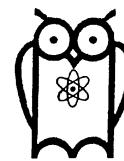




MISKOLCI EGYETEM
MŰSZAKI ANYAGTUDOMÁNYI KAR
TUDOMÁNYOS DIÁKKÖRI DOLGOZAT
3515 MISKOLC Egyetemváros



„In-situ” fémemulziók létrehozására vizsgált rendszerek

Készítette:
Nagy Orsolya

Konzulensek:

Szabó József

Dr. Kaptay György

Anyagtudományi Intézet

2011. november

Tartalomjegyzék

1.	Bevezetés	2
2.	Az emulziók elmélete.....	3
2.1.	Emulziók áttekintő elmélete.....	3
2.2.	Fémemulziók alapjai.....	6
I.	Pickering-eljárás	7
II.	'In-situ' eljárás	9
3.	A kísérletek előzménye, eddigi eredmények	10
4.	A Ti és B szerepének vizsgálata	12
4.1.	Kísérleti terv	13
4.1.1.	A javasolt kísérletek paraméteres bemutatása	13
4.1.2.	Az ötvözetek előállítása	15
4.2.	A kísérletek végrehajtása	16
4.2.1.	Az ötvözetek előállítása.....	16
	Al-10Sr alapötvözet.....	17
	Ti-tartalmú Al-10Sr ötvözet	17
	B-tartalmú Al-10Sr ötvözet	18
	Ti és B-tartalmú Al-10Sr ötvözet	18
4.2.2.	A kísérletek megvalósítása változtatással, eredmények	19
	BNCN_11 kísérlet (Ti és B mentes).....	21
	BNCN_12 kísérlet (Ti-tartalommal).....	25
	BNCN_13 kísérlet (B tartalommal)	27
	BNCN_14 kísérlet (ellenőrző kísérlet, Ti és B tartalommal)	28
	BNCN* (extra kísérlet TiB ₂ -vel)	32
4.3.	Összegzés a Ti és B szerepét vizsgáló kísérletekhez	35
5.	Egyéb Al-alapú rendszerek vizsgálata emulzió-létrehozás céljából	38
5.1.	Kísérleti terv	39
1.	Emulzifikálás Al/Si+Bi rendszerben.....	39
2.	Emulzifikálás Al/Fe+Bi rendszerben.....	40
3.	Emulzifikálás Al/Sr+Bi rendszerben	Hiba! A könyvjelző nem létezik.
5.2.	A kísérletek	42
5.2.1.	Al-Si rendszer	43
	ISE_1 kísérlet (röví. In Situ Emulsion).....	43
	ISE_4 kísérlet.....	53
5.2.2.	Al-Fe rendszer	62
	ISE_2 kísérlet.....	62
5.2.3.	Al-Sr rendszer.....	67
	ISE_3 kísérlet.....	67
5.2.4.	Összegzés egyéb Al-alapú rendszerekben történő in-situ emulzifikáláshoz ...	75
6.	Értékelés	76
	Köszönetnyilvánítás	77
	Irodalom	78

1. Bevezetés

Szükségtelen taglalnunk milyen jelentőséggel bírnak az emulziók mindennapi életünkben. Kezdve természetes képviselőivel, például a tejtermékekkel, melyeket már ükanyaink is fogyasztottak, használtak és előállítottak. A tudomány fejlődésével az iparban is széleskörűen használni kezdték az emulziós ismereteket. Gyakran nem is gondolnánk, hogy egy-egy látóköörünkbe tévedt termék esetében is emulzióról beszélhetünk. S mivel a fogyasztói társadalom részéről igény mutatkozott a termékek minőségének fejlesztésére, a kolloidika tudományterületének tágulásával nyert ismeretek által az emulziók mára jelen vannak majd' minden ágazatban. Csak párat említve közülük: a mezőgazdaság, a kozmetikaipar, építőipar, gyógyszeripar stb. is alkalmaz emulziókat. Bár már az 1965-ben magyar nyelven megjelent Paul Becher: Emulziók című könyvében [1] a fémemulziók megnevezést már megemlíti, mégis alig szűk három esztendeje, hogy a „fémemulzió” fogalma publikációkban is megjelent. A Miskolci Egyetemen elsőként – Dr. Kaptay György vezetésével – Dr. Budai István disszertációjában [2] fektette le a fémemulziók megvalósításának metodikáját, azóta számos cikk [3][4][5] és egy szabadalom is köthető a témakörhöz [6]. (Nincs tudomásunk, hogy a szakirodalomban ezelőtt valaki is kutatott volna ebben a témában.)

Sok apró lépés és tapasztalat szükséges még, hogy a fémemulziók egy napon megjelenjenek az ipari használatban. Még rengeteg sötét foltot kell megvilágítanunk a biztos és tudatos technológia-tervezés és azt megelőző mögöttes elméleti háttér felvázolásának érdekében. Ezt a munkát segítik a jelen tudományos diákköri dolgozatban bemutatott kísérleti eredmények.

A tavalyi fémemulzió-kísérletekben azt vizsgáltam, hogy a keverési paraméterek és körülmények hogyan befolyásolják általában véve a diszpergálás mértékét és a stabilizálás sikerességét. Akkor nyitva maradt egy kérdés, aminek megválaszolására a dolgozat első részében tesztek próbát. Ezt követően új, ismeretlen összetételeknél kutatom a fémemulziók megvalósítási lehetőségeit.

Következzen az ideai munkát kísérő elmaradhatatlan idézet, amely a tavalyitól eltérően szelídebb hangvételű, nagyobb kitartásra sarkall.

„Mindig a jövőnek kell dolgozni, nem a hirtelen zsebre vágható pillanatnyi sikernek.”

(Móricz Zsigmond)

2. Az emulziók elmélete

A fémemulziók irodalmának tárgyalásakor továbbra is a kolloidkémiai alapismeretekre kell hagyatkoznunk, hiszen a fémemulziók területe még olyannyira új, hogy rögzített és elismert elméletről máig nincs tudomásunk. A fémemulziók előállítása során kolloidkémiai eljárásokat valósítunk meg – nagyhőmérsékleten.

2.1. Emulziók áttekintő elmélete

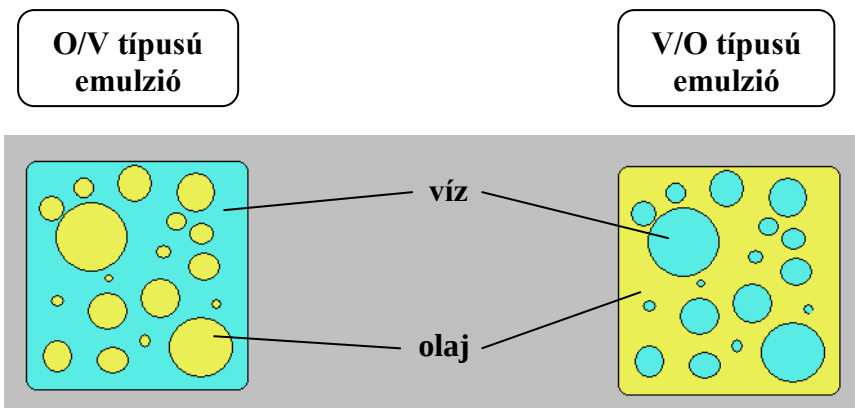
Korábban az emulzió megfogalmazásához az egyik emulzió-tudományban kiemelt szakember, Paul Becher definícióját [1] kölcsönöztem, mely így hangzik:

„Az emulzió olyan heterogén rendszer, amelyben legalább egy, avval nem elegyedő folyadék van a másik folyadékban átlagosan 0,1 μm -t meghaladó átmérőjű cseppecskék formájában bensőségesen diszpergálva. Az ilyen rendszereknek van egy minimális stabilitásuk, amely felületaktív vegyületekkel, finom eloszlású szilárd anyagokkal és egyéb hasonló adalékokkal még jobban kihangsúlyozható.”

De hogy közelebb hozzuk a hétköznapi világához ezt a tudománykört, érzékeltessük egy rövidebb definícióval, mit értünk emulziók alatt:

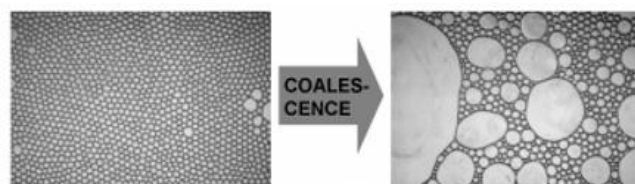
„emulzió lat 1. vegy két egymásban nem oldódó folyadéknak v. híg anyagnak szabad szemmel egymeműnek látszó elegye” [7]

Képzeljünk el tehát egy diszperz rendszert, melyet alkotó két folyadék egymásban diszpergálva, homogénen szétosztatva van jelen. Közülük az egyik fázis, mely homogénen szétosztatva fordul elő, a diszperz rész. Az a fázis pedig, amely befoglalja az elosztatott cseppeket, a folytonos fázis vagy diszperziós közeg. Attól függően, hogy melyik fázis melyik szerepet kapja – a diszpergált vagy diszperziós rész szerepét – az emulziók két típusát különböztetjük meg Ostwald szerint (1.ábra). Ha egy olajból és vízből álló emulziót tekintünk, létezik egy olaj-víz (olaj a diszperz rész) és egy víz-olaj (víz a diszperz rész) emulzió, melyeket O/V ill. V/O rövidítéssel láttak el.



