az anyagok hevítés hatására megváltoztatják fizikai, olykor kémiai tulajdonságaikat, amelyeket különböző készülékekkel figyelünk meg, és a változás közben regisztrált adatokból következtetünk a vizsgált fázis minőségére.

Melegítsünk kemencében állandó hőmérsékletgradiens mellett valamilyen szilárd anyagot. Ez a kemence mindenkor hőmérsékletének megfelelően folyamatosan melegszik. Az olvadásponton az anyag hőmérséklete - a folyamatos hevítés ellenére - elmarad a kemence hőmérsékletétől. Az olvadás ugyanis hőemésztő folyamat, a rendszerrel közölt hőmennyiség tehát nem arra használdott fel, hogy az anyag hőtartalma és ezzel a hőmérséklete tovább növekedjen, hanem arra, hogy az anyag megolvadjon. Ha megszerkesztjük a hevítési görbét egyenletes melegítést feltételezve, akkor az olvadás helyén egy vízszintes szakaszt találunk. Ugyanilyen hatás mutatkozik a forrás hőmérsékletén is. Leüléskor természetesen fordított irányban játszódnak le a reakciók. A hevítési és lehülési görbék azonban nemcsak a halmazállapot-változásokkal járó hőeffektusokat jelzik, hanem a szilárd halmazállapotban bekövetkező hőtartalom-változásokat is. Ilyen hőtartalom-változásokat okoznak pl. a szilárd állapotban végbemenő kristályfázis átalakulások is. Ma általánosan elterjedt vizsgálati eljárás az, hogy összehasonlító inert anyagot használnak, amelyben a szóban forgó hőmérséklet-intervallumban nem megy végbe sem exoterm sem endoterm folyamat. A kemencében hevített két anyag hőmérsékletét szembe kapcsolt hőelempárral regisztrálják. Így közvetlenül lehet mérni a vizsgálandó anyagban végbemenő endoterm és exoterm reakciókat. Ezt a módszert *differenciális termoanalitikai* (rövidítve DTA) módszernek nevezzük.



Szilárd anyagok nagy részében hő hatására tömegváltozás áll be. A tömegváltozás és annak mértéke jellemző a vizsgált anyagra. Legtöbbször kémiai átalakulások következménye pl. az anyag a levegőből oxigént vesz fel, vagy valamilyen bomlási anyag eltávozik a testből. Az eljárás, amely az anyagok hő okozta tömegváltozását vizsgálja a *termogravimetria* (TG).

### 14.2. Derivatográfias vizsgálatok

Az anyagok okozta tömegváltozását érzékeny analitikai mérlegen mérhetjük. Ez a módszer termogravimetria néven ismert eljárás. A termogravimetriát már régóta alkalmazzák főleg az analitikai kémiában, a tömegváltozások pontos megállapítására illetőleg arra, hogy a tömegváltozásokból az anyag mennyiségére következtethessünk. Hevítés hatására tömegcsökkenést vagy tömegnövekedést a leggyakrabban az alábbi folyamatok okozhatnak:

- kémiailag nem kötött víz eltávozása a rendszerből,
- kémiailag kötött víz eltávozása,
- gázleadással (CO<sub>2</sub>, SO<sub>3</sub>, stb.) járó reakciók,
- oxidációs - redukciós folyamatok,
- OH-gyököknek a kristályszerkezetből való kilépése.

Ezek a folyamatok a vizsgált rendszerre jellemző módon meghatározott hőmérsékleten mennek végbe. Az észlelt effektusok felléptéből tehát a vizsgált anyag viselkedésére, illetve jelenlétére következtethetünk.

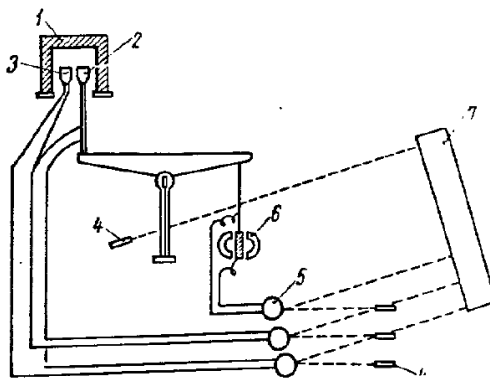
A tömegváltozás mérésére kitűnő módszerünk van: Paulik L. - Paulik J. - Erdey L.-féle derivatográf, amely a tömegváltozás mérésén kívül a DTA vizsgálatokat is elvégzi. A derivatográf egyidejűleg a következő négy görbe automatikus felvételére alkalmas: hőmérsékleti görbe (T), DTA görbe, termogravimetrikus görbe (TG), és derivált termogravimetrikus görbe (DTG). A TG görbe nagyon érzékenyen jelez minden hevítés hatására bekövetkező tömegváltozást. A DTG görbe ennek a differenciálgörbéje, a tömegváltozások részfolyamatait és azok pontos helyét még jobban kihangsúlyozza és szemléltetővé teszi, amennyiben a tömegváltozás sebességéről ad felvilágosítást. A DTA és



DTG görbék egyidejű felvétele megbízható kiértékelést tesz lehetővé és kiküszöböli azokat a nehézségeket, amelyek akkor szoktak mutatkozni, amikor a DTA és DTG görbét külön-külön készülékekkel határozzuk meg. Többek között ugyanis pl.: a felfűtési sebességet sohasem tudjuk két különböző készülék esetében olyan pontosan összehangolni, hogy a kiértékeléskor zavarok vagy pontatlanságok ne mutatkoznának. A műszer kapcsolási vázlata a 1. ábrán látható.

Az egymás mellé elhelyezett két mintatartó tégely egyikébe a vizsgálandó anyagot, a másikba a DTA felvételhez szükséges inert anyagot helyezzük. A vizsgálati anyagot tartalmazó tégely a mérleg egyik karját terheli. A mérleg másik oldalán a mérlegtányér helyett nagy menetszámú tekercs függ, amely permanens mágnes homogén erőterében az anyag hevítésekor bekövetkező tömegváltozások hatására azokkal arányos sebességgel elmozdul. A mágneses erőterben az elmozdulás sebességével arányos feszültségű áram indukálódik. Az indukált áram feszültségét megfelelő érzékenységgű galvanométerrel fotometrikan rögzítjük. A hőmérsékleteket megfelelően kapcsolt termoelemekkel mérjük és tükrös galvanométerekkel regisztráljuk. A galvanométerek a fénypontokat a fényérzékeny papírral bevont forgódobra vetítik, így a rajzolás automatikus.

A mintatartó tégelyek ezüstből, platinából vagy zsugorított alumínium-oxidból készülnek. Utóbbi különösen akkor nagyon előnyös, ha a minta anyaga vizsgálat közben meglágyul, vagy beolvad a tégelybe, vagy megtámadja a fémből készült mintatartókat.







*1. ábra: Derivatográfkapcsolási vázlata*

A készülékhez többtányéros mintatartókat is lehet használni, ami az érzékenységet megnöveli, amennyiben az anyagot vékony rétegekben lehet kiteríteni. A termoelemek mérőgömböcskáját a tégelyek alján erre a célra kialakított kis üregbe helyezzük. Ennek az az előnye, hogy a minta meglágyulása vagy megolvadása esetén a termoelem nem ragad be és a korróziós hatások ellen is védelmet kap.

A kemence felfűtésének sebességét automatikus programszabályozó állítja be. A kemence gáztere munka közben levegővel, illetve különböző gázokkal öblíthető.

A derivatográfok kétféle kivitelben készülnek: a kemencetípusoktól függően 1100 °C-ig, illetve 1500 °C-ig működtethetők. A legújabb típusú derivatográf dilatόμεteres felvételek készítésére is alkalmas.

A TG görbével egyidejűleg felvett derivált görbe nagymértékben megkönnyíti az alapgörbe értelmezését. A szorosan egymást követő folyamatok, amelyek a TG görbén egybefolynak, a derivált görbén szétválnak és jól megkülönböztethetők.

A derivatográfos görbék alapján könnyebben tudunk értelmezni, illetve ellenőrizni olyan folyamatokat, amelyek hőtartalom-változással járnak, és a DTA görbén endoterm vagy exoterm kitérés alakjában jelentkeznek. Ha pl.: egyik DTA csúcsról feltételezzük, hogy víz vagy gáz eltávozása okozza ezt a TG görbével könnyen ellenőrizhetjük, mert ebben az esetben a TG görbe tömegvesztéset jelen. Ha ez az eset nem áll fenn, akkor a DTA görbén mutatózó csúcsot másként kel értelmeznünk, pl.: szerkezeti átrendeződéssel.

A TG görbén mutatózó lépcsőmagasságok alapján mennyiségi megállapításokat is tehetünk. Ennek gyakorlati kivitele a következő. A TG görbén a DTG görbével pontosan ki tudjuk jelölni azokat a részeket, amelyeket az egyes effektusoknak tudunk alárendelni.

Pl. a 2. ábra kaolinit-tartalmú hidrargillitről készült derivatogramot mutat. A DTG görbe megfelelő csúcsai alapján a TG görbén pontosan ki lehet jelölni azt a részt (300 °C körül), amely a hidrargillit bomlásának felel meg és azt a részt (600 °C körül), amely a kaolinit



szerkezeti vízének eltávozása folytán mutatkozik. A tömegváltozási görbe milligrammokban mutatja a tömegveszteségeket. Mivel a hidrargillit 34,6 % vizet tartalmaz, 1 g tiszta hidrargillit bemérése esetén a TG görbén 346 mg tömegveszteséget olvasnánk le. Általános esetben a minta hidrargillit-tartalmát az alábbi képlettel számíthatjuk ki:

$$\text{hidrargillit \%} = \frac{l \cdot 100}{b \cdot 34,6},$$

ahol  $l$  a TG görbén leolvasott, a hidrargillit bomlásának megfelelő tömegveszteség (mg),  
 $b$  bemérés (mg).

Ugyanígy számíthatjuk ki a minta kaolinit tartalmát a kaolinit szerkezeti vízveszteségének megfelelő lépcsőből a

$$\text{kaolinit \%} = \frac{l \cdot 100}{b \cdot 13,95}$$

képlettel, mivel a kaolinit víztartalma 13,95 %.

*2. ábra: Kaolinit tartalmú hidrargillit derivatogramja*

***A laborjegyzőkönyvben beadandó:***

- a mérés leírása (ábra),
- a kiértékelt derivatogram:
  - + a TG, DTA, + DTG görbék bejelölve,
  - + a DTG görbe megfelelő csúcsa alapján a TG görbén kijelölve a tömegváltozási lépcsőt(ket) és ismerve a mérési paramétereket (bemérés, TG érték) kiszámítva az egyes lépcsőkhöz tartozó és az összes tömegváltozást (mg, m/m %-ban),
  - + a DTA görbén feltüntetve az egyes csúcsok hőmérsékletét.



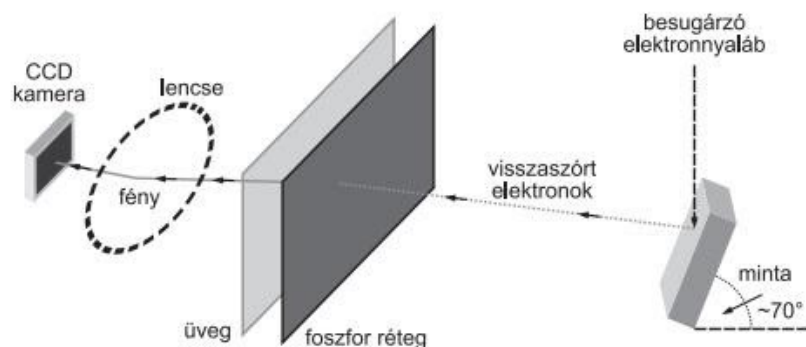
- a kapott adatok segítségével beazonosított ásvány(ok) nevét,
- a mintában azonosított ásvány(ok) mennyisége és röviden jellemezni ezen ásványokban a hevítés alatt végbement folyamatokat.

