FIATAL MŰSZAKIAK TUDOMÁNYOS ÜLÉSSZAKA

Kolozsvár, 2004. március 26-27.

EGYKRISTÁLY ELŐÁLLÍTÁSA HEUSLER-ÖTVÖZETBŐL

Veres Zsolt, Roósz András

Abstract

The Heusler alloy is a ferromagnetic compound (Cu_2MnAl), that is suitable for the simultaneous monochromatization and polarization of the neutron beam in the form of singlecrystal. The pre-specimen were cast in shell-sand or permanent steel moulds, then they were resolidified in crucibles of different size and material in the Iniversal Multi-zone Crystallizer (UMC) developed in the Institute of Material Sciences of Miskolc University. The solidified samples were investigated by means of a light microscope, electron microscope, energy disperse microprobe, X-ray diffraction as well as neutron scattering experiments.

A Heusler ötvözet Cu_2MnAl képletű ferromágneses vegyület, amely egykristályos formában alkalmas neutronsugár egyidejű monokromatizálására és polarizálására. A próbadarabokat héjhomokból készített formákba illetve acélkokillába öntöttük, majd különböző méretű és anyagú tégelyekben az Anyagtudományi Intézetben kifejlesztett UMC sokzónás kristályosítóban átkristályosítottuk. A kristályosított darabokat fénymikroszkóppal, elektronmikroszkóppal, energia diszperz mikroszondával, röntgen diffrakciós berendezéssel 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 a neutronsugár egykristállyal való egyidejű monokromatizálása és polarizálása. Több ötvözet is alkalmas egykristály monokromátor alapanyagának, de előállításuk még nem tökéletesen megoldott. Praktikus okokból mi az eredeti Heusler ötvözet mellett döntöttünk.

1. A Heusler ötvözet

A Heusler ötvözet kristályosodása során Cu_2MnAl vegyületfázis keletkezik. A kristályosodás 920°C -on kezdődik és néhány fokok tartományban megy végbe. A hőmérséklet csökkenésével különböző összetételű kiválások jöhetnek létre. A kísérleteink esetében a viszonylag gyors hűlés miatt

csak a βMn -nak van ideje kiválni. Ennek a fázisnak a kristályszerkezete a Cu_2MnAl vegyülettel közel azonos, Mn tartalma jóval nagyobb. A Heusler típusú ötvözetekre jellemző módon a Cu_2MnAl vegyület ferromágneses annak ellenére, hogy az alkotói egyenként nem ferromágnesesek.

2. Egykristály előállítása

Az egykristály előállításához biztosítani kell az egyirányú hőelvonást, illetve, hogy a kristályosodás kezdetén csak egy csíra keletkezzen. Az egyirányú hőelvonást a kemence hőmérsékletmezőjének megfelelő beállításával és mozgatásával tudjuk biztosítani. Az egyetlen csíra keletkezését kúpos kristályosító kapszula alkalmazásával biztosítjuk.

A megfelelő hőmérséklet-gradiens és front mozgatási sebesség beállítása szükséges egykristály előállításához. Ezen kristályosítási paraméterek kismértékű változtatásával tudjuk befolyásolni az előállított kristályok minőségét. A kristályokat mozaicitásuk mértékével minősíthetjük. A mozaicitást a kisszőgű szemcsehatárok száma és szöge határozza meg. A mozaicitás mértéke a felhasználás szempontjából lényeges. A mozaicitás mértékét a neutronszerkezeti kísérletnél kapott csúcs félérték szélességével ($\Delta\Theta$) jellemezzük. Ha a mozaicitás túlságosan kicsi, ($\Delta\Theta < 0,5^\circ$) a neutronnyaláb intenzitása nem kívánt mértékben lecsökken, az ilyen kristállyal monokromatizált nyalábot nehéz, esetleg lehetetlen detektálni. Ha a kristály mozaicitása túl nagy ($\Delta\Theta > 1,5^\circ$) a nyaláb nem kívánt mértékben divergens lesz.

3. A kristályosító kapszula

A kapszula alumínium-oxid kerámiából készült. Ennek oka, hogy az új csírák keletkezésének megakadályozása végett a kapszula belső falának a lehető legsimábbnak kell lennie, valamint olyan anyagú kapszulára van szükség, amit a Heusler ötvözet nem nedvesít.

Ha a kapszula elején lévő kúp hegyén a görbületi sugár megfelelően kicsi, csak egy csíra keletkezik a kristályosítás kezdetekor. Megfelelő kristályosítási paraméterekkel (hőmérséklet gradiens, front mozgatási sebesség) történő egyirányú hőelvonás eredményeként nem keletkeznek új csírák, hanem a kúp hegyében keletkezett fog tovább nőni. A létrehozott darab így egy kristályból áll, orientációja megegyezik a csíra orientációjával. Ezek figyelembevételével terveztük meg, és készítettük el a kristályosító kapszulát. A kapszula egy 30° -os nyílásszögű kúppal kezdődik. Azért, hogy a kész kristályt ki tudjuk venni a kapszulából annak széttröszése nélkül a kúp 3° -os dőlésszöggel rendelkező henger szerű testben folytatódik.