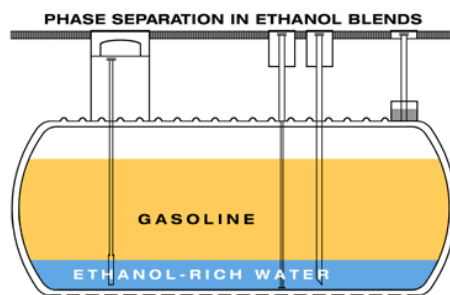
1. ábra Az emulziók Ostwald szerinti megkülönböztetése

Az előbb elképzelt diszpergált állapot csak ideig-óráig áll fenn egyéb beavatkozás nélkül. Eredendően a rendszer egyensúlyi helyzetre törekszik, s ezt a diszpergált rész a cseppek koaleszkálásával (2. ábra), összefolyásával majd sűrűségkülönbségénél fogva a másik fázistól való szeparációval igyekszik elérni.



2. ábra Az emulzió destabilizációját segítő koaleszkáló cseppek
(Forrás: <http://www.ou.edu/engineering/nanotube/emulsion.htm>)

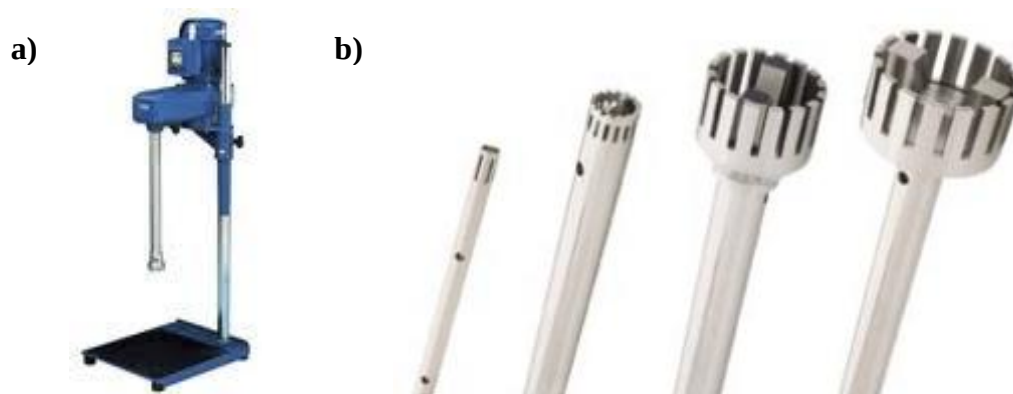
Kellő időn túl az egyensúlyi helyzet beálltával el is éri, tehát egy olyan rendszert kapunk, amelyben a fázisok egymás felett elkülönülve (3. ábra), közös határfelülettel léteznek.



3. ábra Fázis-szétválás üzemanyag tartályban
(Forrás: <http://www.tanknology.co.uk>)

(Megjegyzés: A gázolaj-etanol víztűrő képessége igen rossz. Hideg időben a 10%-os etanol-tartalmú motorhajtóanyagban már 0,5%-os víztartalom is fázis-szétválást okozhat. A szeparáció során egy felső, gázolajban dús és egy alsó, alkoholban dús rész alakul ki. [8])

Ennek meggátlására, ha emulzió készítése a cél, és nem szétválasztás, különféle határfelületi energiákat növelő felületaktív anyagokat, ún. emulgeálószerket alkalmaznak, melyek a csepp–folytonos közeg határfelületére gyűlve stabilizálják a cseppeket, s így a koaleszkálást elkerülve sikerül a diszperz részt a diszperziós közegben elosztatva megtartani. A stabilizálásra rásegíthetünk különböző mechanikai készülékekkel, egyszerű keverőkkel, homogenizátorokkal, kolloidmalmokkal, összefoglaló néven *emulzátorokkal* is (4.ábra).



4. ábra a, *Emulgeáló készülék és b,* *emulzátor fej kialakítások*

(Forrás:<http://t3.gstatic.com>; <http://www.ika.com>)

Az emulziók előállításakor kulcsfontosságú szerep jut a stabilizálásnak. A nem stabillá tett emulziókban a fázisok szétválása már csekély sűrűségkülönbség hatására is megtörténik. Ez a fémemulziókban még sűrűbben előfordul, hiszen itt rendkívül nehéz fázist próbálunk diszpergálni a könnyebb alumínium közegben. A stabil emulziók feltételei közül a legfontosabbat, a nedvesítési permszöget a fémemulziók tárgyalásánál mutatom be röviden.

2.2. Fémemulziók alapjai

Fémemulziók előállításához felhasználtuk a monotektikus ötvözetek tulajdonságát. Monotektikus ötvözetekről akkor beszélhetünk, ha a fémötvözetek magas hőmérsékleten egymásban nem elegyedő fémolvadékot alkotnak. Monotektikus hőmérséklet alá hűtve a rendszert előbb az egyik, majd az eutektikus hőmérséklet alatt a másik alkotó szilárdul meg. Ezzel szilárd monotektikus ötvözetet kapunk, mely normálisan két – a sűrűségkülönbség következtében – egymás felett elhelyezkedő fázist mutat. [2]

Kísérleteim során minél homogénebb, illetve minél stabilabb fémemulzió előállításán fáradoztam. Az olvadákcseppek diszpergálását a közegben mechanikai úton, keveréssel valósítottam meg. A kísérletek végkimenetelére döntően kétféle destabilizáló mechanizmus hatott.

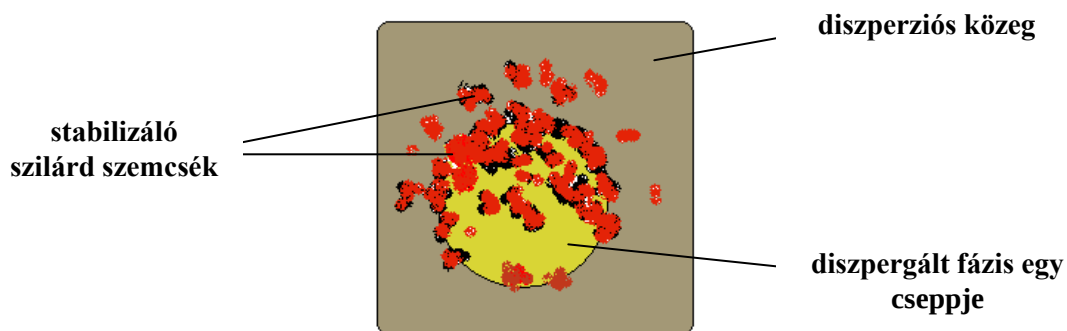
- Az emulziót alkotó fázisok sűrűségkülönbsége, mely a gravitációs térben a mátrixanyag és a diszpergált rész szétülepedését okozza.
- A fázisok közötti határfelületi energia léte és nagysága, ami miatt a rendszer a kisebb fajlagos felület elérésére törekszik, azzal, hogy a cseppeket koaleszkálásra készíti.

Az előbbi tényezők a homogén stabil emulzió elérése ellen dolgoznak, melyeknek kiküszöbölése nagy kihívás. Megoldásukra az elméleti két út közül az egyiket, ahol a gravitációmentes tér megvalósítása földi technológiákban irreális, elvethetjük. Egyetlen járható út a diszpergált állapotban történő befagyasztás, mikor a cseppek mátrixanyagban való ülepedését elkerülve, azok rögzítését gyors hűtéssel érjük el. A Miskolci Egyetemen és a BAYATI kooperációjában végzett kísérletekben ezt az extrém nagy hűtési sebességet lézeres technikával sikerült megvalósítani. [9] A technika hátránya, hogy ez az eljárás a minta vastagságával van limitálva. Mivel a vastagsággal együtt a kristályosodás ideje is nő, ez egy makroszkopikus vastagságú elem gyártásánál, egy homogén eloszlású fémemulzió esetére nem kivitelezhető. Ezért sikeres fémemulzió gyártásához minőségileg ettől eltérő stabilizációs mechanizmus alkalmazása szükséges. A stabilizálási mechanizmus a kolloidkémiaiban valamilyen harmadik komponens alkalmazásával történik, ami lehet felületaktív anyag, vagy szilárd szemcsés anyag [10].

Fémemulziók esetében ez utóbbi, szilárd szemcsékkel való stabilizálásra két eljárást alkalmaztam.