## 15. Elektronmikroszkópia

### 15.1. Fázisanalízis visszaszórtelektron-diffrakcióval (EBSD)

#### 15.1.1. Elméleti háttér

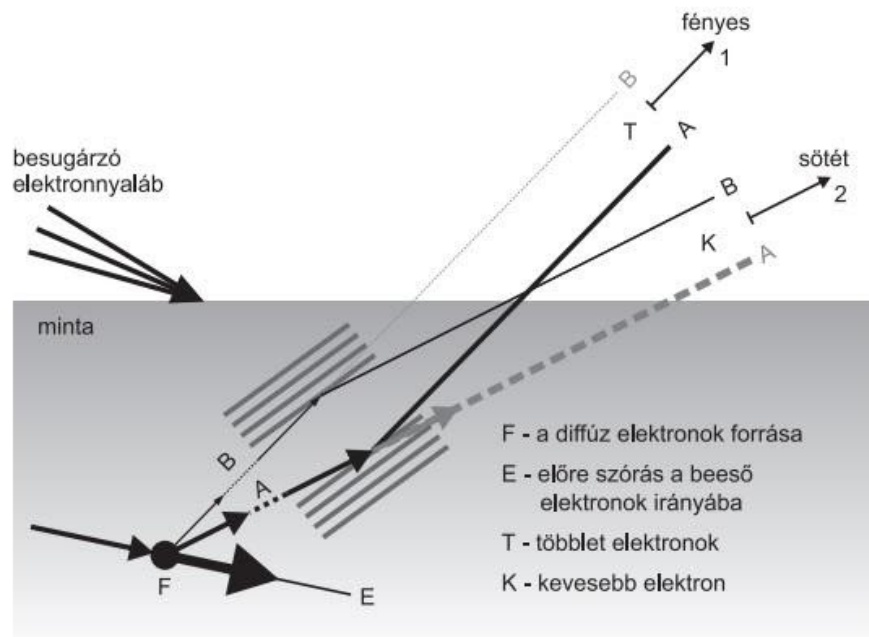
A visszaszórtelektron-diffrakció (angolul Electron Backscatter Diffraction, EBSD) fontos eszköz az anyagok kristályszerkezetének feltárásához. A kristályorientáción kívül kristályrendszert, szemcseméretet, fázisokat, fáziseloszlásokat, textúrát, beépült feszültséget határozhatunk meg, és még sok egyéb szerkezeti információt nyerhetünk vele a pásztázó elektronmikroszkópban. Hasznosságát nem lehet eléggé hangsúlyozni: a fémipartól a félvezetőiparig, geológiától a kerámiaiparig nagyon sok területen "alkalmazzák, hiszen egyes anyagok felhasználhatóságát szerkezeti tulajdonságaik erősen meghatározzák." Az EBSD meglehetősen új módszer. Az első kereskedelmi berendezés a 90-es években jelent meg. A visszaszórtelektron-diffrakció készítésekor a pásztázó elektronmikroszkópban álló nyalábbal besugározzuk a vizsgálandó mintát, amely a vízszinteshez képest kb.  $70^\circ$ -kal van megdőntve. Üvegre felvitt foszforképernyőn vagy YAG-kristályon megkapjuk a besugárzott pontban lévő anyag diffrakciós képét (1. ábra), amelyet egy csatoló optika továbbít a CCD-kamera felé.



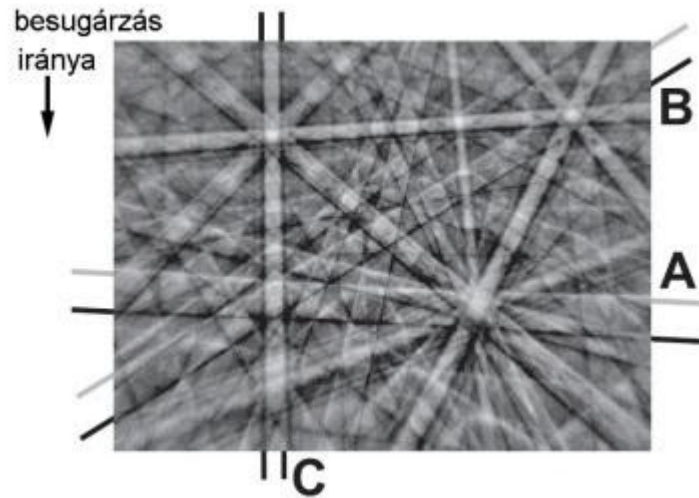
1. ábra: A visszaszórtelektron-diffrakció (EBSD) felvételének sémája



A kristályszerkezeti információkat 100 nm-nél jobb felbontással kapjuk a vizsgált területről a diffrakciós kép kiértékelésével. Az elektronnyaláb továbbléptetésével újabb pontokról kaphatjuk meg ezeket az információkat, amelyek végül összesítve térképek formájában jeleníthetők meg. Az elektronvisszaszórás diffrakció (EBSD) keletkezésének feltétele, hogy a mintában először diffúz, azaz rugalmatlanul szórt elektronok jöjjenek létre (2. ábra). A szórt elektronok ezután a Bragg-egyenletnek ( $n\lambda = 2d \sin\theta$ ) megfelelően hajlanak el a minta rácssíkjain. Normál körülmények között a Kikuchi-sávot két sötét vonal határolja, és a sáv belseje világosabb. Ez azonban nem törvényszerű. Amennyiben az F pontban (2. ábra) a szórás nem izotróp, akkor az A és B pontba különböző intenzitású elektronnyaláb jut, és a sáv egyik széle világos, a másik sötét lesz (A és B vonalpár a 3. ábrán).

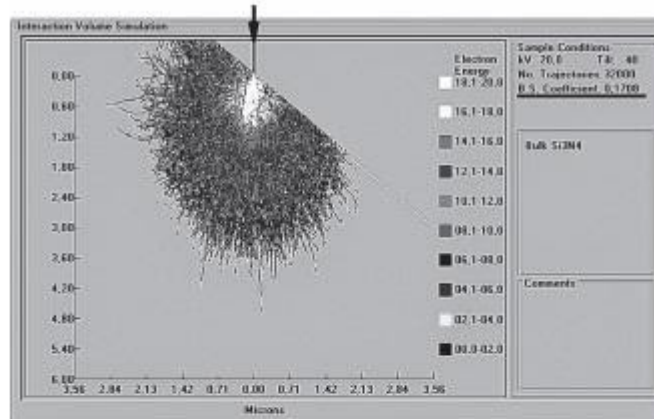


2. ábra: A visszaszórtelektron-diffrakciós kép létrejöttének magyarázatához

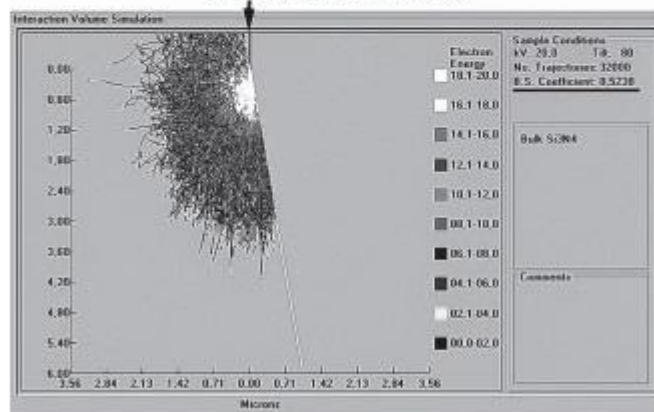


3. ábra: Kikuchi-sávok az EBSD-ben

A besugárzás irányába eső vonalpárt (3. ábrán C) viszont mindkét szélén sötét vonal határolja, mert az előreszórás izotróp. A diffraktált elektronok közül csak a minta felszíne alatt lévő 10–50 nm vastag rétegből tudnak kijutni az elektronok és hozzájárulni a diffrakciós képhez. Miért éppen  $70^\circ$  körüli értékkel döntjük meg a mintát? Monte-Carlo-szimulálás segítségével meghatározták ( $\text{Si}_3\text{N}_4$  minta, 20 kV-os gyorsítófeszültség), hogy a minta  $40^\circ$ -ról  $80^\circ$ -ra való döntéskor a program által számolt visszaszórási koefficiens 0,1708-ról 0,5238-ra nő. Ez az EBSD-kép intenzitása szempontjából kedvező. Valamint a szóban forgó döntéssel a reflektáló felület a detektor irányába kiszélesedett, ezzel romlik az analízis térbeli felbontóképessége. A kb.  $70^\circ$ -os mintadöntés biztosítja a legjobb kompromisszumot az EBSD intenzitása és a mintában való térbeli felbontás között (4. ábra).



a) 40 fokos mintadöntés



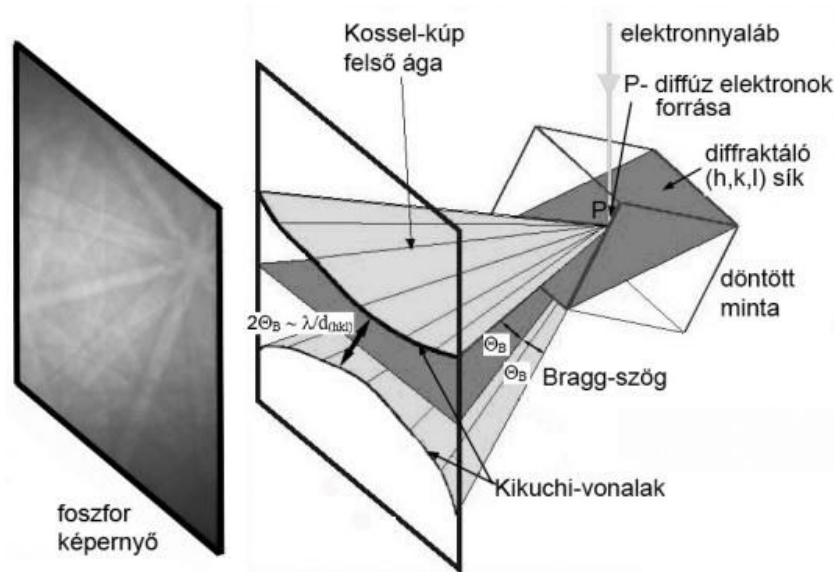
b) 80 fokos mintadöntés

4. ábra: A minta döntésének hatása a visszaszórásioefficiensre és az EBSD térbeli felbontására (Monte-Carlo szimuláció)

Több feltételnek kellett teljesülni ahhoz, hogy a módszer a gyakorlatban könnyen és jól használható legyen. Ezek közé tartozik a téremissziós pásztázó elektronmikroszkóp keskeny elektronnyalábja, tiszta vákuuma, a digitális technika, a CCD-kamerák, számítógépes hardver és szoftver, és az automatikus mérés és kiértékelés lehetősége. Amíg nem volt CCD-kamera, addig kevésbé érzékeny analóg videókamerával vették fel a képeket, a kiértékelése pedig kézzel történt. A jelenlegi nagysebességű, számítógép-vezérelt, automatikus kiértékelés tette lehetővé a módszer elterjedését. Az EBSD-kép jobb megértéséhez tekintsük az 5. ábrát, amely azt szemlélteti, hogy a reflektáló kristálysíkok két oldalán a Bragg-reflektált elektronok két ( $180^\circ - 2\Theta_B$ ) nyílásszögű,



ún. Kossel-kúpot alkotnak. (Mint ahogy 20 kV-on  $\lambda$  hullámhossz  $\sim 0,0086$  nm,  $d_{hkl}$ -re 1 nm-t feltételezve  $\sin 2\Theta_B \sim 2\Theta_B = \lambda/d_{hkl} = 0,0086$ , azaz a Kossel-kúpok nyílásszöge közel  $180^\circ$ .)



5. ábra: Az EBSD keletkezésének újabb vázlatja, Lloyd adaptációja

Ennek a két kúpnak egy-egy részletét torzítva látjuk az 5. ábrán, a valóságban a képernyőre való vetülete már egyenesnek látszik. Ezek a Kikuchi-vonalak. Ha a kis szögekre vonatkozó  $\sin 2\Theta_B \sim 2\Theta_B$  helyettesítést elvégezzük a Bragg-egyenletben, akkor látszik, hogy a Kikuchi-sávot alkotó két párhuzamos vonal távolsága fordítottan arányos azon rácssíkok távolságával, amelyekből a Kikuchi-sáv keletkezett. A diffrakciós technika megértéséhez, a felvételek kiértékeléséhez szükséges ismernünk a sztereografikus és a gnomonikus vetítést.

### Sztereografikus vetület

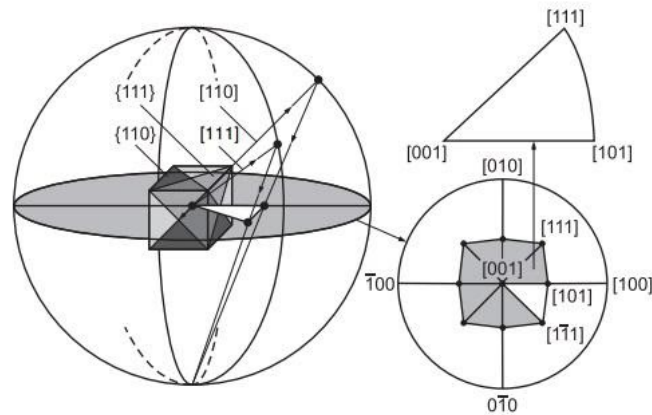
A sztereografikus vetület készítésének értelme az, hogy a háromdimenziós kristályt két dimenzióban szemléltethessük. A sztereografikus vetület fontos tulajdonsága, hogy szögtartó, azaz a kristálysíkoknak az egymással bezárt szögei a vetületben nem torzulnak el és a sztereografikus vetület alapkörén leolvashatók. A szögtartás következménye, hogy a kristály szimetriaviszonyait pontosan tükrözi. A sztereografikus vetület készítésének első lépése a gömbvetület létrehozása. A 6. ábra szerint az ábrázolandó kristályt vegyük körbe egy gömbbel,







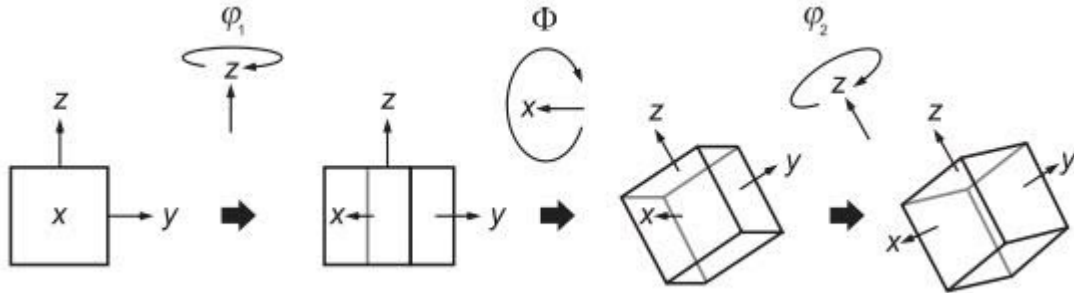
angol kifejezésnek felel meg a mintához kötött koordináta-rendszerben.) Magyarul a mintára merőleges normálist, a minta keresztirányát és a minta hosszával egybeeső irányt jelentik.