4. Univerzális sokzónás kristályosító (UMC)

A kísérletekhez használt sokzónás kristályosító egy csökemence amely 24 külön-külön fűthető, illetve szabályozható zónából áll, az egyes zónák vastagsága 15 mm. A két zóna között félúton

találhatók a zónákat „szabályozó” termoelemek. Minden fűtőtekercset az alatta található termoelem „szabályozza”.

A kemencék zónánkénti pontos szabályozása révén a kemence terében bizonyos határok között tetszőleges hőmérsékletprofil alakítható ki és mozgatható, így egyirányú kristályosítás végezhető a kemence és a darab mozgatása nélkül. A kísérletek során a kemencében a nyomás 10^{-6} mBar volt.

5. Kísérletek

A kísérletekkel azt a hőmérséklet gradienst és front mozgási sebességet akartuk megállapítani, amelynél az adott körülmények között megfelelő mozaicitású egykristály növeszthető.

A kristályosítási paraméterek többféle variációja mellett végeztünk kísérleteket. Az UMC-vel elvégzett kísérletek mindegyike egykristályt eredményezett. A kristályok mozaicitásukban térnek el egymástól.

- Használt hőmérséklet-gradiensek [K/mm]: 3; 4; 6;8
- Használt kristályosítási sebességek [mm/h]: 2; 3

A kristályosító berendezés hőmérséklet-mezője

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

1. ábra A kristályosítási front helyének változása az idő függvényében

2. ábra Az egykristály széléről készített felvétel

A 1. ábrán, amelyen a kristályosodási front helyét mutatjuk be az idő függvényében jól elkülöníthető a kísérlet három szakasza, az olvasztási szakasz, amely során a polikristályos darab megolvad, a hőntartási szakasz, ahol az olvadékot 3 órán keresztül hőntartottuk és a kristályosítás szakasza is. Jól megfigyelhető a kísérletek során használt módszer, hogy a kristályosítás során előbb két zónányit kristályosítottunk, majd egy zónányit visszaolvasztottunk a darabból. Ennek a

módszernek a célja az volt, hogy az esetlegesen keletkező új csírákat visszaolvasszuk, elősegítve ezzel az egykristályos állapot kialakulását.

6. Kristályosítások eredménye

Az előállított kristályokat fénymikroszkóp, energiadisziperz mikroszkop, neutron-diffrakciós vizsgálatok és röntgen Laue felvételek segítségével értékeltük ki. Megállapítottuk, hogy a darabok összetétele megfelelő, a kristályosítás során nem változik jelentős mértékben, az alapszövet mellett megtalálható a β -mangán kiválás. Kristályhatárok nincsenek, a darabok egykristályok.

A kész darabokon neutron-diffrakciós vizsgálatokat végeztünk, azért, hogy a kristályokat minősíteni tudjuk a mozaicitásuk alapján. A vizsgálatokat a KFKI-OSZKI-ben végeztük egy kétdimenziós detektor és polikromatikus neutron-nyaláb segítségével. A vizsgálatok eredményeként megtudtuk, hogy a kristályok mozaicitása a kristályosítási paraméterek függvényében $0,9^\circ$ - $2,9^\circ$ között változik. A megfelelő felhasználáshoz $0,5^\circ$ - $1,5^\circ$ kell lennie a mozaicitásnak, tehát találtunk olyan paraméter-kombinációt, amivel megfelelő kristályokat tudunk előállítani.

7. Összegzés

Eddigi kísérleteink során sikerült olyan módszert kifejleszteni, amelyik alkalmas egykristály gyártására Heusler ötvözetből. A kristályok minősége a kristályosítási paraméterek segítségével változtatható. Az általunk előállított kristályok orientálás és darabolás után alkalmasak lesznek neutronnyaláb egyidejű monokromálására és polarizálására

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-Aluminium, Z. Metallkunde, 1966, 12, 889-901
- [4] Roósz András, Teleszky Ilona, Tóth Levente: Egykristály Turbinalapát előállítása egyirányú kristályosítással úrkemencében, részjelentés, Miskolci Egyetem, Miskolc, 1995
- [5] D. Goldschmidt: Einkristalline Gasturbinenschaufeln aus Nickelbasis-Legierungen, Mat.-wiss. und Werkstofftech, 1994, 25, 311-320

Veres Zsolt/ Doktorandusz

MTA-ME Anyagtudományi Kutatócsoport

H3515 Miskolc-Egyetemváros Miskolci Egyetem Fémtni Tanszék

Tel: +36-30-851-8385

Fax: +36-46-565-201

E-mail: vezso@ludens.elte.hu