I. Pickering-eljárás

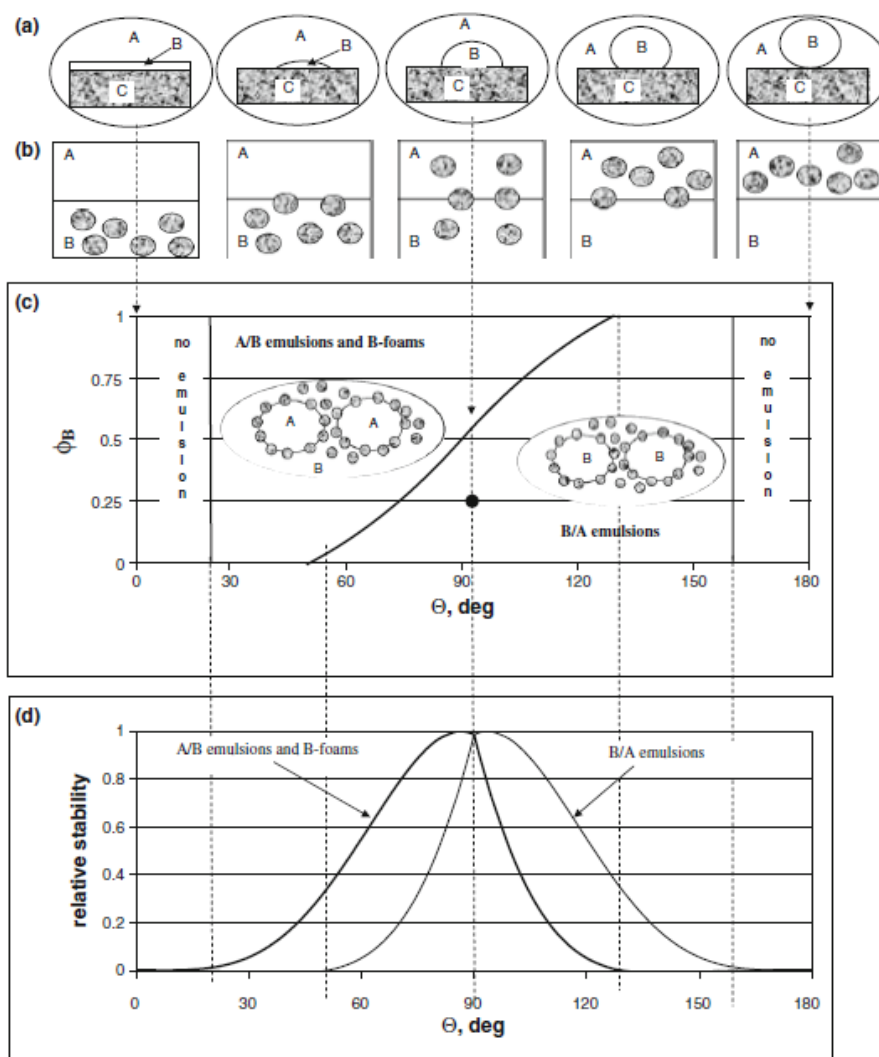
A Pickering-emulziók létrehozásának lényege abban áll, hogy harmadik komponensként szilárd szemcséket juttatok a rendszerbe, melyek emulgeált állapotban a két nem elegyedő fázis határára gyűlve elegendő energiatöbbletet jelentenek a cseppek koaleszkálásánál lejátszódó mechanizmus visszatartására. A kísérleteim egy részében a stabilizáló harmadik fázist a diszperziós közegként szolgáló kompozit anyaga tartalmazta.



5. ábra *Csepp stabilizálása a határfelületre vándorló szilárd szemcsékkel*

A Pickering eljárásban (5. ábra) a szilárd szemcsék megfelelő helyen történő rögzítéséről a peremszög helyes beállításán keresztül gondoskodhatunk.

Pickering [11] szerint, aki behatóan tanulmányozta a finom porokkal stabilizált emulziókat, az O/V típusú emulziók képződésének feltétele, hogy a szilárd anyagot a víz könnyebben nedvesítse, mint az olaj. Innen a szilárd anyag megoszlása három határfelületi feszültség megoszlásától függ, melyet a Young egyenlet ír le. Szemcsékkel stabilizált fémolvadék-emulziók keletkezésénél ugyanolyan tényezők döntenek, mint a jól ismert szemcsékkel stabilizált olaj-víz emulzióknál.



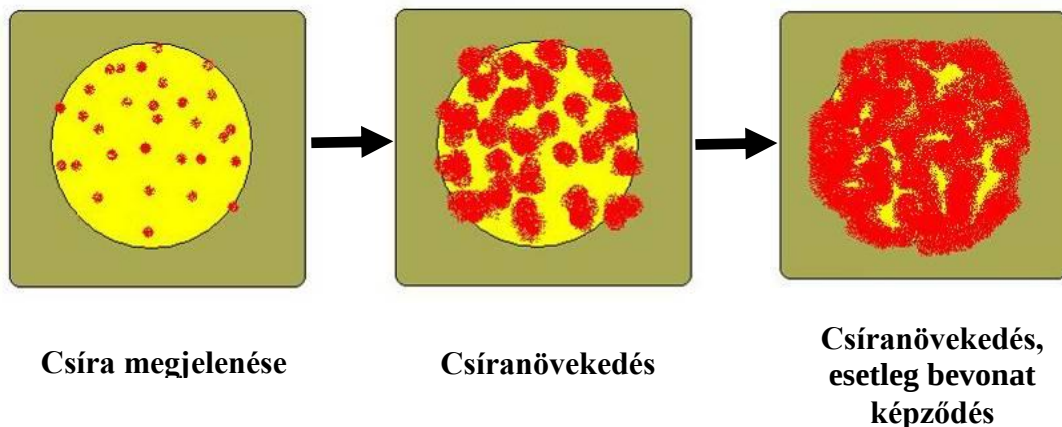
6. ábra A stabilitás alakulását szemléltető diagramok és magyarázó ábrák [3][15]

Az elméleti diagram [3] azt szemlélteti, a stabil emulzió hogyan alakul a peremszög és a résztvevő fázisok arányainak függvényében (6.c.) és d)). Az a) ábra mutatja az A folyadék peremszögének alakulását C szilárd anyagon, ha azt B folyadék veszi körül. A C szilárd szemcsék helyzete A és B folyadék fázisok között a b) ábra alapján alakul. A d) grafikon pedig a különböző emulziótípusok relatív stabilitását mutatja.

II. 'In-situ' eljárás

Az in-situ eljárás alatt az értendő, hogy a két, egymással nem elegyedő, de egymásban diszpergált fémolvadék cseppjeit stabilizálhatjuk oly módon, hogy a stabilizáló fázist az alapötvözet olvadékából hűtés során hozzuk létre rendszeren belül (tehát nem kívülről bejuttatott, adott méretű szemcsékről van szó). Ha a nedvesítési viszonyok megfelelőek ($60 - 120^\circ$), akkor az olvadékból kristályosodó szilárd fázis szemcséi a diszpergált cseppek határfelületére ülnek, megakadályozva a nagyobb cseppekké való összeállásukat.

Ezen módszer nagy előnye lehet, hogy a hűlés során növekvő fázis mérete elvileg a technológiai paraméterek által szabályozható (minél kisebb a szemcsék mérete, annál kisebb cseppeket képesek stabilizálni), valamint az olvadékból létrejött szemcsék határfelületén a nedvesítés mértékét nem rontja szennyeződés, oxidáció vagy gázadszorpció. Ha a hűtés sebességét optimálisan szabályozzuk, elérhető, hogy az olvadék befagyása előtt heterogén csíráképződéssel a kisméretű szemcsék összefüggő stabilizáló réteget hozzanak létre a diszpergált cseppek felületén [10], ezt szemlélteti a 7. ábra.



7. ábra Az in-situ stabilizálás lényege a fémemulziós kísérletekben

Ehhez a likvidusz görbe feletti hőmérsékletre kell kiindulunk, ahol egymás mellett két olvadékfázis van jelen, majd a hűtés során a likvidusz vonal alatt precipitálódik a stabilizáló fázis (a hűléssel növekvő ütemben). A diszpergáltság mértékét a hűtés közbeni keveréssel tartjuk fenn, amely elvileg a nonvariáns hőmérsékletig lehetséges, az alatt a nagyobb olvadáspontú rendszer befagy.

3. A kísérletek előzménye, eddigi eredmények

Az anyagtudományi területen folyó kutatásokba 2010 tavaszán kapcsolódtam be, miután keresztféléves levelező hallgatóként felvételt nyertem a Miskolci Egyetem Anyagmérnöki Karának MSc képzésére. Kutatásaimat a BZAKK Nanotechnológiai Intézeti Kihelyezett Tanszék Nanotechnológiai Laboratóriumában kezdtem fémreológiai mérésekkel, majd Dr. Budai István segédletével bekapcsolódtam a fémemulziós kísérletekbe. A témában kapott eredményeket az előző évben benyújtott TDK dolgozatban összegeztem, melyben a fémemulzió megvalósítási lehetőségeit a következő három rendszerben vizsgáltam:

1. Al/SiC+Bi

2. Al-12Sr-1Ti-0,2B+Cd

3. Al-8Sr+Cd

1. Az első rendszerben Al/SiC és Bi keverésével, szemcsékkel való stabilizálás (Pickering-eljárás) révén állítottam elő fémemulziót. A stabilizálást a kompozit anyagában erősítésként alkalmazott SiCp szemcsék hajtották végre. Eredmények:

- a korábbi Budai István-féle eredményeket sikeresen reprodukáltam
- a kompozit-Bi fázisarány eltolásával fordított fémemulzió született, Bi/Al emulzió $\Rightarrow$ Al/Bi emulzió [12]
- új típusú, nagyobb fordulatszámú ($n_{\max} = 20\,000$ rpm) homogenizátor használatával javult a keverés hatékonysága
- az új homogenizátorral kis mértékben csökkent a stabilizálható csepp mérete, ezzel a cseppek minimális méretét ebben a rendszerben limitáltuk (a 10-20 mikronos SiC szemcsékkel 100-200 mikronos Bi cseppeket sikerült stabilizálni).