8. ábra: A standard sztereografikus háromszög létrehozása

Az inverz pólusábrának van egy szépséghibája, éspedig az, hogy a tér három iránya közül egy mindig meghatározatlan marad abban az értelemben, hogy egy tengely körül a kristályok tetszőleges pozíciót vehetnek fel anélkül, hogy az inverz pólusábrára hatást gyakorolnának. Ezért a teljes jellemzést három szöggel, az ún. Euler-szögekkel végzik el, és a három Euler-szöget pontosabban lehet a képbe való transzformáláskor használni, mint a pólusábra két koordinátáját. Egy szilárd testet bármely orientációba át lehet vinni három forgatással. Az anyagtudományban a krisztallográfiai textúra (kitüntetett orientáció) leírható az Euler-szögekkel. A polikristályos anyagban az egyes szemcsék helyzete pontosan meghatározható a három Euler-szöggel (9. ábra). Ezekre többféle jelölési mód van, az ábrán a Bunge-tól származó jelölés látható.



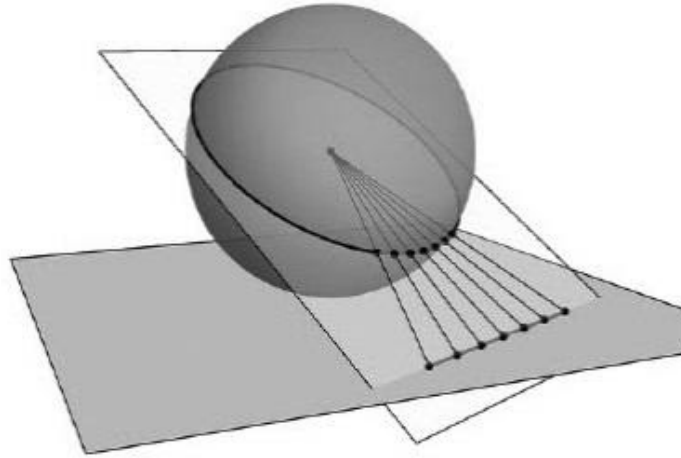


9. ábra: A három Euler-szög a Bunge-féle jelölés szerint:  $\varphi_1$  és  $\varphi_2$  a z tengely körüli forgatást,  $\Phi$  az x tengely körüli forgatást jelent

Annak ellenére, hogy az Euler-szögek pontosabban írják le az egyes kristallitok helyzetét, az irodalomban gyakrabban találkozunk az inverz pólusábrás ábrázolással, mint az Euler-szögek segítségével készült orientációs térképezéssel.

### Gnomonikus vetület

A sokféle vetítési eljárás közül a gnomonikus vetület történelmileg a legrégebbi. Úgy tartják, hogy Thalész fejlesztette ki az i. e. 6. évszázadban (a gnomon a napóra árnyékvetője). A gnomonikus vetítésnél a gömb egy érintő síkjára vetítjük a gömb felületén lévő pontokat úgy, mintha a vetítő fényforrás a gömb középpontjában lenne (10. ábra). Az EBSD-kép maga a minta kristálysíkainak gnomonikus vetülete, ami nem véletlen, mert a minta besugárzott pontjából egy gömbhullám indul ki, amiből az intenzitás-szelekciót a reflektáló síkok végzik el. A képernyőn ennek a kétdimenziós vetülete látható. A gömb főköréit egyenesbe viszi át a gnomonikus vetítés. Miként a sztereografikus vetítésnél, az egymást metsző síkok szögei a vetítés után is torzítatlanul megmaradnak.



10. ábra: Gnomonikus vetítés

### 15.1.2. Az EBSD-kép kiértékelése

Az EBSD analízise információt ad a vizsgált pontban:

- a kristályrács szimmetriájáról (azaz hogy a gerjesztési térfogaton belüli anyag a 7 kristályrendszer melyikéhez tartozik),
- a kristályrács orientációjáról,
- a kristályrácsban lévő atomok távolságáról a Kikuchi-sávok szélessége és intenzitása révén,
- a kristályrácsban lévő síkok közötti szögekről a képen lévő sávok közötti szögek mérése által.

Ahhoz, hogy ezekhez az információkhoz hozzájussunk, „indexelni” kell az EBSD-felvételeket. Indexek alatt itt a Miller-indexeket értjük. Egy EBSD-képet akkor tekintünk kiértékeltnek, ha meghatároztuk a besugárzott térfogatban lévő anyag orientációját és fázisát. Az indexelés folyamatában meg kell határozni a sávok helyzetét, a sávok közötti szögeket, összehasonlítani az elméleti értékekkel és meghatározni a fázisokat. A legnagyobb nehézséget a sávok meghatározása jelentette: nehéz kézi munka volt mindaddig, amíg a Hough-transzformációt nem kezdték használni erre a célra. A Hough-transzformáció egy olyan képanalízis-eljárás, amelynek segítségével a Kikuchi-vonalakat automatikusan fel lehet ismerni a képen. A módszer



A felsőfokú oktatás minőségének és  
hozzáférhetőségének együttes javítása a  
Pannon Egyetemen  
EFOP-3.4.3-16-2016-00009



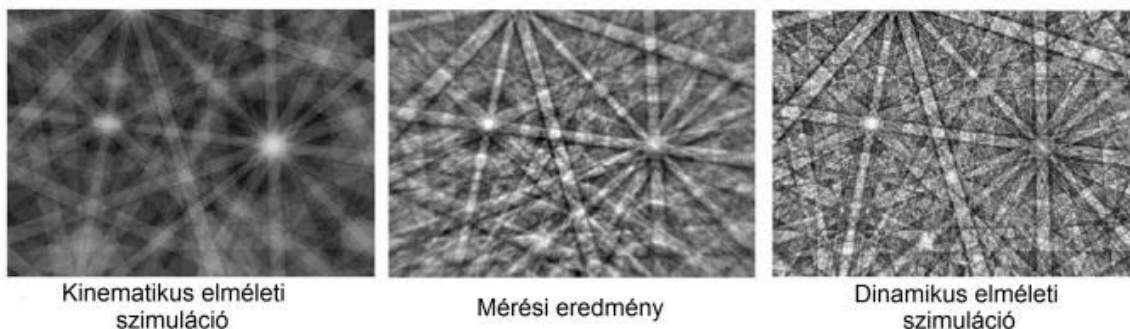
ennél sokkal többre képes, mert nemcsak egyeneseket, hanem minden olyan formát (kör, ellipszis stb.) felismer, amely paraméteres függvénnyel leírható. A Hough-transzformáció eredete 1959-re nyúlik vissza, amikor a magfizikában ködkamra-felvételek kiértékelésére alkalmazták. Azt a változatot, amelyet jelenleg használnak és a derékszögű koordináta-rendszerből polárkoordináta-rendszerbe transzformál, csak 1972-ben fejlesztették ki. Az EBSD gyakorlatába viszont csak 1994-ben került be, és óriási előrelépést jelentett a kiértékelésben. Az EBSD-mintában lévő Kikuchi-vonal a polárkoordináta-rendszerben ( $r$ ,  $\theta$  paraméterek) egy pontnak felel meg. Az EBSD-mérés (gnomonikus vetítés) a síkot vonalba viszi át, az ezt követő Hough-transzformáció pedig a vonalat pontba viszi tovább. Így könnyebb a kristálysíkokat azonosítani és helyzetüket meghatározni számítógépes úton. A modern programok szimulálni tudják a lehetséges EBSD-képeket a vizsgált pont kémiai összetételének ismeretében. A lehetséges struktúrák adatai lehetőleg előre a számítógépben vannak. A program összehasonlító vizsgálatot végez a mért anyag diffrakciós képével, és a legjobban illeszkedő szerkezetet választja ki. Ha az összetétel eleve nem ismert, akkor energiadiszperzív röntgenspektrométer segítségével meghatározzák a mintát alkotó elemeket, és ez már elég segítség az EBSD-kiértékelő szoftvernek. Kétféle szimulálást alkalmaznak: az egyik kinematikus elmélet, a másik a pontosabb dinamikus elméleten alapul. A kinematikus elmélet csak rugalmas szórást tételez fel, és a diffrakciós kép létrejöttét három szórási folyamat eredményének tekinti: az atomokon, az elemi cellán és a kristályrácson való szórás eredményének. A pontosabb dinamikus szóráselmélet többszörös és rugalmatlan szórást is figyelembe vesz kvantummechanikai alapon. A 11. ábrán láthatjuk, hogy egy kísérletileg felvett diffrakciós kép milyen mértékben egyezik a kinematikus szórás, illetve a dinamikus szórás alapján szimulált képpel. A mért intenzitások egyezése a dinamikus szimulációéval jobb, mint a kinematikus szimulációval kapottal.

H-8200 Veszprém, Egyetem u.10.  
107

H-8201 Veszprém, Pf. 158.  
Telefon: (+36 88) 623-515  
Internet: [www.uni-pannon.hu](http://www.uni-pannon.hu)



**BEFECTETÉS A JÖVŐBE**



11. ábra: Hematit  $Fe_2O_3$  20 kV-on mért és számítógéppel szimulált EBSD változatai

A számítógépes szimuláló programoknak szükségük van az ún. Powder Diffraction File adataira, amelyet korábban a Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS), újabban az International Centre for Diffraction Data (ICDD) ad ki. A Powder Diffraction File többek között tartalmazza a kristálysíkok  $h$ ,  $k$ ,  $l$  indexét, a hozzájuk tartozó rácssík-távolságot és a reflexiók relatívintenzitását. Az EBSD-szimuláló programoknak szükségük van ezekre az adatokra.

Az EBSD egyik nagy előnye a többi diffrakciós eljáráshoz képest a már említett automatizálhatóság és a gyorsaság. A gyorsaság a CCD kameráknak is köszönhető, amelyek felveszik a képet a számítógépes feldolgozáshoz. A számítógép többnyire nem menti el a képet, hanem előbb kiértékeli és a kinyert információkat menti el, mint pl. a mért pont koordinátáit, a rácssík-távolságokat, Euler-szögeket, intenzitásokat stb. Az EBSD-kép kiértékeléséhez szükség van az elektronmikroszkóp adataira, a gyorsítófeszültségre, a minta és detektor pozíciójára. Régen a kalibrálást ismert anyagú és orientációjú egykristályon (pl. szilíciumon) végezték, de manapság olyan automatikus eljárások vannak forgalomban, amelyek egy ismert összetételű mintán pontosan meg tudják határozni a diffrakciós kép középpontját, a mintának a képtől való távolságát.

### 15.1.3. Az EBSD-képek információ tartalmának megjelenítése

Az EBSD-ből nyerhető fázis- és orientációinformációk ugyanúgy térképszerűen ábrázolhatók, mint az elektronsugaras mikroanalízisben nyert eleminformációk. Ennek kapcsán az irodalomban



A felsőfokú oktatás minőségének és  
hozzáférhetőségének együttes javítása a  
Pannon Egyetemen  
EFOP-3.4.3-16-2016-00009



találkozhatunk az orientációs mikroszkópia (Orientation Imaging Microscopy, OIM) elnevezéssel is (ORIENTATION MAPPING). A diffrakciós képek különböző tulajdonságait, mint pl. az intenzitás, kontraszt, a Kikuchi-sávok élessége, zaj stb. meg lehet határozni a Hough-transzformáció segítségével, és két dimenzióban térképként ábrázolni. Ezek kiegészítik a fázis és orientáció meghatározását, és olyan járulékos információkat szolgáltatnak a felhasználónak, amelyek egyébként rejtve maradnának a szem előtt. Ilyen például a mintában lévő feszültség, a kristálytanilag megkülönböztethetetlen fázisok szétválasztása és a mérés pontosságának megbecslése. Egyik gyakori térképezési mód a sávkontraszt térképezése (band contrast mapping). Ekkor a Hough-transzformáció segítségével kapott sávintenzitásokat ábrázolják 256 szürkeségi fokozatban a diffrakciós kép átlagintenzitásához viszonyítva. Az így nyert képek nagyon hasonlítanak az „igazi” visszaszórtelektron-képekre, és a szomszédos szemcsék orientációs különbségére érzékenyek. A Hough-transzformációból kinyerhető a Kikuchi-vonalak éleinek meredeksége is. Ennek a paraméternek a segítségével történő térképezés (band slope mapping) a beépült feszültségre érzékeny. Abban az esetben, ha több paramétert használnak térképezésre, mint a három Euler-szög vagy a pólusábra adatai, akkor piros, zöld, kék szinkombinációt alkalmaznak a szürkeségi fokozatok helyett. Meg kell még említeni, hogy a Hough-transzformációból vett adatok jól használhatók a szemcsék és szemcsehatárok térképezésére. Külön jeleníthetők meg a kis szögű ( $< 10^\circ$ ), nagy szögű ( $> 10^\circ$ ) és ikerszemcse-határok. A diffrakciós kép minősége (image quality, IQ) mint fogalom a Kikuchi-sávok intenzitásának mértéke, a Hough-transzformáció segítségével számítható. Ha egy kristály deformált, akkor ez a diffrakciós képen a Kikuchi-sávok elmosódásában nyilvánul meg. Úgy találták, hogy a Kikuchi-sávok kontrasztja és élessége növekvő deformációval csökken. Konkrét alkalmazási példa az acél, amelyben a ferritet, martenzitet és bainitot krisztallográfiailag nem lehet megkülönböztetni. De minthogy a martenzitben és a bainitban nagyobb a diszlokáció-sűrűség, mint a ferritben, a ferritet a jobb minőségű diffrakciós kép alapján külön lehet választani a martenzittől és a bainittől.

