FIATAL MŰSZAKIAK TUDOMÁNYOS ÜLÉSSZAKA

Kolozsvár, 2003. március 21-22.

HEUSLER ÖTVÖZET KRISTÁLYOSÍTÁSA

Veres Zsolt, Roósz András

Heusler alloy is a Cu_2MnAl ferromagnetic compound, and so the single crystal of it has been used for monochromation and polarization of the neutron beam. Experiments were taken place by using the USKI multizone crystallizer, developed in the Institute of Materials Science. The samples were cast in a sand mould and those were melted and resolidified in different type of crucibles (for example different form, size and material of crucible). The samples were investigated by light microscope, scanning electron microscope, energy dispersive microanalyser, X-ray diffraction and neutron scattering.

A Heusler ötvözet Cu_2MnAl képletű ferromágneses vegyület, amely egykristályos formában alkalmas neutronsugár monokromatizálására és polarizálására egyidejűleg. A kísérleteket az Anyagtudományi Intézetben kifejlesztett USKI sokzónás kristályosítóban végeztük. A próbadarabokat héjhomokból készített formákba öntöttük, majd különböző téglékben átkristályosítottuk. A kísérletek során többféle alakú, méretű és anyagú téglékben is elvégeztem. Az előállított darabokat fénymikroszkóp, elektronmikroszkóp, energia diszperz mikroszkóp, röntgen berendezés valamint neutron szórás kísérletek segítségével vizsgáltuk.

Bevezetés

A neutron diffrakciós vizsgálatokkal szemben támasztott követelmények megkövetelik a minél nagyobb intenzitású és megfelelő mértékben monokromatizált és polarizált neutronsugarak használatát. A különböző módszerek közül a legjobb, a kívánalmaknak leginkább eleget tevő módszer az egykristállyal való monokromatizálás, polarizálás. Több ötvözet is alkalmas egykristály monokromátor alapanyagának, de előállításuk még nem tökéletesen megoldott. Praktikus okokból mi a Heusler ötvözet mellett döntöttünk. [1]

1. A Heusler ötvözet

A Heusler ötvözet kristályosodása 920°C -on a Cu_2MnAl vegyületfázissal kezdődik. A hőmérséklet csökkenésével különböző összetételű kiválások jöhetnek létre, azonban a kísérleteink esetében a viszonylag gyors hűlés miatt csak a β_{Mn} -nak van ideje kiválni. Ennek a

fázisnak a kristályszerkezete a Cu_2MnAl vegyülettel közel azonos, Mn tartalma jóval nagyobb. [3]

2. Egykristály előállítása

Egyirányú kristályosodást egyirányú hőelvonással lehet megvalósítani. A kristályosodási front (szilárd/olvadék határ) haladásának iránya párhuzamos a hőelvonás irányával, míg maga a front (ha a növekedés síkfronttal történik) merőleges arra.

Az egyirányú kristályosodás eredményeként általában sokkristályos darabot kapunk. Azt, hogy a kristályosodott darab egyetlen kristályból álljon általában kétféle módszerrel lehet biztosítani: kristályszelekcióval vagy magkristályra növesztéssel.

Kristályszelektor esetében a hideg lapon keletkező csírákból a hőelvonás irányához közeli irányban, azzal ellentétes értelemmel növekvő kristályokból azt az egyet, amelyik a növesztetni kívánt egykristály magja lesz, kristályszelektorral választjuk ki. Ennek lényege, hogy a növekedő kristallitok zömét megakadályozzuk a további növekedésben, és szerencsés esetben csak egyetlen kristály (de legfeljebb néhány) nő bele a spirál alakú kristályszelektorba, (l. ábra) Ebből a szelektorból nő ki az egy kristály, ami a kristályt fogja alkotni.

1. ábra: Kristályszelektor

Ha az olvadéknak abba a végébe amelyik irányból a hőelvonás történik egy előre elkészített egykristályt helyezünk (természetesen úgy, hogy az egykristály egy részének a hőmérséklete az olvadáspont alatt legyen) az olvadék erre az egykristályra mint csírára fog u.n. epitaxiális növekedéssel ránőni. A csíráként használatos egykristály orientációja meghatározza a növekvő egykristály orientációját is. Ezáltal mód van arra, hogy a növesztett egykristály orientációját tetszőlegesen változtassuk. A kristályszelekciós eljárásnál erre nincs mód.

Mivel még egykristály nem állt rendelkezésünkre a kristályszelektoros módszerrel kísérleteztünk, majd a szelektort elhagyva egy kúpos végből növesztettük a kristályt. A későbbiekben az így előállított egykristályt szándékozzuk magkristályként használni. [4] [5]

3. A kristályosító berendezés

A kísérletekhez használt USKI 24 zónás csőkemence 24 külön-külön fűthető, illetve szabályozható zónából áll, az egyes zónák 30 mm távolságra vannak egymástól, két zóna között félúton találhatók a zónákat „szabályozó” termoelemek. Minden fűtőtekercset az alatta található termoelem „szabályozza”.