2. Al-12Sr-1Ti-0,2B ötvözet és Cd emulgeálása 'in-situ' módszerrel valósult meg. Hűlés folyamán az alapötvözetből kivált Al_4Sr intermetallid fázis jelent meg a csepp körül, stabilizálva azt. Eredmények:

- a korábbi Budai István-féle kísérlet sikeres reprodukálása eredményeként a $T_{\text{keverés}} < T_{\text{likvidusz}}$ feltétel mellett szilárd stabilizáló intermetallid fázist jelent meg a Cd csepp felületén

→ a $T_{\text{keverés}} > T_{\text{likvidusz}}$ esetén a Cd csepp felületén egy folytonos réteget mutattam ki, ami a lehető legjobb mód a koaleszkálás elkerülésére, ezzel a stabil emulzió megtartására

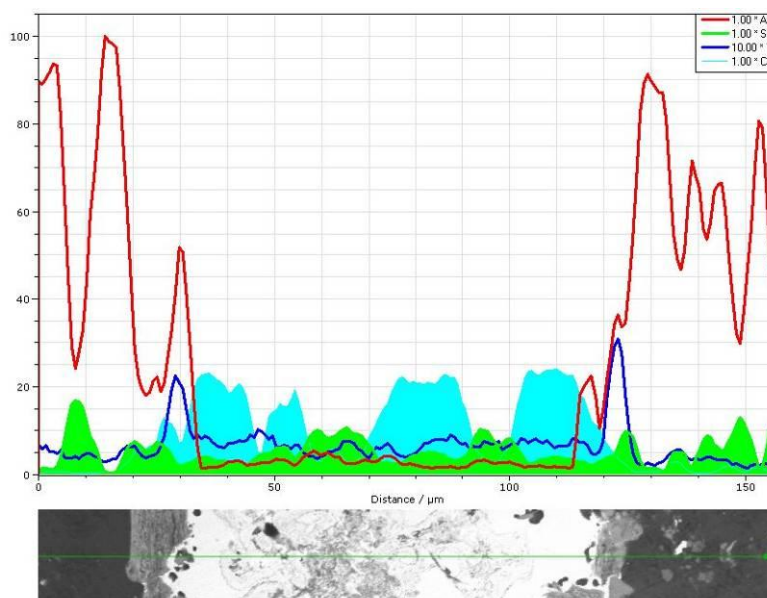
3. A Ti és B-mentes Al-8Sr ötvözet és Cd keverésével véghezvitt kísérletekben szintén 'in-situ' módszerrel kívántunk stabilizálni. Eredmény:

→ változó tömegarányokkal vizsgált rendszerek mindegyikében az intermetallid a mátrixban vált ki, a Cd cseppek sikertelen stabilizálását feltételesen a Ti és B hiányához kötöttük. A Ti és B stabilizáló szerepét a jelenlegi dolgozat vizsgálja.

Az eddigiek áttekintése után körvonalazódik, hogy a 2. és 3. rendszer eltérése a Ti és B jelenlétében határozható meg. Míg az előbbiben az Al₄Sr intermetallid a Cd csepp felületén vált ki, utóbbi esetben csupán a mátrixban, így kérdés, hogy a stabilizálásban milyen szerep jut a két elem előfordulásának.

4. A Ti és B szerepének vizsgálata

A vizsgálat elvégzésével szerettünk volna választ kapni egy 2010-es fémemulzió témában megjelent cikk (Budai-Kaptay, Intermetallics, 2010) felvetésére, ami nem adott bizonyosságot arról, hogy az Al-10Sr-1Ti-0,2B ötvözet Cd-mal alkotott fémemulziójának stabilizált megjelenésében milyen szerep jut a Ti illetve B elemeknek. Ez a kérdés újra aktuálissá vált a tavalyi TDK dolgozatban bemutatott kísérletsorozat alkalmával, mikor a kiértékelések során megállapítottuk, hogy az **Al-10Sr-1Ti-0.2B + Cd** rendszerben sikerült emulziót előállítanunk, míg a másik összetétel esetében, tehát **Al-8Sr + Cd** rendszerben nem, annak ellenére, hogy a fázisok tömegaránya hasonló volt. Az emulzió stabilitását ezért a Ti-tartalomnak, és/vagy a B-tartalomnak tulajdonítjuk.



8. ábra Linescan felvétel egy Al₄Sr intermetalliddal stabilizált Cd cseppen keresztül [10]

Ezt alátámasztja az a tény, hogy a Ti-, és B-tartalmú esetben a Cd cseppek és a stabilizáló szemcsék határfelületén Ti-dúsulást találtunk (az esetleges B-dúsulás kimutatására nem volt lehetőség). Kísérleti terv készült annak vizsgálatára, hogy milyen szerepet játszik a Ti (és/vagy B) a stabilizálásban.

4.1. Kísérleti terv

A javaslat lényege, hogy B-mentes, de Ti-tartalmú, illetve Ti-mentes, de B-tartalmú kísérletet végezzünk annak vizsgálatára, hogy a Ti-nak és a B-nak milyen az egymástól független, vagy együttes szerepe.

1. táblázat Korábbi kísérletek összegző táblázata Al-8Sr/Cd rendszerben

Kísérlet száma	Bemért anyag [g]			Keverés		Hőmérséklet [°C]		Emulzió
	ötvözet	Cd	m arány	sebessége [1/min]	Ideje [s]	Névleges	Mért	
Al-10Sr-1Ti-0.2B + Cd								
BNCN_3	89	45,3	0,34	9400	30	770	690	Cd/Al
BNCN_8	91,14	58,943	0,39	1700 + kézi kev.	30	950	755	Cd/Al
BNCN_8 ism	előző kísérletből visszamaradt anyag tömege: ? g			11200	8	940	752	Cd/Al
Al-8Sr + Cd								
BNCN_9	71,384	41,012	0,36	9400	30	940	770	nincs
BNCN_10	43,383	51,382	0,54	9600	30	920	743	nincs
BNCN_10 ism	előző kísérletből visszamaradt anyag tömege: 60,853 g			11400	10-12	940	752	nincs

Mivel az Al-10Sr-1Ti-0,2B/Cd (BNCN_3) ötvözetből indultunk, valamint itt valósult meg a stabilizáció, ezért ezt tekintjük kiindulási kísérletnek. A korábbi kísérletekben (BNCN_8, BNCN_9, BNCN_10, BNCN_8 ism, BNCN_10 ism) nem 10, hanem 8 % Sr-tartalmú ötvözetet használtunk. Ez azonban nem optimális akkor, ha teszt-kísérleteket akarunk összehasonlítani, ezért a következőkben leírtakat terveztem.

4.1.1. A javasolt kísérletek paraméteres bemutatása

- **BNCN_11. kísérlet:** a BNCN_3 kísérlettel mindenben azonos kísérlet, de 10 % Sr-tartalommal, Ti- és B-mentesen. Itt a BNCN_9-10-es kísérletekkel azonos eredményt várok, azaz nem lesz emulzió stabilizáció.

- **BNCN_12. kísérlet:** A BNCN_11-sel mindenben azonos kísérlet, de + 1% Ti-tartalommal. Ha az emulzió itt stabilizálódik, akkor abban csak a Ti-nak van szerepe. Ha az emulzió itt nem stabilizálódik, akkor abban a B-nak is, vagy csak a B-nak van szerepe (a BNCN_3 kísérletben talált Ti-csúcs lehet, hogy nem primér Ti-csúcs, hanem csak a B-ral együtt kerül oda, hiszen a titán-borid stabil).
- **BNCN_13. kísérlet:** A BNCN_11-essel mindenben azonos kísérlet, de + 0,2% B-tartalommal. Ha az emulzió itt stabilizálódik, akkor abban csak a B-nak van szerepe. Ha az emulzió itt nem stabilizálódik, akkor abban a Ti-nak is, vagy csak a Ti-nak van szerepe.
- **BNCN_14. kísérlet:** a Ti szerepének tisztázása után a BNCN_3-mal azonos kísérlet, de újonnan előállított ötvözzel.

2. táblázat Új kísérletek összegző táblázata terv szerinti paraméterekkel

Kísérlet	Ötvözet összetevői	Ötvözet (g)	Cd (g)	Keverés 1/min + s	Olvadék T, (°C)
BNCN_3	Al-10Sr-1Ti-0,2B	89	45,3	9400 + 30	690
BNCN_11	Al-10Sr	89	45,3	9400 + 30	690
BNCN_12	Al-10Sr-1Ti	89	45,3	9400 + 30	690
BNCN_13	Al-10Sr-0,2B	89	45,3	9400 + 30	690
BNCN_14	Al-10Sr-1Ti-0,2B	89	45,3	9400 + 30	690

A döntési mátrixot a 3. táblázatban mutatom be. A 3. táblázatban a BNCN_3-as (és BNCN_14-es) kísérletben van emulzió (+), és feltételeztem, hogy a BNCN_11-esben nem lesz (-) emulzió, hasonlóan a BNCN_9 és 10-es eredményekhez. A kérdés az, hogy a BNCN_12-13-as kísérletek egyelőre ismeretlen eredményeiből milyen logikai következtetés származtatható.