H-8200 Veszprém, Egyetem u.10.  
109

H-8201 Veszprém, Pf. 158.  
Telefon: (+36 88) 623-515  
Internet: [www.uni-pannon.hu](http://www.uni-pannon.hu)

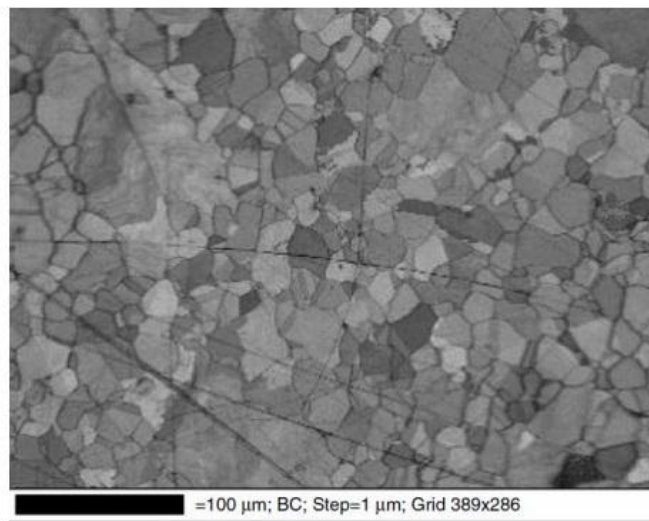


**BEFEKTETÉS A JÖVŐBE**



#### 15.1.4. Követelmények a minta felületével szemben

A minta felszínének nagyon jó minőségűnek, simára polírozottnak kell lennie. Az amorf vagy egyéb szennyező rétegek eltávolítására kémiai maratást vagy ionsugaras porlasztást lehet alkalmazni. Bár a nagy energiájú (10 keV) ionbesugárzás létrehozhat zavaró amorf felületi réteget a vizsgálandó kristályos minta felszínén, de ezt alacsony energiás (100 eV-os) porlasztással el lehet távolítani. A felületi szennyeződés megnyilvánul a Kikuchi-vonalak kiszélesedésében, majd eltűnésében. A FESEM többek között úgy járult hozzá az EBSD fejlődéséhez, hogy jobb vákuum van benne, mint a konvencionális volfrámkatódú SEM-ben, ezáltal a minta felületének szénzennyezése is kisebb. Az EBSD kombinálható a mikroszkópon belüli ionsugaras vékonyítással (fókuszált ionsugár, FIB) és a rétegenként felvett orientációs vagy egyéb információkat háromdimenziós formában jelenítik meg.



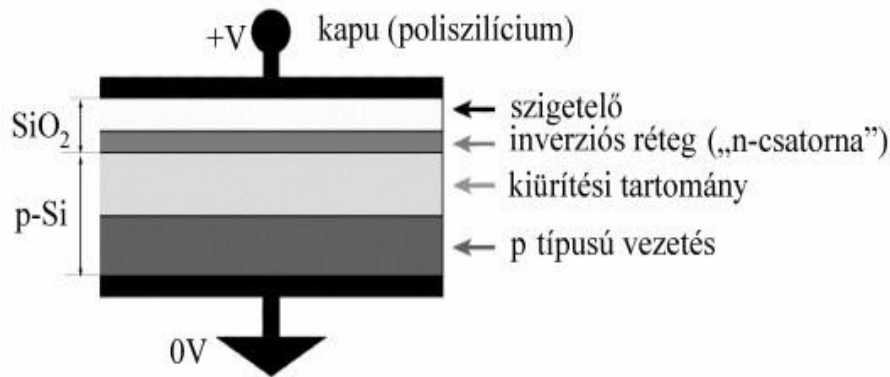
12. ábra: Sávkontraszt térképezés Ni szuperötvözetén

#### 15.1.5. CCD kamera

Az EBSD egyik fontos kelléke a CCD-kamera, amely képrögzítésre és képfeldolgozásra használható. A CCD-kamerák használata előtt vákuumcsöves videokamerákkal rögzítették a képeket, de ezek tudása messze elmaradt a jelenlegi CCD-kamerákétól, a SEM-EBSD-hez használt kamerák kisebb pixelszámúak (2 megapixel). A CCD-chip több részből épül fel:

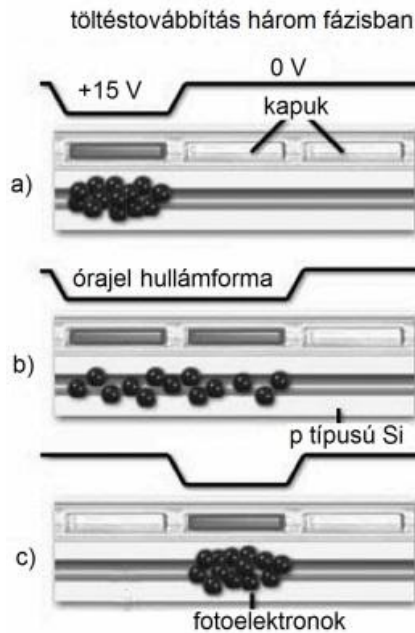


érzékelő, kiolvasó, erősítő, analóg-digitál konverter. Érzékelője egy MOS-kondenzátor (fém-oxid-félvezető, angolul metal-oxid-semiconductor, MOS) a 13. ábrán látható.



13. ábra: A CCD érzékelője a MOS-kondenzátor

A MOS rövidítésben a metal szó félvezető lehet, mert a kezdetben alkalmazott alumínium kapuelektrodát fényre átlátszó ( $\lambda > 400$  nm) polikristályos szilícium (más néven poliszilikon) váltotta fel. Az oxid „O”betűje sem állja már meg gyakran a helyét, mert bár az ábrán szilícium-dioxidot mutatunk, helyét sokszor átveszi más, a SiO<sub>2</sub>-nél nagyobb dielektromos állandójú anyag (ún. „high k” anyag). A 13. ábrán látható töltéseloszlás kis feszültségek esetén áll fenn. Ha a kondenzátort fényérzékelésre akarjuk használni, akkor megemeljük feszültséget pl. +15 V-ra. A beérkező fotonok energiája elektron–lyuk pár képzésére fordítódik a p típusú Si kiürített zónájában. A keletkező töltéshordozó párok száma arányos a beeső fotonok számával. Az alkalmazott feszültség hatására a 13. ábrán vázolt p típusú szilíciumban az elektronok felfelé a kapu irányában, a lyukak pedig lefelé a szubsztrátum irányában mozdulnak el. A kapu alatt a szilíciumban egy potenciálgödör keletkezik, amely a fény hatására lassan megtelik elektronokkal.



14. ábra: Töltéstovábbítás a CCD-ben az órajellel vezérelt feszültséggel

A CCD-chipen a fenti MOS-kondenzátorok 3–15 mikrométer méretű érzékelőket képeznek, és mátrix formában vannak elrendezve. A mátrix egyes elemeit sorosan, időben egymás után ürítik ki. Még a chipen történő erősítés után az erősítő kimenetén analóg feszültségjel jelenik meg, majd a jelet analóg–digitál konverterek segítségével alakítják át feldolgozásra alkalmas digitális formába. Ezt követően az érzékelő felszínt elektronikusan lezárják és teljesen kiürítik a következő exponálás előtt. A kiolvasási folyamat 20–40 MHz frekvenciával történik. A CCD-detektor fő jellemzői: az időbeli és térbeli felbontás, a fényintenzitás-felbontás (a dinamikus tartomány) és jel/zaj viszony. Ezek ismerete azért fontos, mert a mérésnél a vizsgálónak tudni kell, hogy gyakran egy paraméter csak egy másik paraméter rovására állítható be.

Az igazán gyors CCD-chipek kevés képpontot (640×480) tartalmaznak, míg a nagy érzékenységű kamerák több képpontból (1600×1200) állnak, ezért lassabbak. A sebességbeli különbség abból adódik, hogy a képpontok kiolvasása időt vesz igénybe. Különböző mátrixstruktúráknak köszönhetően van olyan CCD (kevesebb érzékelő képponttal, több kiolvasó pixellel), amely sokkal gyorsabban olvassa ki a jelet, mint a másik, az előzővel azonos képpontszámú (benn több érzékelő, kevesebb kiolvasó pixel van). Mindezt az árát kell





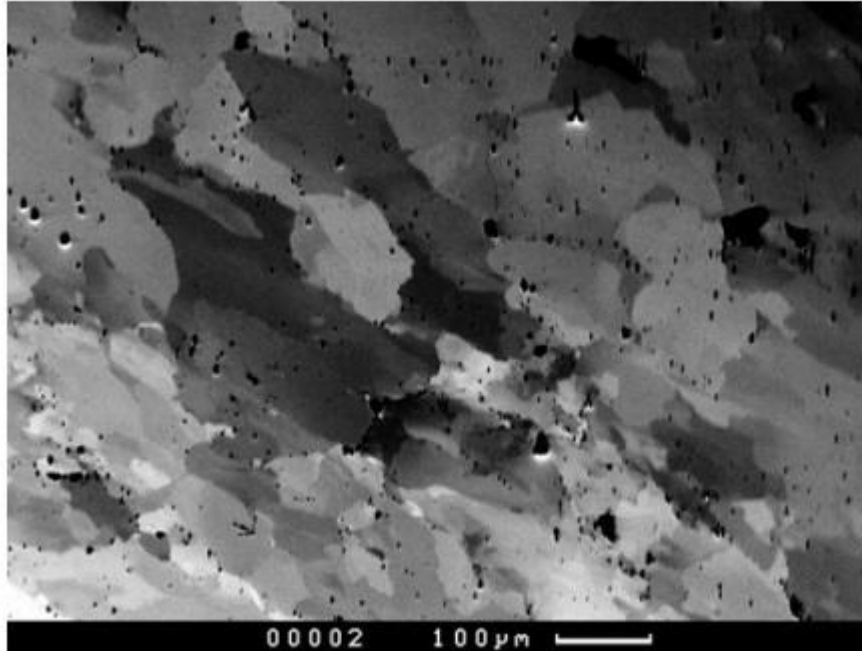
fizetnünk, hogy kevesebb elektront detektálunk, kisebb az érzékenység és szűkebb a dinamikus tartomány. Itt kell megismerkednünk a „pixel binning” fogalmával, amely arra utal, hogy túl alacsony jelintenzitás esetén „pixeleket egybecsomagolhatunk”. Más szóval egy  $2 \times 2$  vagy  $3 \times 3$  képpontnyi terület intenzitását integráltan detektáljuk. (Az integrálás mértéke lehet akár  $20 \times 20$  pixel is, a vizsgálóegyén beállításától függ.) Ez az intenzitásnyereség a térbeli felbontás rovására történik, finomabb képrészletek eltűnnek. Mégis használják olyan esetekben, amikor binning nélkül egyáltalán nem kapnánk diffrakciós képet, vagy amikor a felvétel sebességét növelni kell. A gyors kamerák kb. 200 kép/s sebességgel dolgoznak, de ez a sebesség „dobozolással” (binning) akár 1000 kép/s-ig növelhető. Az EBSD-nél sok esetben a nagy sebesség alapvető igény, mert az elektronmikroszkóp besugárzó nyalábjába pontról pontra megy, és nagyon sok különböző orientációjú apró kristály jellemzése lehet a feladat. A nagy felbontású kamerák (2 megapixel) olyan esetekben nélkülözhetetlenek, amikor nagyon alacsony a fényintenzitás az EBSD irányába, pl. alacsony rendszámú elemekből álló mintáknál, kis besugárzó áram (pl. 5 pA) vagy alacsony gyorsítófeszültség (pl. 5 kV) alkalmazásakor. A vizsgálatoknál többnyire az a cél, hogy lokálisan minél kisebb térfogattól tudjuk a kristályszemcsék orientációját és fázisát meghatározni. A térbeli felbontás annak mértéke, hogy milyen finom részleteket lehet megkülönböztetni a képeken; ez függ az érzékelő és a képpontok méretétől, végső soron a képpontok számától. Ugyanakkor az elektronmikroszkóp paraméterei és beállítása is nagyon fontos: a jó térbeli felbontás feltétele a kis nyalábátmérő (FESEM volfrámkatódú SEM helyett), kis minta, kis munkatávolság, a minta megfelelő dőlési szöge. Ha nem pontanalízisben, hanem területi analízisben gondolkozunk, akkor a kis nyalábléptetés is előfeltétel. 20 nm-es szemcsék jó képet adnak, ha 5 nm-es lépésközzel mozgatjuk a mintát. Az elektronmikroszkóp gyorsítófeszültségének csökkentésével is javítható a laterális felbontás. Az EBSD-hez általában 15–30 kV gyorsítófeszültséget alkalmaznak. A feszültség csökkentésével (pl. 5 kV) nő a hullámhossz, ezért nő a Kikuchi-sávok szélessége, és a gerjesztési térfogat csökkenése is kedvezően hat. Mégis nehezen járható ez az út a felbontóképesség javításához, mert a feszültség csökkentésével nagyon erősen csökken az EBSD intenzitása és kontrasztja. Az EBSD laterális felbontása jelenleg 10–20 nm. A dinamikus tartomány a képernyőn megkülönböztethető szürkeségi fokozatok számával, az időbeli felbontás pedig a másodpercenként felvehető képek számával jellemezhető. A dinamikus tartományt