A kemence zónánkénti pontos szabályozása révén a kemence terében bizonyos határok között tetszőleges hőmérsékletprofil kialakítható és mozgatható, így egyirányú kristályosítás végezhető a kemence és a darab mozgatása nélkül.

A kísérletek során 10^{-2} mBar-os elővákuumot alkalmaztunk a kemence terében.

4. A megfelelő kapszula kialakítása

Mivel az eredetileg tervezett öntartó kerámia belső fala nem volt megfelelő egykristály növesztéséhez, új anyagot kellett találnunk, amiből a kapszulát kialakíthatjuk. A következő anyagokkal kísérleteztünk:

- Öntartó kerámia
- Alumínium-oxiddal bevont acél
- Kvarcüveg
- Alumínium-oxid

Az alumínium-oxid kapszula bizonyult megfelelőnek. A kísérletek során kiderült, hogy komplikált szelektor nélkül is növeszthető egykristály a kúpszög változtatásával.

5 A kristályosítási paraméterek beállítása

A hőmérséklet-gradiens növelésével és a kristályosítási sebesség csökkentésével lehetséges egykristály előállítása, azt a gradienst és sebességet keressük aminél az adott körülmények között egykristály növeszthető.

Az esetlegesen keletkező új csírák visszaolvasztása miatt kialakítottunk egy olyan kristályosítási módot, hogy a kristályosítási frontot két zónán keresztül előre, majd egy zónán keresztül hátrafelé mozgattuk, ezáltal kevesebb kristályból álló darabokat sikerült létrehozni.

6 A kemence viselkedésének nyomon követése

Ahhoz, hogy a kemence hőmérsékletmezéjének változásából adódó hibákat el tudjuk különíteni, illetve, hogy a szabályozást megfelelően tudjuk változtatni, a kísérlet során gyűjtött adatokat elemeztük.

A 2 ábrán a hőmérséklet eloszlást lehet látni egy adott időpillanatban. Jól látszik, hogy a valós hőmérséklet a célnak

megfelelő mertekben követi a beállított hőmérsékletet. A teljesítményen felfedezhető a fűrészfogas szabályozás, de észrevehető rajta teljesítmények módosítása is.

A 3. ábrán a kristályosodási front helyzete látható a kemence aljához viszonyítva. A görbéken megfigyelhető a

2. ábra: A hőmérsékleteloszlás a kemence terében és a tekercsek leadott teljesítménye

3. ábra: A kristályosítási front helyének változása az idő függvényében

frontnak a visszamelegítés által okozott visszafelé haladása.

Látható a görbén azoknak a szakaszoknak az elkülönülése, amelyeket a fűtési program megkövetel. Ezek az alábbiak:

- I. A darab átolvasztása felülről lefelé, ekkor a front is lefelé mozog
 - II. A hőntartási szakasz, ekkor a front helyben marad
 - III. Kristályosítás, amikor a frontot lefelé és felfelé is mozgattuk
- Az egyenletes hűtés szakasza

7. Eredmények

Az alumínium-oxid kapszulákban 2-3 kristályból álló darabokat sikerült előállítani (4. ábra), mégpedig úgy, hogy új csírák csak a kúpos részen keletkeztek. Vagyis a kúpszög csökkentésével és/vagy a kristályosítási paraméterek változtatásával (hőmérséklet-gradiensnövelésével, frontsebesség csökkentésével) egykristály növeszthető. Mivel az általunk használt USKI berendezés az eddigiekben használt hőmérséklet-gradiensnél nagyobb, illetve a kristályosítási sebességnél (kvázi frontsebesség) kisebbet nem képes biztosítani, át kell térnünk a hasonló felépítésű, de jelentősen jobb paraméterekkel rendelkező UMC kemencén történő kísérletezésre.

4. ábra: Háromkristály

Irodalom

- [1] Charles Kittel: Bevezetés a szilárdtest fizikába, Műszaki könyvkiadó, Budapest, 1966
- [2] Budó Ágoston, Mátrai Tibor: Kísérleti fizika III., Nemzeti tankönyvkiadó, Budapest, 1995
- [3] Werner Köster, Tulo Gödecke: Das Dreistoffsystem Kupfer-Mangan-Alumínium, Z. Metallkunde, 1966, 12, 889-901
- [4] Roósz András, Teleszky Ilona, Tóth Levente: Egykristály Turbinalapát előállítása egyirányú kristályosítással űrkemencében, részjelentés, Miskolci Egyetem, Miskolc, 1995
- [5] D. Goldschmidt: Einkristalline Gasturbinenschaufeln aus Nickelbasis-Legierungen, Mat.-wiss. und Werkstofftech, 1994, 25, 311-320

Veres Zsolt/ Tanszéki mérnök

Miskolci Egyetem Fémteni Tanszék

Tel: +36-30-851-8385

Fax.: +36-46-565-201

E-mail: vezso@ludens.elte.hu