3. táblázat *Döntési mátrix annak függvényében, hogy a BNCN_12-13-as kísérletekben stabilizálódik (+), vagy nem (-) az emulzió*

lehetőség	BNCN_3, BNCN_14	BNCN_11	BNCN_12	BNCN_13	Konklúzió
1	+	-	+	+	a Ti és a B külön-külön is stabilizál
2	+	-	+	-	A Ti stabilizál, a B felesleges
3	+	-	-	+	A B stabilizál, a Ti felesleges
4	+	-	-	-	A Ti és a B csak együtt stabilizál

4.1.2. Az ötvözetek előállítása

Kiindulási anyagok:

Al-30Sr ötvözet; 99,7%-os tisztaságú kohóalumínium; Ti-tartalmú K_2TiF_6 só; B-tartalmú KBF_4 só; NaCl-KCl ekvimoláris alapsó + 10% NaF.

- Az Al-10 Sr alapötvözet előállítása**

A kísérletekhez minimálisan 400g Al-10Sr ötvözetre van szükségünk. Ehhez x g Al és y g Al-30Sr kell. Az $x+y = 400$. A Sr-mérlegből: $30y = 10(x+y)$. Az előzőt ide behelyettesítve: $30y = 10 \cdot 400 = 4000$, azaz $y = 133,3$ g, $x = 266,7$ g.

Tehát 266,7 g Al-mal hígítunk 133,3 g Al-30Sr ötvözetet. Ezután az ötvözetből ki kell venni 89 g-ot a 11-es kísérletre. A maradék 311 g-ot érdemes azonos részekre bontani, darabonként 103,7 g tömeggel.

- Az Al-10Sr-1Ti ötvözet előállítása**

Vesszük az egyik 103,7 g tömegű Al-10Sr darabot. Kell hozzá x g (NaCl-KCl)-10NaF + 10% K_2TiF_6 só úgy, hogy 1 % Ti kerüljön az Al-ba. Ehhez 1,037 g Ti-t kell bevinni. Feltételezem, hogy a Ti-ion és az Al cserereakcióba lép, közel 90 %-os hatásfokkal. Tehát a sóban $1,037 / 0,9 = 1,15$ g Ti ion kell. A só 100 g-ja 10 g K_2TiF_6 -ot tartalmaz, míg az utóbbi Ti-tartalma $100 \cdot 47,9 / (47,9 + 2 \cdot 39,1 + 6 \cdot 19,0) = 20$ %, azaz a só 100 g-ja 2 g Ti-t tartalmaz. Tehát 1,15 g Ti ion 57,5 g sóban lesz.

Tehát az egyik 103,7 g tömegű Al-10Sr darabot kell összeolvasztani 57,5 g (NaCl-KCl)-10NaF + 10% K_2TiF_6 sóval 700 °C környékén. Ezután az ötvözetből ki kell venni 89 g-ot a 12-es kísérlethez, a többi mehet analízisre.

- **Az Al-10Sr-0,2B ötvözet előállítása**

Vesszük a másik 103,7 g tömegű Al-10Sr darabot. Használjunk hozzá 57,5 g (NaCl-KCl)-10NaF + z% KBF₄ sót úgy, hogy 0,2 % B kerüljön az Al-ba. Ehhez 0,207 g B-t kell bevinni. Feltételezem, hogy a B-ion és az Al cserereakcióba lép, közel 90 %-os hatásfokkal. Tehát a sóba $0,207 / 0,9 = 0,23$ g B ion kell. A só 57,5 g-ja 0,575z g KBF₄-et tartalmaz, míg az utóbbi B-tartalma $100 * 10,8 / (10,8 + 39,1 + 4*19,0) = 8,58$ %, azaz a 0,575z g KBF₄-ben 0,0493z g B van jelen. Ahhoz, hogy ebből a szükséges 0,23 g B legyen, $z = 4,67$ %.

Tehát a másik 103,7 g tömegű Al-10Sr darabot össze kell olvasztani 57,5 g (NaCl-KCl)-10NaF + 4,67% KBF₄ sóval 700 °C környékén. Ezután az ötvözetből ki kell venni 89 g-ot a 13-es kísérlethez, a többi mehet analízisre.

- **Az Al-10Sr-1Ti-0,2B ötvözet előállítása**

Vesszük a harmadik, 103,7 g tömegű Al-10Sr darabot, és összeolvasztjuk 700 °C környékén 57,5 g (NaCl-KCl)-10NaF + 10% K₂TiF₆ + 4,67% KBF₄ sóval. Ez nem más, mint az előző kettő összege. Ezután az ötvözetből ki kell venni 89 g-ot a 14-es kísérlethez, a többi mehet analízisre.

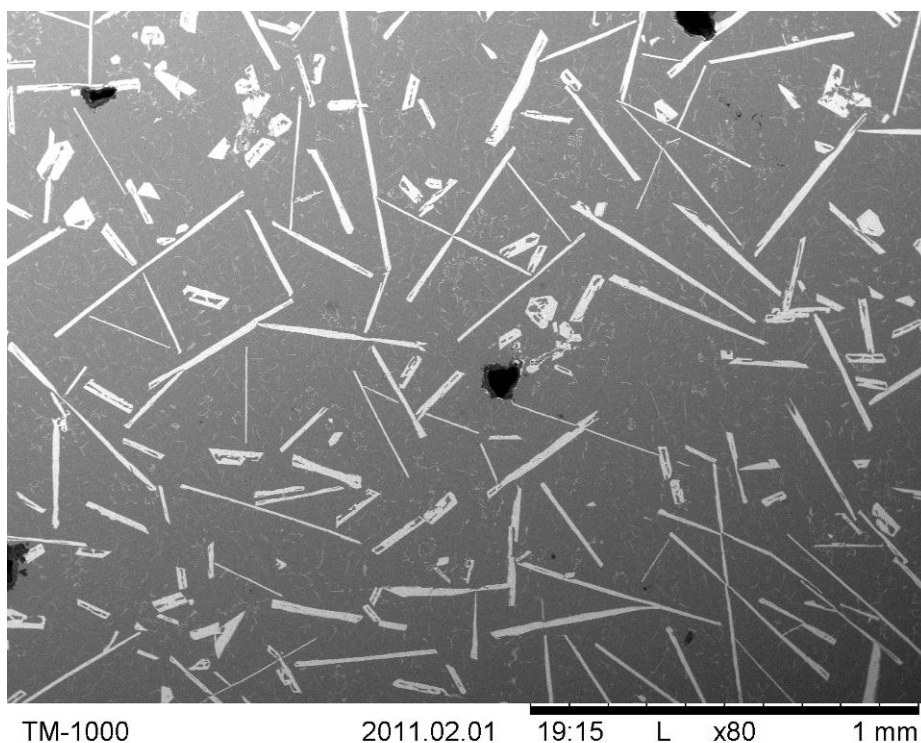
4.2. A kísérletek végrehajtása

A kísérleti tervet követve elvégeztem az alapanyag előállítására vonatkozó előírásokat.

4.2.1. Az ötvözetek előállítása

Az ötvözetek előállításánál a kiindulási anyagokat Alox tégelybe helyezve, és azokat a kimért sókeverékkel fedve a kemencében 720 °C-on, 40-50 perces hőtartással lejátszódott a cserereakció. A kapott mintákat ultrahangos tisztítással szabadítottam meg a felesleges sótól, a belőlük vett mintát TM-1000 asztali Scanning mikroszkóppal vizsgáltam. Az alapötvözet Sr ötvözőtartalmának viszonylagos megfelelését a Szerkezetvizsgálat gyakorlati órán oktatott Cprobe nevű program alkalmazásával 10 db képen végrehajtott Gamma korrekció, majd mérésre küldött bináris átalakítás után kapott értékek átlagolásával kapott eredmény alapján állapítottam meg. A Scanning felvételek szerint a mintákban a Ti-, és B eloszlás nagy egyenlőtlenségeket mutatott. Az alábbiakban bemutatok egy-egy jellemző SEM felvételt.