meghatározza, hogy egy-egy képpont hány bit „mélységű”. 8 bit mélység  $2^8 = 256$  szürkéségi fokozatnak felel meg. A jel/zaj viszony meghatározza, hogy finom képrészletek mennyire tűnnek elő a háttérből. A zaj a detektor hűtésével csökkenthető. Termoelektromos, Peltier-elemmel működő hűtést alkalmaznak, amely a környezetnek képest akár 70 °C-os hőmérsékletcsökkenést is elérni tud. Az EBSD-ben nemcsak a zaj, de a háttér is zavar, ezért a jelfeldolgozás egyik első lépése az, hogy a háttérrel levonják, amit az analízis előtt méréssel meghatároztak. A CCD-kamerák jellemzésénél találkozhatunk még a kvantumhatásfok (Quantum Efficiency, QE) fogalmával. Ez a szám azt mutatja, hogy a detektor a beérkező fényt milyen hatásokkal konvertálja elektronokká. A CCD-be érkező zöld fényre vonatkozóan ez az érték 60% körül van, de ha a CCD-chipben kapuelektrodként fényre átlátszó ón-oxidot alkalmaznak poliszilícium helyett, akkor a kvantumhatásfok 80%-hoz közelít.

#### 15.1.6. Előreszórtelektron-detektorok

Az előreszórtelektron-detektorok (Forward-scattered Detector, FSD) olyan közönséges diódadetektorok, mint a félvezető alapú visszaszórtelektron-detektorok. Az EBSD foszforképernyője alá erősítenek belőlük egyet vagy hármat, attól függően, hogy szürkeárnyalatos vagy színes képet szeretnének bemutatni. Ezeknek az a jelentőségük, hogy míg a foszforképernyőn diffrakciós ábrákat látunk, addig a vizsgálandó minta felszínét a szokásos képi üzemmódban megfigyelhetjük (15. ábra).



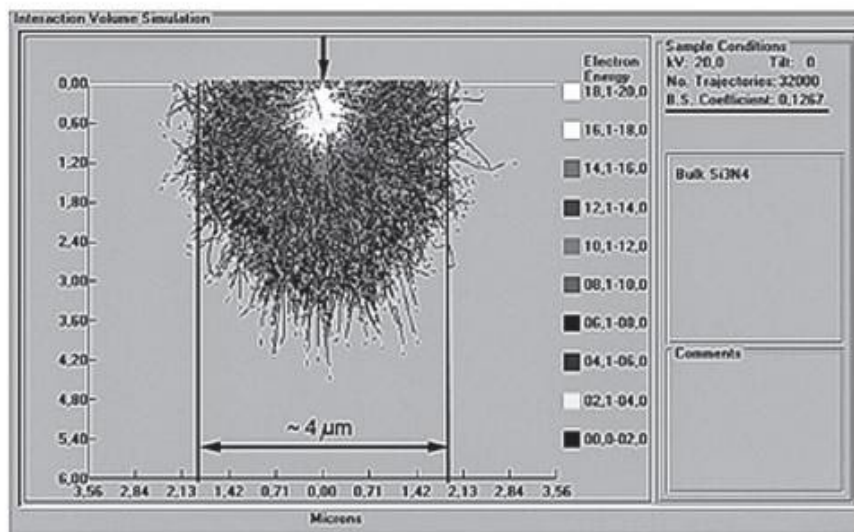
15. ábra: Kvarcit képe előreszórtelektron-detektorral felvéve

A kép milyensége erősen függ a detektor pozíciójától, ezért ha három FSD-t alkalmaznak, akkor mindegyikhez külön színekkel rendelnek (piros, kék, zöld), és a hármat keverve jelenítik meg egy képen. Igazából az EBSD-detektor is használható lenne diffrakciós kép helyett topográfiai kép felvételéhez, de egy félvezető diódának jobb a hatékonysága erre a célra, mint az EBSD-detektoré az elektron–fény konverzió után. Továbbá ha az EBSD-detektorral felvett diffrakciós képet elmentenék (amit a sok gigabájt adat miatt nem tesznek meg, csak a belőle kinyert információkat), akkor abból is kinyerhető egy olyan kép, amely a minta topográfiáját, rendszámkontrasztját mutatná. Ehhez sok számítógép-memóriára lenne szükség, és más EBSD-paraméterekre, amelyek a képre és nem a diffrakciós képre vannak optimalizálva. A képre optimalizált beállításokból nem nyerhetők indexelésre alkalmas diffrakciós adatok. 2015-ben jelent meg az első olyan cikk (W. RIGHT 2015), amely az EBSD-detektort virtuális előreszóró detektorként használja.

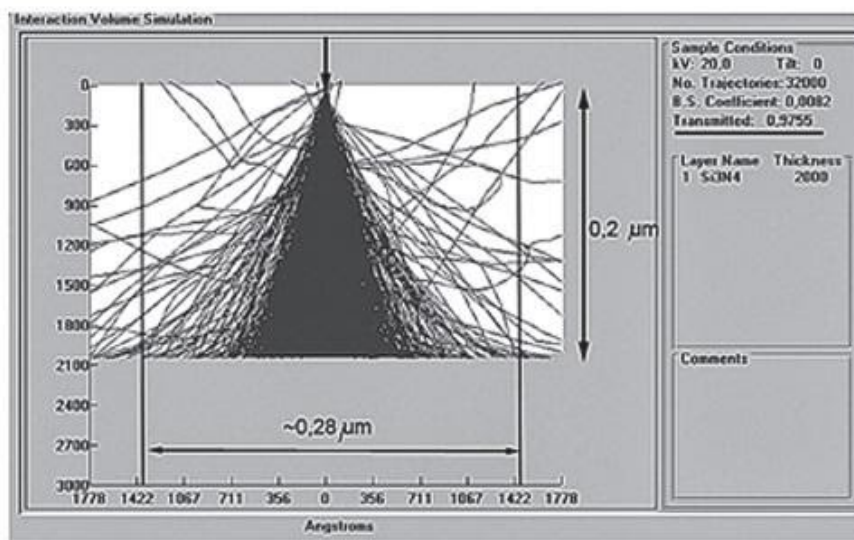


### 15.1.7. Kikuchi-transzmissziós diagram

Az EBSD laterális felbontása drasztikusan javítható oly módon, hogy tömbminta helyett vékony mintát vizsgálunk transzmisszióban, mert ekkor a tömbanyagra jellemző erős szórás nem szélesíti ki a besugárzó elektronnyalábot (16. ábrát). A 12. ábránál mutatott Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-nél és a 20 kV-os gyorsítófeszültségnél maradván a 16. ábrán azt láthatjuk, hogy a besugárzó nyaláb kiszélesedése legalább tízszer kisebb, ha 0,2 μm vastag mintát vizsgálunk transzmisszióban. Ugyanakkor a transzmittált elektronok hányada 0,9755, szemben a 70° alatt döntött tömbanyagú minta 0,3785 visszaszórási koeficiensével. Ez más szóval azt jelenti, hogy transzmisszióban nemcsak a laterális felbontóképességet növeljük meg több mint egy nagyságrenddel, hanem a CCD-kamera által érzékelt elektronok intenzitását is mintegy 3-as faktorial.



a) Tömbanyag



b) Vékony minta

16. ábra: A kölcsönhatási térfogat összehasonlítása tömbanyagú (a) ábra) és 0,2 μm vastagságú Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> mintán (b) ábra) 20 kV-os gyorsítófeszültségen MonteCarlo-szimulálással

A transzmisszióban kapott diffrakciós képet transzmissziós Kikuchi-diagramnak (rövidítve TKD) nevezzük. Ugyancsak találkozunk az irodalomban a t-EBSD rövidítéssel (transzmissziós



A felsőfokú oktatás minőségének és  
hozzáférhetőségének együttes javítása a  
Pannon Egyetemen  
EFOP-3.4.3-16-2016-00009



EBSD) a TKD helyett. A TKD-nél ugyanolyan CCD-kamerát használunk, mint az EBSD-nél. Valószínűleg csak a transzmissziós mintatartót kell megvenni vagy elkészíteni, nem kell még egy külön EBSD-detektort is megvásárolni. Felmerül a kérdés, hogy a SEM-ben a transzmissziós elrendezésben végrehajtott diffrakció olyan „szegényemberes megoldás”-e, amelyet csak azért választanak, mert a transzmissziós elektronmikroszkópok sokkal drágábbak. Ez utóbbiakban több száz kV (néha 3–5 MeV) gyorsítófeszültség áll rendelkezésre, hogy vastagabb mintákat is leképezhessünk. A válasz a kérdésre az, hogy a SEM-ben transzmisszióban végrehajtott diffrakciónak van létjogosultsága nemcsak az olcsóbb berendezés miatt, hanem több olyan feladattal találkozhatunk, amely TEM-mel nem oldható meg, TKD-val viszont igen. Például amikor a minta vastagsága kisebb, mint 50 nm, akkor a TEM-ben végzett mikrodiffrakcióban (a konvergens sugarú diffrakcióban) azok a foltok túlságosan fényesek és kontraszt nélküliek, amelyekből az információt kellene kinyernünk. Bár a TKD számára az optimális mintavastagság 100 nm alatt van, a TKD sokkal szélesebb mintavastagság-tartományban működik, mint azt a transzmissziós elektronmikroszkópos ismeretek alapján várnánk. 3  $\mu\text{m}$  vastag alumíniumrétegről még lehet TKD-t készíteni! A vastagságtartomány másik végén, az ultravékony 5 nm HfO<sub>2</sub> rétegeken szintén nyerhető indexelhető TKD. Monte-Carlo-szimulációk szerint a TKD szempontjából az elektronoknak a teljes átlagos úthossza az irányadó. Ez viszont sokkal kisebb korlátozást jelent, mint az a mintavastagság, amely transzmissziós elektronmikroszkópban a képalkotást korlátozza. Érdekes, hogy a TKD keletkezésében a mintának csak egy vékony része vesz részt, amely a detektor felé néz. A többi része olyan szerepet játszik, mint a tömbanyag az EBSD esetén, létrehozza a rugalmatlanul szórt elektronokat, amelyek később diffraktálódnak. Ezt azokból a kísérletekből lehetett levonni, amelyekben a vékony minta olyan kettős réteg volt, amelyek egyike amorf, másik kristályos volt. Mindig arra az anyagra jellemző a TKD, amely a CCD-kamera felé nézett. Normál körülmények között 30 kV-os gyorsítófeszültséget használnak, de nagyon vékony mintáknál sokkal alacsonyabbra állítják be a gyorsítófeszültséget (amire azért lehet szükség, hogy ezzel megnöveljék a szórési hatáskeresztmetszetet). A TKD-re alkalmasak a vékonyréteg-minták, izolált nanoobjektumok és minden olyan ionsugarasan vékonyított minta, amelyet TEM-ben használnak. Az EBSD-hez viszonyítva egy nagyságrend javulást lehet elérni a lokális felbontásban. Vékonyrétegeken 2–3 nm laterális felbontást értek el orientációs

H-8200 Veszprém, Egyetem u.10.  
118

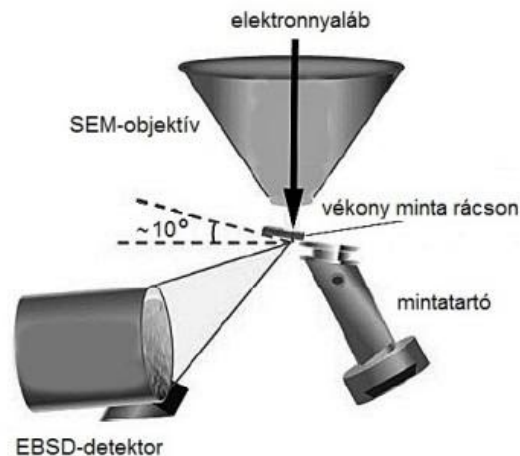
H-8201 Veszprém, Pf. 158.  
Telefon: (+36 88) 623-515  
Internet: www.uni-pannon.hu



**BEFEKTETÉS A JÖVŐBE**



térképezéskor, izolált szemcséken pedig 5 nm-t. Indexelhető diffrakciós képeket nyertek TKD-val olyan mintákon, amelyeken EBSD-vel nem. A nanotechnológiai objektumok (pl. szén nanocsövek) miatt gyanítható, hogy a SEM-ben végrehajtott TKD jelentősége a jövőben még nőni fog.