Al-10Sr alapötvözet

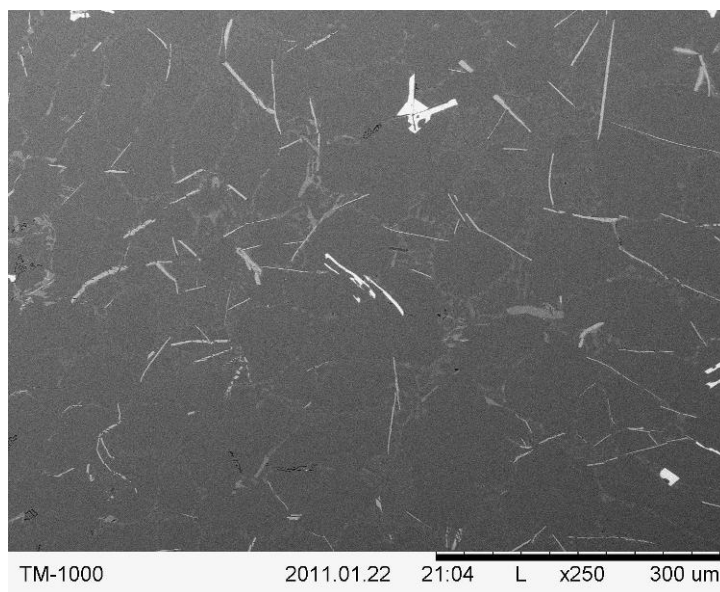


10. ábra Az Al-30Sr ötvözetből hígított Al-10Sr alapötvözet SEM felvétele
(fehér Sr kiválások a szürke Al mátrixban, Al_4Sr kiválások nagyon halványan láthatóak mindenütt az alpmátrixban)

Ti-tartalmú Al-10Sr ötvözet



11. ábra
Al-10Sr-1Ti ötvözet
képe (sómaradékkal)

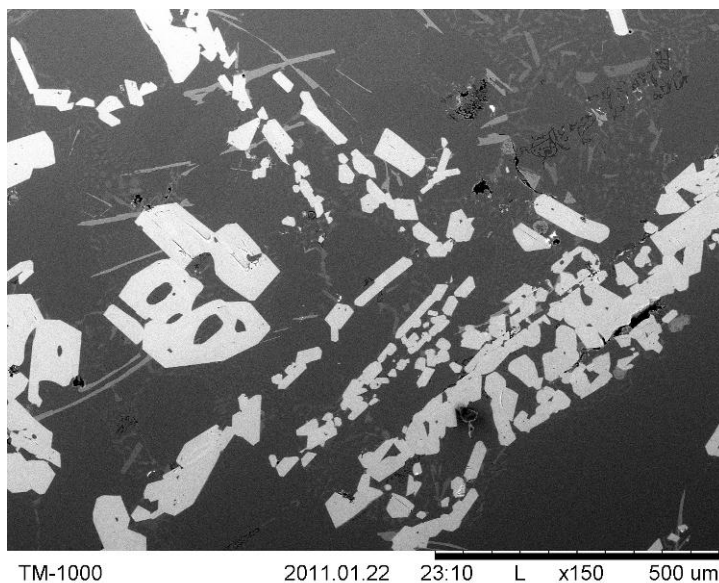


12. ábra Al-10Sr-1Ti ötvözet SEM felvétele
(a fehér a Ti ötvöző)

B-tartalmú Al-10Sr ötvözet



13. ábra
*Al-10Sr-0,2B alapötvözet
képe só nélkül, tisztítás után*

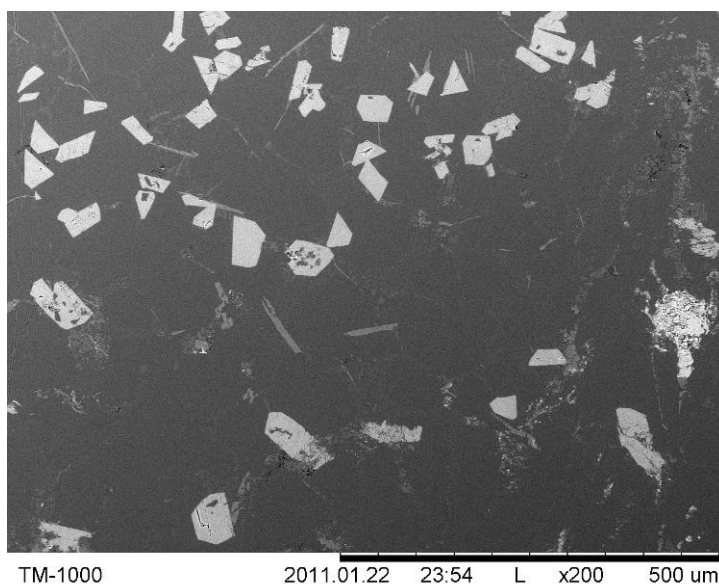


14. ábra *Al-10Sr-0,2B ötvözetben a minta aljáról
származó SEM felvétel*

Ti és B-tartalmú Al-10Sr ötvözet



15. ábra
*Al-10Sr-1Ti-0,2B ötvözet
sózott minta képe*



16. ábra *Al-10Sr-1Ti-0,2B ötvözet SEM felvétele
a minta aljáról*

4.2.2. A kísérletek megvalósítása változtatással, eredmények

A kísérletek megkezdése előtt szükségessé vált két pontban is eltérnem a tervben rögzítettektől.

1) az alapanyagok mennyiségét csökkentettem

Az ötvözetek előállítása után kapott alapanyag-mennyiség kevésnek bizonyult a kísérletek terv szerinti végrehajtásához. Mennyiségvesztést jelentett az analízishez használt mintavételből adódó csökkenés és az ötvözetek darabolásánál elforgácsolódott tömeg. Azért, hogy a kísérleti eredmények továbbra is összehasonlíthatóak legyenek, ezt a tömegcsökkentést minden kísérletre alkalmaztam, emellett meg kellett tartanom az alapanyag-Cd tömegarányt.

2) visszatértem a hagyományos keverőhöz

Egy másik változtatás a keverésnél történt. Eredetileg 9400 1/min fordulatszámú emulzifikátorral terveztük a kísérlet megvalósítását, ahogy az a mintakísérletben (BNCN_3) is zajlott. A homogenizátor használata időnként nehézkessé válik, köszönhetően a nagy hőmérsékleten való huzamos használat okozta összesüléseknek. A kísérletek megkezdésekor a homogenizátor nem indult. Mivel ebben a vizsgálat-sorozatban elsősorban a stabilizálás megtörténte volt kérdéses, a Ti ill. B-tartalomhoz kötve, a keverést hagyományos négylapátos keverővel (max. 2000 1/min) hajtottam végre.

11. táblázat *Megváltozott kísérleti paraméterek összesítő táblázata*

Kísérlet	Ötvözet összetevői	Ötvözet (g)	Cd (g)	Keverés 1/min + s	Olvadék T, (°C)
BNCN_3	Al-10Sr-1Ti-0,2B	89	45,3	9400 + 30	690
BNCN_11	Al-10Sr	82	41,7	2000 + 9	690
BNCN_12	Al-10Sr-1Ti	82	41,7	2000 + 9	690
BNCN_13	Al-10Sr-0,2B	82	41,7	2000 + 9	690
BNCN_14	Al-10Sr-1Ti-0,2B	82	41,7	2000 + 9	690

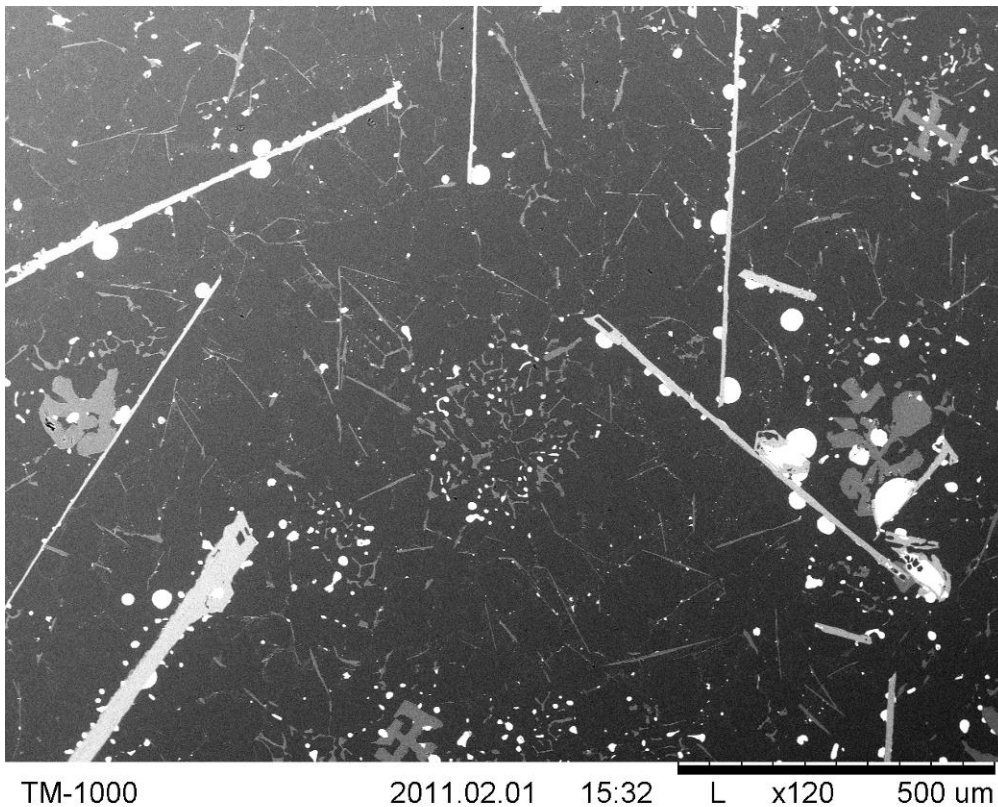
A kísérlet során sikerült tartanom a tervezett 690-700 °C körüli hőmérsékletet. Ezt termoelem segítségével több alkalommal ellenőriztem. Az olvadt ötvözetbe helyeztem a kimért Cd darabokat, hogy az lehetőleg elmerüljön a mátrixban, ezzel kivédve a Cd „elfüstölését”. 5 perces várakozás után megkezdtem a keverést a táblázatban jelzett paraméterekkel. A keverőszár olvadékba merülő részét előzőleg bór-nitriddel kezeltem. Ez alkalommal nem hűlés közben kevertem, hanem a kemencében hőn tartva jellemzően 1600-2000 1/min sebességgel. A keverés után azonnal kivettem a tégelyt a csőkemencéből, levegőn hagytam hűlni. Dokumentáltam a tömegeket és a megfigyeléseket, vágás után beágyaztam a mintákat és az E/3. laborban Hitachi TM-1000, kis elektronmikroszkóppal vizsgáltam a mintákat. Sajnos ez a készülék nem alkalmas EDX analízisre, így ezek a vizsgálatok kimaradtak a kiértékelésnél.

A kísérletek eredményeit a következő oldalakon mutatom be ábrák segítségével.

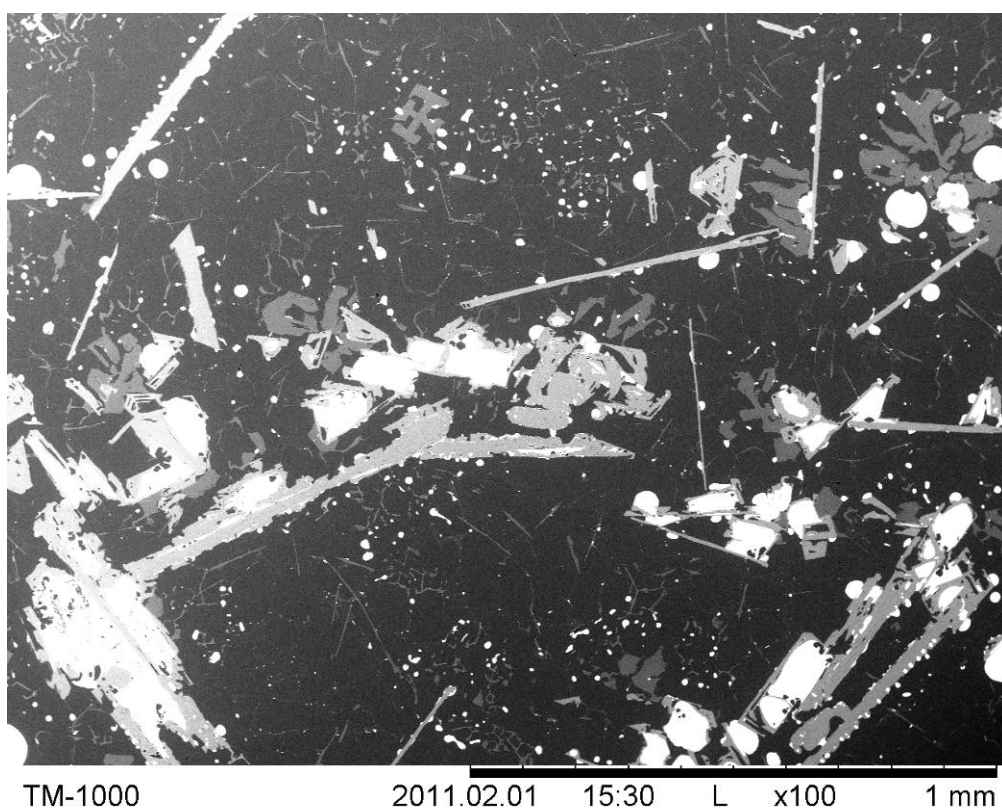
BNCN_11 kísérlet (Ti és B mentes)



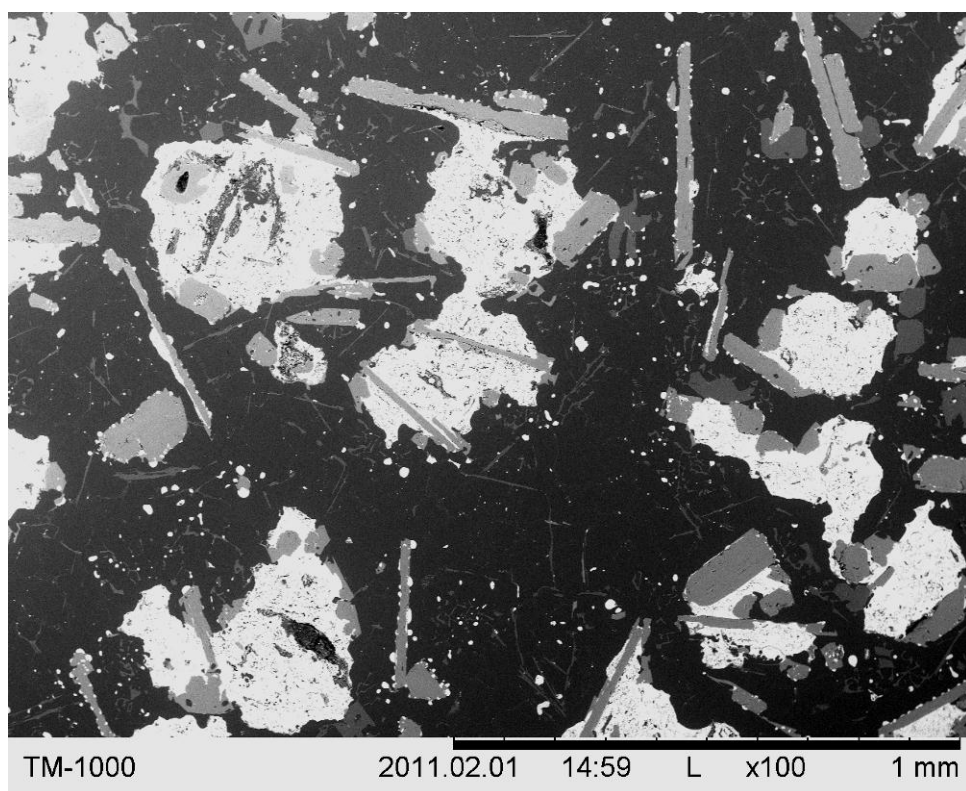
17. ábra A BNCN_11 kísérlet után kapott kettévágott minta képe



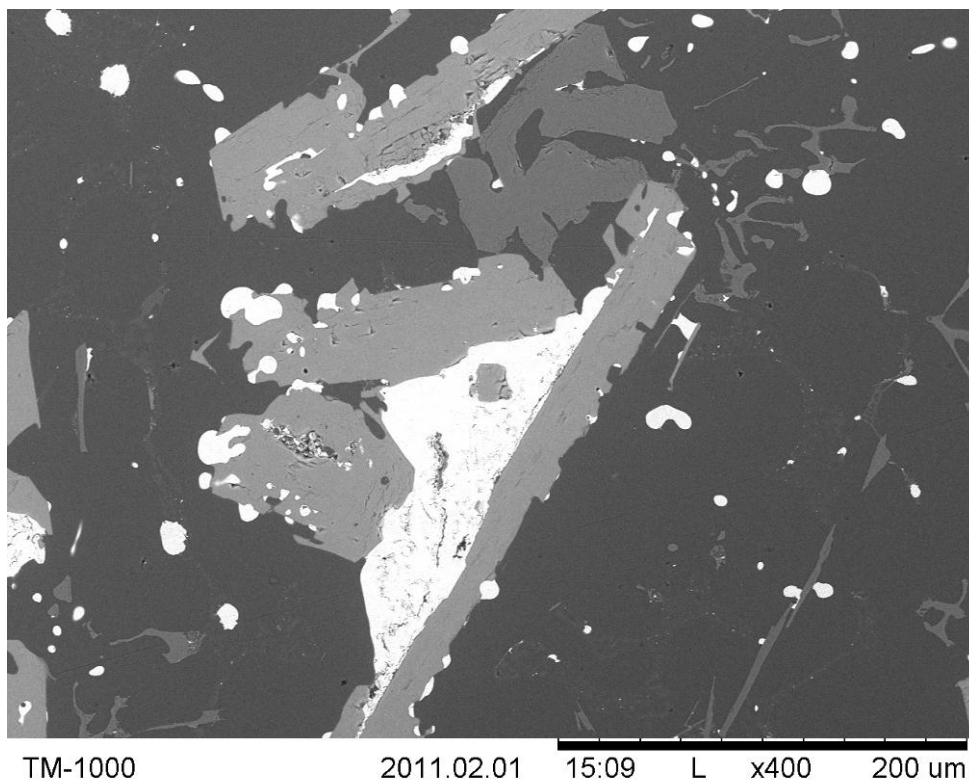
18. ábra BNCN_11 kísérlet SEM felvétele a minta felső harmadáról