17. ábra: Kísérleti elrendezés vékony minták transzmissziós Kikuchi-diagramjainak felvételéhez a pásztázó elektronmikroszkópban

#### 15.1.8. Az EBSD összehasonlítása más módszerekkel

A tudományban nincs egyetlen, mindenre egyformán jó módszer, minden módszernek megvan a maga előnye és hátránya. A diffrakciós szerkezetvizsgálati módszereket röviden, a teljesség igénye nélkül összehasonlítjuk.

- Röntgendiffrakció: a behatolási mélysége nagy (5  $\mu\text{m}$ ). Előnyös, ha makroszkopikus mintákat kell analizálni. Könnyű mintapreparálás jellemzi. Hátránya, hogy laterális felbontása (25  $\mu\text{m}$ –1 mm) gyenge az itt felsorolt többi módszerhez viszonyítva. Továbbá az érzékenysége is kívánnivalót hagy maga után (ha egy mintakomponens részaránya kisebb, mint 2%, akkor az valószínűleg nem detektálható).
- Elektronendiffrakció TEM-ben: atomi szintű felbontást ad, pontos, mindössze a mintapreparálás okoz gondot. Költségben, sebességben, automatizálásban alulmarad az EBSD-vel szemben.



A felsőfokú oktatás minőségének és  
hozzáférhetőségének együttes javítása a  
Pannon Egyetemen  
EFOP-3.4.3-16-2016-00009



- Csatornahatás SEM-ben: felbontása (1–5  $\mu\text{m}$ ) gyengébb, mint az EBSD-é, jelentősége nagyobb volt az EBSD megjelenése előtt. A SEM többnyire átalakítást vagy plusz lencsét kíván, hogy a csatornahatás-diffraktogram az idézett felbontásban megjelenjen.
- EBSD SEM-ben: kis behatolási mélység, nagy laterális felbontás FESEM-ben (néhányszor 10 nm). Jó szögfelbontás:  $0,2^\circ$ . Előnye, hogy tömbanyagon használható és szinte minden szerkezeti tulajdonság meghatározható vele: orientáció, fázisok, textúra, szemcseméret, szemcsehatárok, beépülő feszültség stb. Hátrány a mintapreparálásban jelentkeznek: sima, tiszta, jól polírozott felszínre van szükség.
- TKD SEM-ben: Előnye a vékonyrétegek illetve a vékonyrétegekben izoláltan lévő nanorészecskék analízisében jelentkeznek. Laterális felbontása ( $< 5$  nm) egy nagyságrenddel jobb, mint az EBSD-é. Hátrány: vékony vagy vékonyított mintákra van szükség, bár ezek sokkal vastagabbak lehetnek, mint a TEM-ben leképezésre alkalmas minták.

H-8200 Veszprém, Egyetem u.10.  
120

H-8201 Veszprém, Pf. 158.  
Telefon: (+36 88) 623-515  
Internet: [www.uni-pannon.hu](http://www.uni-pannon.hu)







## 16. Röntgentomográfias vizsgálat

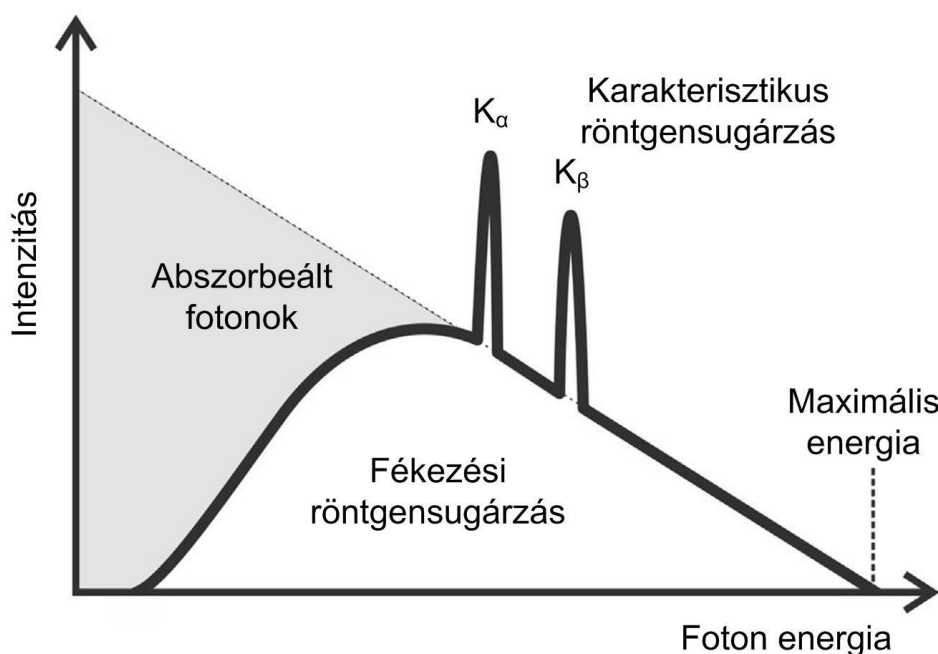
Wilhelm Conrad Röntgen 1895-ös felfedezése jelentette az orvosi és a roncsolásmentes ipari képalkotási módszerek fejlődésének kezdetét, mely napjainkban is tart. Röntgen a katódsugárzások kísérleti vizsgálataiban során fedezte fel az elektromágneses sugárzások új típusát. Megállapította, hogy az ismeretlen sugárzás áthatol az anyagok többségén, melyek a látható fényrel vizsgálva opakok, illetve a sugárzás intenzitásának csökkenése lineáris az anyagvastagság függvényében. A röntgen sugárzás hatására a szerves kristályokban látható fény fotonok jönnek létre, így a látható fényhez hasonlóan ebben az esetben is alkalmazhatóak voltak a fotólemezek és filmek a felvételek elkészítéséhez. Ennek köszönhetően a röntgensugárzást felhasználva a testek belső szerkezetének leképezése megvalósíthatóvá vált. Ezek az előnyös tulajdonságok elindították a röntgensugárzással működő leképező berendezések (röntgensövek, filmek, majd később detektorok) ugrásszerű fejlődését. A számítástechnika fejlődésével lehetségessé vált a röntgensugárral történő tomográfiai vizsgálatok megvalósítása, ugyanis a vizsgált testek belső szerkezetéről készült átlapolásmentes keresztmetszeti képek jelentősen több információt hordoznak az egyszerű, kétdimenziós radiográfiai felvételeknél.

### 16.1. A röntgensugárzás

A röntgensugarat általában izzókatódos röntgensőben állítják elő. Ezekben az elektronforrás egy erős vákuumban fűtött wolfram spirál, amellyel szemben tiszta fémanód (target; pl. réz, ezüst, ón, wolfram, ródiom) van elhelyezve. Az izzókatódból a nagy feszültség hatására elektronok lépnek ki és nagy sebességgel a fémanódba ütköznek. Az anódfém atomjai gerjesztődnek, majd alapállapotba visszajutva az elnyelt energiát röntgenfotonok formájában sugározzák ki (karakterisztikus röntgensugárzás). A röntgensugár az anódban a fókuszon lép ki, amelyet úgy alakítanak ki, hogy megszabott irányú és nagyságú nyalábot kapjunk.

A röntgenfelvételek során alkalmazott röntgensugarak hullámhossza 0,5-2,5 Å. A röntgensugárzás spektruma kétféle jelleget mutat, a folytonos spektrum keletkezése a fékezési, míg a vonalszerű spektrum a karakterisztikus sugárzásból származik. Fékezési röntgensugárzás akkor jön létre, hogyha nagy sebességű elektronok nagy rendszámú atommagoknak ütköznek és

lefékeződnek. Ilyen esetben az elektronok az atommag elektromos terén szóródnak, az energiakülönbséget pedig röntgenfotonok formájában kisugározzák (~1 %), a fennmaradó energia hővé (~99 %) alakul. Karakterisztikus röntgensugárzásról akkor beszélhetünk, ha az anyagba (targetbe) csapódó elektron elegendően nagy energiával rendelkezik, hogy az anyagot alkotó atomok belső elektronhéjáról elektronokat üssön ki, ilyenkor a nagyobb energiaszintű külső elektronhéjokról származó elektronok kerülnek a megüresedő energiaszintű állapotba, míg az energiakülönbséget megfelelő energiájú röntgenfoton emittálódik. A kvantált energiaszintek miatt vonalas spektrum jön létre, mely alapján az adott atom azonosítható.



1. ábra A röntgensugárzás spektruma

## 16.2. Röntgensövek

A röntgensövek felépítése minden esetben a felhasználási területtől függ. Analitikai területen legtöbbször vákuumozott üveg röntgensöveket alkalmaznak, ugyanis ez esetben nem szükséges a röntgensöveben az elektronnyaláb fókuszálásának módosítása, illetve legtöbbször állandó gyorsítófeszültséget és sugáráramot alkalmaznak. Röntgendiffrakciós vizsgálatokhoz legtöbbször



A felsőfokú oktatás minőségének és  
hozzáférhetőségének együttes javítása a  
Pannon Egyetemen  
EFOP-3.4.3-16-2016-00009



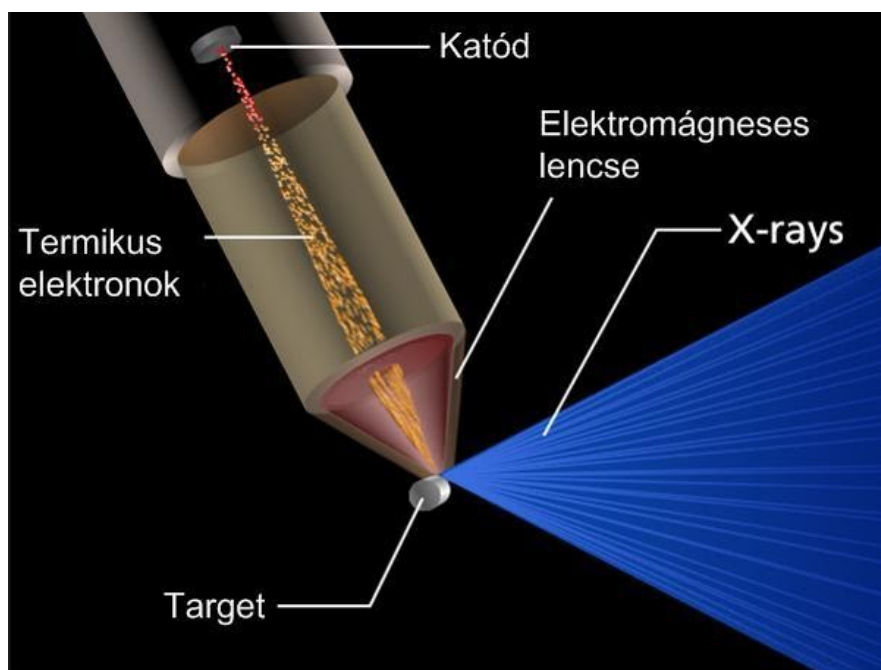
réz targetet, röntgenfluoreszcens-spektroszkópia esetén pedig ródium targetet használnak. Ezeknél a módszereknél fontos az alkalmazott sugárzás hullámhossza és monokromatikus mivolta.

A két- és háromdimenziós képalkotási módszereknél legtöbbször az elektronmikroszkópok oszlopához hasonló felépítésű röntgensöveket használnak, azzal a különbséggel, hogy az elektronsugár nem jut ki a csőből, hanem beleütközik a legtöbbször cserélhető targetbe. Mivel a röntgenső bontható (pl. katódcseré céljából), a működtetéshez szükséges a pásztázó elektronmikroszkópoknál is használt vákuumrendszer, olajos elővákuum szivattyúval és turbómolekuláris szivattyúval. Kétféle csőelrendezést alkalmaznak, a transzmissziós, illetve a reflexiós elrendezést. Az első változatban az elektronsugár és a röntgensugárzás egytengelyű, míg a reflexiós röntgensöveknél a targetbe csapódó elektronsugár és a kilépő röntgensugárzás szöget zár be egymással (2. ábra). A mérés szempontjából fontos, hogy az elektronsugár fókusza, illetve iránya módosítható legyen. Tomográfiai felhasználásnál a detektorok nem tesznek különbséget a beérkező röntgenfotonok energiája között, hanem proporcionális számlálóként működnek az egyes képpontokon. Így ilyen szempontból nem szükséges monokromatikus röntgensugárzás használata, fontosabb, hogy valóban pontszerű röntgensugár-forrást hozzunk létre.

H-8200 Veszprém, Egyetem u.10.  
123

H-8201 Veszprém, Pf. 158.  
Telefon: (+36 88) 623-515  
Internet: [www.uni-pannon.hu](http://www.uni-pannon.hu)





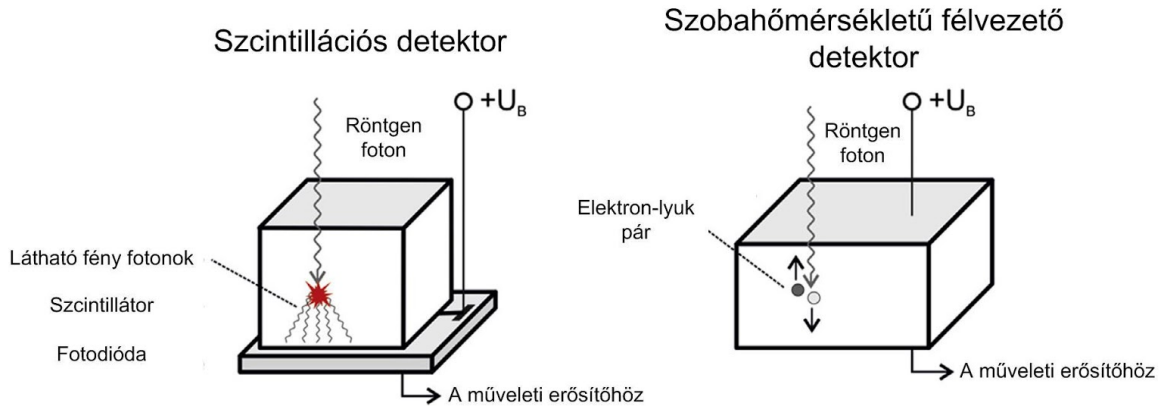
2. ábra A laboratóriumi gyakorlat során alkalmazott reflexiós röntgenső felépítése

### 16.3. Röntgen detektorok

A képalkotási eljárások során a röntgensugarak detektálásához szcintillátor-alapú vagy szobahőmérsékletű félvezető detektorokat használnak (Shefer et al., 2013; van Eijk, 2002; Del Sordo et al., 2009). A röntgenfotonok detektálásának folyamata az 3. ábrán látható. A szervesetlen szcintillációs detektorokban, a szcintillátor kristályrácsában a röntgenfotonok gerjesztik a vegyértéksáv elektronjait, melyek így a vezetési sávba kerülnek, vagy elektron-lyuk párokat képeznek. Ezt követően kis idővel az elektronok relaxálódnak, az elektron-lyuk párok rekombinálódnak. A kis mennyiségben a kristályrácsba bevitt aktivátorok hatására köztes energianívók jönnek létre, ez fluoreszcens fény kibocsátásához vezet, mely egyszerűen detektálható. Néhány példa a gyakorlatban alkalmazott szcintillátor anyagrendszerekre:

- Nátrium-jodid, tallium aktivátorral
- Cézium-jodid, tallium aktivátorral
- Bizmut-germánium-oxid
- Kadmium-volfram-oxid

- Polikristályos, ritkaföldfém kerámia



3. ábra A röntgentomográfias képalkotás során alkalmazott detektorok működése

A detektorpixelekben a szcintillációs kristályokat fotodiodákkal kombinálják, melyek a fényt elektromos töltéssé konvertálják.

A röntgenfotonokat közvetlenül is elektromos töltéssé lehet alakítani, erre a szobahőmérsékletű félvezető detektorok alkalmasak, pl. kadmium-tellurid vagy kadmium-cink-tellurid. Ezek az anyagrendszerek széles tiltott sávval (1,44-1,57 eV) rendelkeznek, nagy a rendszámuk és a sűrűségük, így nagy a kvantumhatásfokuk, ennek köszönhetően alkalmasak a röntgenfotonok konvertálására az adott detektortérfogatban. Az ilyen típusú félvezető detektorokban az elektron-lyuk párok közvetlenül a röntgensugarakkal való kölcsönhatás következtében jönnek létre. A szobahőmérsékletű félvezető detektoroknak általánosan nagyobb a kvantumhatásfoka a szcintillációs detektorokkal összehasonlítva, azonban vannak kevésbé előnyös tulajdonságaik is, többek között a kisebb stabilitásuk, különösen nagy sugárintenzitások esetén, mely a töltés-csapdázás hatására bekövetkező polarizációs effektussal van összefüggésben. A röntgensugaras képalkotási eljárások során, különösen a gyors képalkotási eljárásoknál a röntgensugár intenzitása gyakran igen nagy, ezért legtöbbször áram üzemmódban üzemeltetik őket. Ez az üzemmód azt jelenti, hogy a létrejött töltést azonnal elvezetik a detektorról a műveleti erősítőbe, amely folyamatos feszültségjellé alakítja. Néhány alkalmazási területen, ahol kis röntgensugár-intenzitással, hosszú mérési idővel végzik a képalkotást, az



impulzus üzemmód kedvezőbb. Ebben az esetben az előerősítő töltés-érzékeny üzemmódban működik, így elektromos impulzussá alakítja a konvertált röntgenfotonokat.

A kétdimenziós síkdetektorok egy szcintillátorlapból, mely a röntgenfotonokat látható fény fotonokká alakítja, és egy fotodiódamátrixból épülnek fel. Ezekkel a detektorokkal nagy felbontás érhető el (akár 4 megapixel), azonban legtöbbször lassú a képalkotás sebessége.

#### *16.4. A mérőkészülék működése és felépítése*

A laboratóriumi gyakorlat során a Nikon által gyártott CT H 225 ST (4. ábra) típusú röntgentomográfot használjuk. A készülék felépítéséből következően alkalmas nagyobb méretű próbatestek radiográfiai vizsgálatára, illetve a nagy gyorsítófeszültség miatt (max. 225 kV) alkalmas nagyobb röntgenabszorpciós együtthatóval rendelkező (nagy rendszámú) minták vizsgálatára. Emellett fontos kiemelni nagy felbontását (~3-5  $\mu\text{m}$ ), mely alkalmassá teszi kompozit anyagrendszerek vizsgálatára.







*4. ábra A Nikon CT H 225 ST típusú berendezés*

16.4.1. A készülék felépítése:

A készülék egy reflexiós röntgensövet tartalmaz, melynél maximum 225 kV gyorsítófeszültség és 1000  $\mu$ A sugáráram állítható be. Fontos kiemelni, hogy a röntgenső rövid idő alatt ki-be kapcsolható, nem szükséges hosszabb ideig várni, míg „bemelegszik”, így a mintacsere és a szükséges változtatások gyorsan elvégezhetőek. A mintákat egy öttengelyes mintatartóra lehet helyezni, mellyel azok pontosan pozicionálhatók. A mérések során a röntgenső és a síkdetektor nem mozdul, ehelyett a mintát forgatjuk körbe egyszer, függőleges tengely mentén. Az alkalmazott nagyítást a mintatartó röntgenső-detektor közti elhelyezésével lehet módosítani. Minél közelebb van a minta a röntgensőhöz, annál nagyobb lesz a nagyítás. A készülékben egy szcintillációs lappal ellátott síkdetektor található.

16.4.2. A mérés menete:

A készülék kétféle mérési üzemmódban használható. Az első a radiográfia, melynek során beállítástól függően 0,43-2 másodperc/kép képfrissítéssel láthatjuk a behelyezett minta átvilágított képét. Fontos, hogy a gyorsítófeszültséget, a sugáráramot és a képfrissítés sebességét úgy állítsuk be, hogy a detektor ne lépje át a 45000-es beütésszámot, mert ennél nagyobb terhelés esetén az károsodhat. A képernyőn látható képet paramétereit élőben lehet változtatni, majd a megfelelő beállítások elvégzése után a látott képet digitálisan menthetjük, majd később méréseket végezhetünk rajta.

A röntgentomográfiás (CT) üzemmódban a radiográfiánál már említett beállításokat ismét el kell végezni. Újabb paraméter, hogy ellenőrizni kell, hogy a minta a körbefordítás során oldalirányban ne „lógjon” ki a képből, ugyanis ezek a részek nem fognak szerepelni a felvételen. Ezt követően el kell végezni a detektor kalibrációját, melynek során a készülék felvesz egy ún. fehér pontot bekapcsolt röntgensugár mellett, illetve egy ún. fekete pontot, ahol nincs bekapcsolva a röntgensugár. Így csökkenthető a mérés során a zaj és az esetleges képhibák száma. Végül be kell állítani hány képet készítsen a készülék egy körbefordítás alatt. A mérésekhez legkevesebb 1000, a megfelelő minőségű képek készítéséhez legalább 3500 projekció szükséges. A felvétel



A felsőfokú oktatás minőségének és  
hozzáférhetőségének együttes javítása a  
Pannon Egyetemen  
EFOP-3.4.3-16-2016-00009



elkészülte után a nagy terjedelmű file-t (30-50 Gb) a rekonstrukciós számítógép segítségével fel kell dolgozni. A rekonstrukció során a szoftverrel ellenőrizni lehet, hogy a minta az első és az utolsó kép között nem mozdult-e el, amely rekonstruálhatatlanná tenné a felvételt. Ezt követően meg kell keresni a képsorozatnál a forgási középpontot (egy adott magasságban, felülnézetben készített pillanatkép alapján, a szoftver segítségével, automatikusan). Ezután különböző képfeldolgozási paramétereket, illetve kalibrációt lehet beállítani a rekonstrukcióhoz. A rekonstruált felvételt három vetületben, illetve egy háromdimenziós változatban lehet értékelni. Ennek során lehet pillanatképeket, videókat készíteni, illetve távolságméréseket végezni.

H-8200 Veszprém, Egyetem u.10.  
128

H-8201 Veszprém, Pf. 158.  
Telefon: (+36 88) 623-515  
Internet: [www.uni-pannon.hu](http://www.uni-pannon.hu)







## 17. Ultrahangos vizsgálatok

**A mérés célja:** Megismerni a roncsolásmentes anyagvizsgálati módszerek közül az ultrahangos hibakeresést, a fal- és rétegvastagság mérést.

### 17.1. Elméleti alapok

#### 17.1.1. Definíció és az anyagvizsgálathoz alkalmazott frekvenciák

A 20 kHz feletti frekvenciájú mechanikai hanghullámokat nevezzük ultrahangnak. Az elektromágneses hullámokkal a szemben a mechanikai rezgések rugalmas közeghez kötöttek. Anyagvizsgálathoz a 0,25-10 MHz rezgésszámú hanghullámok használatosak. Anyaghibák, például repedések, üregek határolhatók be, anyagvastagság mérhető, nehezen hozzáférhető helyeken is. Magasabb frekvenciákkal (a céltól függően egészen 120 MHz-ig) különleges szerkezetvizsgálatok végezhetőek.

Ezeknél a nagy frekvenciáknál a hanghullámok megfelelő nyalábolása, és a vékonyabb anyagrétegek jó reflektáló képessége szükséges. Kisebb frekvenciák, a nagyobb hullámhossz miatt durvább szerkezetek (pl. öntvények) vizsgálatára használatosak.

#### 17.1.2. Ultrahangkeltés

A piezoelektromos- vagy magnetostrikciós jelenséget felhasználva, elektro-akusztikus átalakítóval hozzák létre az ultrahangot. Ezek az átalakítók (pl. kvarc, bárium-titanát, piezokerámia illetve nikkel-lemezegység) a rezonanciát kihasználva, a nagyfrekvenciás váltakozó feszültséget alakítják át mechanikai rezgéssé. A rezonanciafrekvencia az alkalmazott anyag vastagságától függ. Kvarcra a következő összefüggés vonatkozik:

$$f[\text{MHz}] = 2,8 \cdot d^{-1} [\text{mm}]$$

A fenti képlet alapján, kvarcra a következő értékek adódnak:

$$f = 1,0 \text{ MHz} \qquad d = 2,8 \text{ mm}$$



f=2,0 MHz	d=1,4 mm
f=4,0 MHz	d=0,7 mm
f=6,0 MHz	d=0,47 mm
f=10,0 MHz	d=0,28 mm
f=25,0 MHz	d=0,112 mm

Jól érzékelhető, hogy a mérőfejben lévő kvarc lapja – különösen magasabb frekvenciáknál – nagyon vékony. Annak ellenére, hogy egy védőfólia van előtte, törékeny. Óvatosan kell bánni vele! Különböző rezgéstulajdonságú, longitudinális és transzverzális hullámok keletkeznek.

## 17.2. Az ultrahang tulajdonságai:

### 17.2.1. Az ultrahang terjedését korlátozzák

**Adszorpció:** frekvenciafüggő. A szívós anyagoknál (réz) nagy, más anyagoknál, mint például az acél és az alumínium csekély.

**Szórás:** különösen erős, ha a szerkezet szemcsemérete az alkalmazott ultrahang hullámhosszának egy harmadával vagy a hullámhosszával ( $\lambda/3 - \lambda$ ) megegyezik.

**Reflexió:** a határrétegen, amelynek nagysága a hullám-ellenállási viszonyok függvénye (hullámellenállás=sűrűség ( $\rho$ ) · hullámterjedési sebesség ( $v$ )) A nagy hullám-ellenállású anyagokat ultrahangos szempontból keménynek, a kis hullám-ellenállású anyagokat lágynak nevezzük.

A hullámhosszal egyenlő vastagságú, vagy annál vastagabb rétegekre az előző megállapítás már nem érvényes. A reflexió fok a következő összefüggésből számítható:

$$R = \frac{(m^2-1)^2}{(m^2+1)^2}, \quad m = \frac{\rho_1 \cdot v_1}{\rho_2 \cdot v_2}, \quad d_2 \gg \lambda_2$$



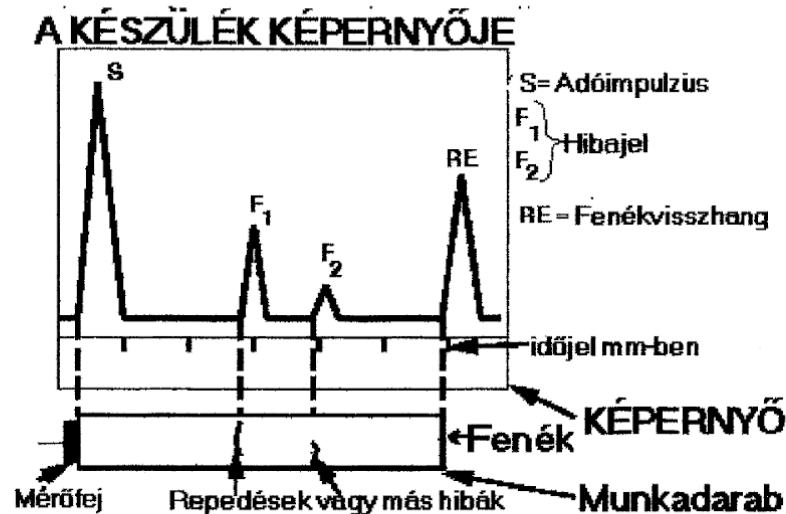
A  $d$  vastagság és a  $\lambda$  hullámhossz a második anyagrétegre vonatkozik. A  $\rho_1 v_1$  az első réteg hullámellenállása, a  $\rho_2 v_2$  a második réteg hullámellenállása. Az ultrahangnyaláb irányítható.

Az anyagra jellemző  $v$  hangterjedési sebesség, az  $f$  frekvencia és a  $\lambda$  hullámhossz közötti összefüggést a következő általános érvényű képlet adja meg:

$$f = \frac{v}{\lambda}$$

### 17.2.2. A visszhang-impulzus módszer

A visszhang-impulzus módszerrel, lehetőleg rövid ( $\mu\text{s}$ -os hosszúságú), 10 Hz és 100 kHz közötti frekvenciával egymást követő ultrahang-impulzusokat bocsátunk a vizsgálandó munkadarabra. A készülék az impulzusok közötti időben érzékeli a visszhangokat. A mérőfej a vizsgált munkadarab átellenes, levegővel ( $R=100\%$ ) érintkező oldaláról tökéletesen visszaverődő visszhangot detektálja. Az 1-es ábrán, a képernyő baloldalán, S-el jelölt az adóimpulzus, RE-vel a mérőfejjel átellenes oldalról visszaverődő visszhang-impulzus. A kettő távolsága egyenesen arányos az ultrahang által a munkadarabban megtett úttal. Ez a visszaverődő impulzus többször reflektálódik a munkadarabban, ami megfelelő beállítással, jól látható a képernyőn. Csökkenő amplitúdójú impulzussorozatot láthatunk egészen addig, amíg a besugárzott energia teljesen fel nem használódik.



1. ábra Visszhang-impulzus módszer

A többszörös visszhangok kedvezően alkalmazhatók vastagságmérésre. A képernyőre vitt megfelelő léptékkel az ultrahang által megtett út közvetlenül leolvasható. Mivel az ultrahang terjedési sebessége anyagonként változó, a készülékben az anyagra jellemző terjedési sebességet kell beállítani.

Az anyaghibákat (repedések, pórusok, üregek) tökéletesen feltárhatjuk, ha úgy állítjuk be a készüléket, hogy a képernyőn csak az adóimpulzus és az első fenékvisszhang látszódjék.

Fontos tekintetbe venni az ultrahangos visszhang-impulzus készülékek vékony anyagokra- és felületközeli hibák vizsálatára való alkalmazhatóságánál a „holt zónát”. Ez alatt a mérőfejben lévő védő réteget értjük, amelyből nem érzékelhető az adóimpulzustól különváló visszhang, mert az adóimpulzus meghatározott szélességű. A hiba- vagy a fenékvisszhang többé-kevésbé egybe esik az adóimpulzussal.

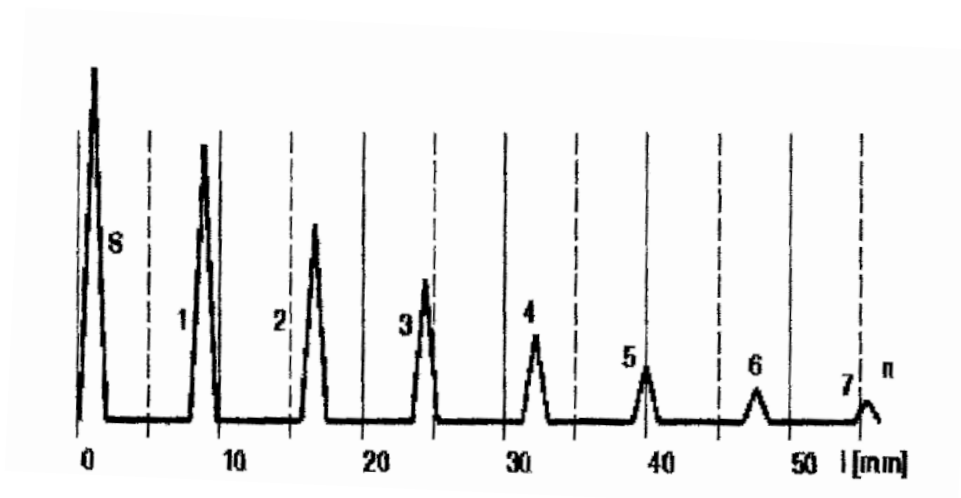
### 17.2.3. Vastagságmérés többszörös visszhang módszerrel

A 2. ábrán látható, hogy a többszörös visszhangok közötti távolság állandó. A képernyőn egy csökkenő amplitúdójú impulzus-sorozat jelenik meg. A visszhangtávolság az



ultrahangimpulzus lefutási idejének és vastagságának függvénye. Két visszhang közötti időben az impulzus a mérendő objektumot kétszer járja be. Éppen ezért a megtett úthossz, pontosan az anyagvastagság kétszerese. A vastagságmérés pontosabb, ha több visszhang együttes távolságát mérjük. A keresett méretet a  $d=l/n$  összefüggés adja:

$$d = \frac{(\text{adóimpulzus} - n_{ik} \text{ visszhangtávolság})}{\text{visszhangszám}}$$



2. ábra falvastagságmérés többszörös visszhanggal



## **18. Fénymikroszkópia**

### *18.1. Optikai mikroszkópok:*

A mikroszkópok olyan precíziós optikai műszerek, amelyeknél a lencsék kombinációja felnagyított képet ad a lencsék alá helyezett mintáról. Különösen hasznos, ha ezek annyira kicsik, hogy pusztán szemmel láthatatlanok. A vizsgált tárgyat a fényforrás felülről, vagy alulról (tranzmissziós mód) világítja meg. A legtöbb mikroszkóp ún. fénymikroszkóp, működésük a vizsgált tárgyról a fény által alkotott nagyított képen alapul. Ezen belül két nagy csoportra oszthatóak: (1) összetett (nagy nagyítású) mikroszkópok, és (2) sztereo- vagy elemző mikroszkópok.

### *18.2. Összetett mikroszkópok*

A legelterjedtebb mikroszkóptípusok közé tartoznak. Az összetett mikroszkópokat nagy nagyítású-, biológiai- vagy kutatómikroszkópnak is nevezik. A nagyítástartomány általában 40x-1000x közé esik, de egyes műszerek akár 1500x, vagy 2000x nagyításra is képesek, a Keyence termékcsalád mikroszkópjai pedig akár az 5000x nagyítást is elérhetik.

Az "összetett" szó a mikroszkóp nevében arra utal, hogy a kívánt nagyítás elérése érdekében a fény több lencsén, lencsecsoporton halad keresztül, miközben minden egyes lencse tovább nagyítja az előzőek által már felnagyított képet. Más szavakkal, az összetett mikroszkóp egy több lencsecsoporton áthaladó, egybefüggő fényúttal rendelkező eszköz. Hagyományos elrendezésben a lencsék egyik csoportja alkotja az objektívet (ez van legközelebb a vizsgált tárgyhöz), egy másik csoportja pedig a szemlencsét, vagy okulárt (ez van legközelebb a felhasználó szeméhez). Emellett a mikroszkóp tartalmaz egy, az élesség állítására szolgáló rendszert, illetve lehetőséget ad a vizsgált tárgy finom mozgására is.

Az objektív legtöbbször három vagy négy lencséből (néha ötből) álló összetett optikai rendszer. A mikroszkóp által előállított kép kétdimenziós, és fordított állású. Leggyakrabban az átvilágításos módszert alkalmazzák, amikor a mikroszkóp alsó részéből fény bocsátanak a vizsgált tárgyon keresztül az objektívbe, de a reflexiós technika is gyakori.



A digitális mikroszkópok digitális kamerával felszerelt mikroszkópok, ahol a tárgyat számítógép segítségével figyelik meg. A mikroszkópok részlegesen vagy teljesen számítógép irányítottak lehetnek. A digitális mikroszkópok előnye a pontos távolság és területmérések, illetve a térhatású képalkotás.

### *18.3. Keyence nagy felbontású digitális fénymikroszkóp:*



#### 18.3.1. A Keyence mikroszkóp részei:

- vezérlő egység (VHX-2000E)
- konzol
- fényforrás
- kamera egység
- RZ lencsék:

kisebbs nagyítású: 20x-200x (VH-Z20R/Z20W) - kettős megvilágítással





nagy nagyítású: 100x-1000x (VH-Z100R/Z100W) – kettős megvilágítással



- mikroszkóp állvány: reflexiós és transzmissziós megvilágítással, dönthető állvánnyal

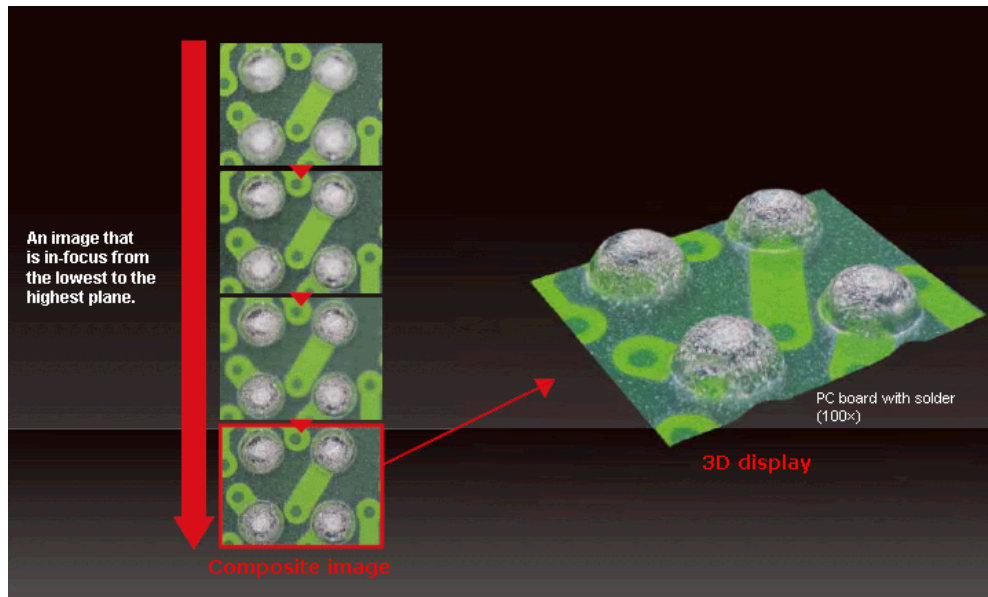
### 18.3.2. A Keyence mikroszkóp üzemmódjai:

**Mélységélesség:** A Keyence mikroszkóp a nagy mélységélességű képet szoftveres úton hozza létre. A manuálisan aláfókuszált képből lépésenként építi össze a fókuszban lévő képpontokat, így több tucat rétegből állítja össze a kész éles képet.



**Térhatású képalkotás:** A fókuszsíkok összegzésével adott képből illetve a fókuszpontok helyzetének adataiból a szoftver háromdimenziós modellt is tud alkotni, amiből érdességet és mélységet lehet meghatározni.





### Rezgés eltávolítás/tükröződés mentesség

**Polarizációs mikroszkóp:** A megfelelő szűrők alkalmazásával a mikroszkóp polarizációs üzemmódban is használható.