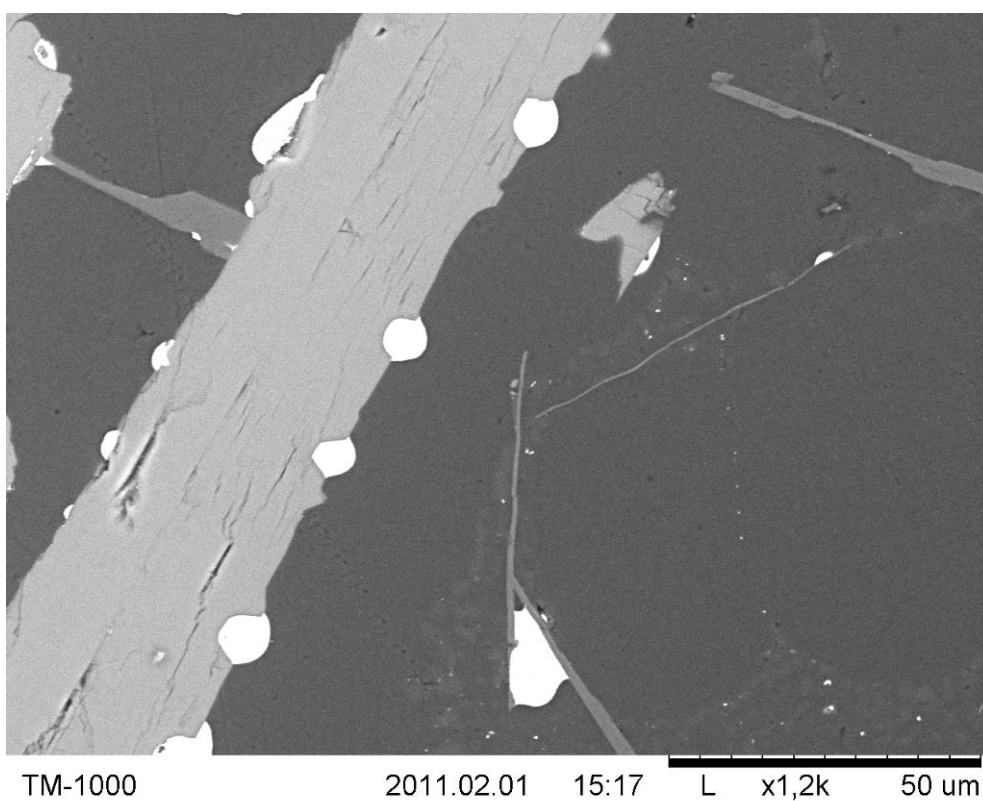
19. ábra *BNCN_11 kísérlet SEM képe a minta közepéről*



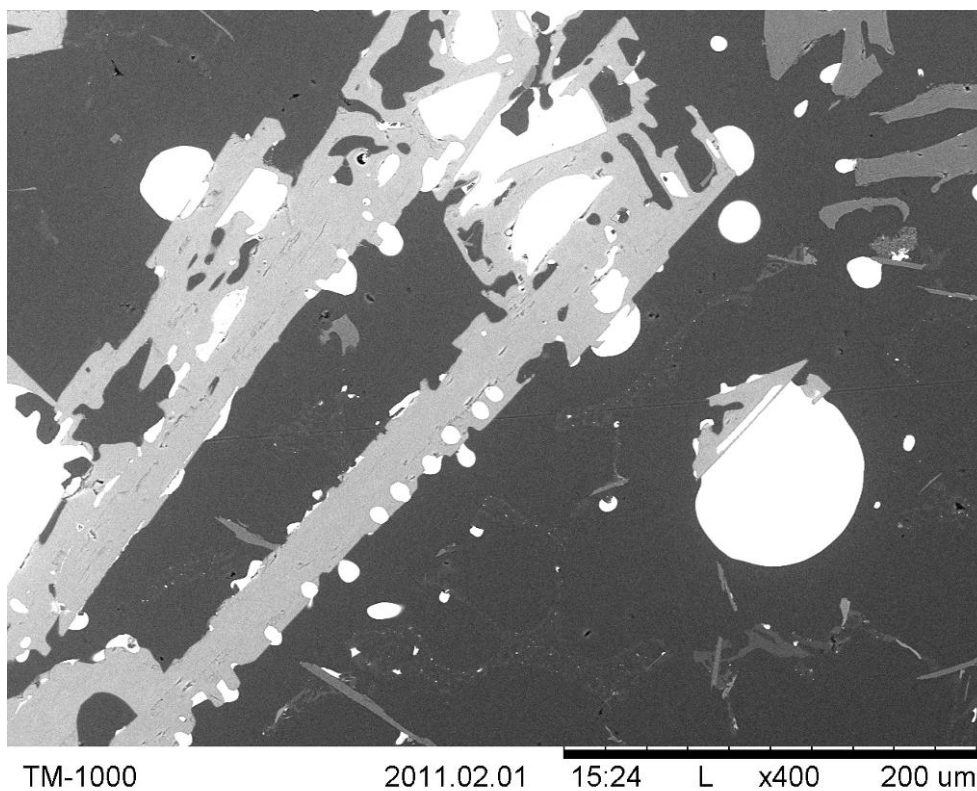
20. ábra *SEM felvétel a minta aljáról
(nagy méretű ülepedő Cd cseppek Al_4Sr kiválásokkal)*



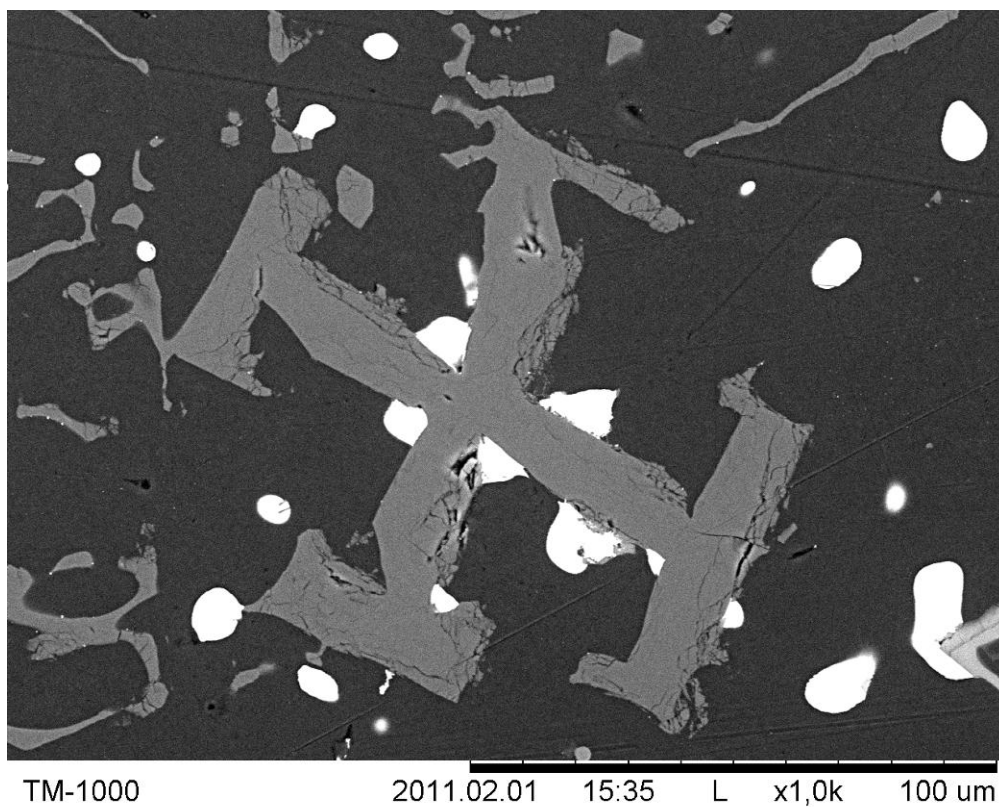
21. ábra Nagyított felvétel a Cd felületén precipitálódott Al_4Sr intermetalliddal



22. ábra Az intermetallid apró Cd cseppeket kebelez be

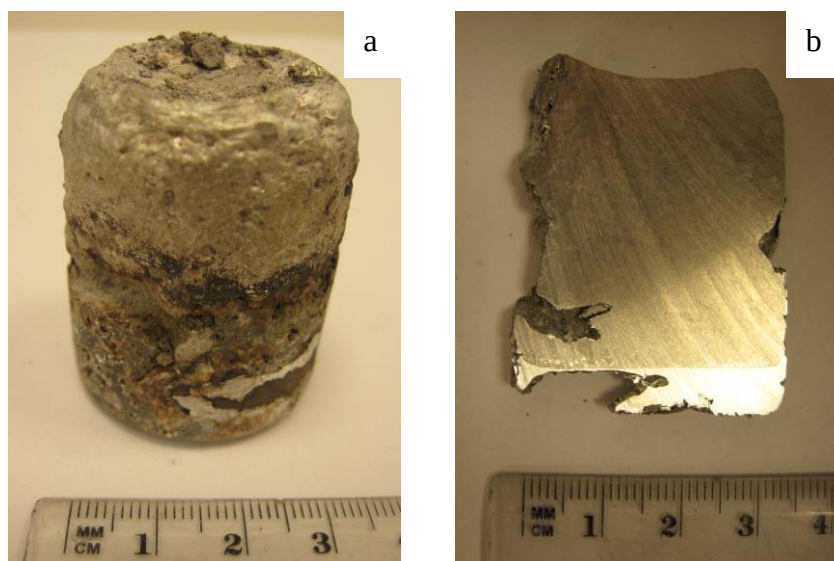


23. ábra A BNCN_11 minta; ezen a SEM felvételen a stabilizálás nem lehet kérdéses

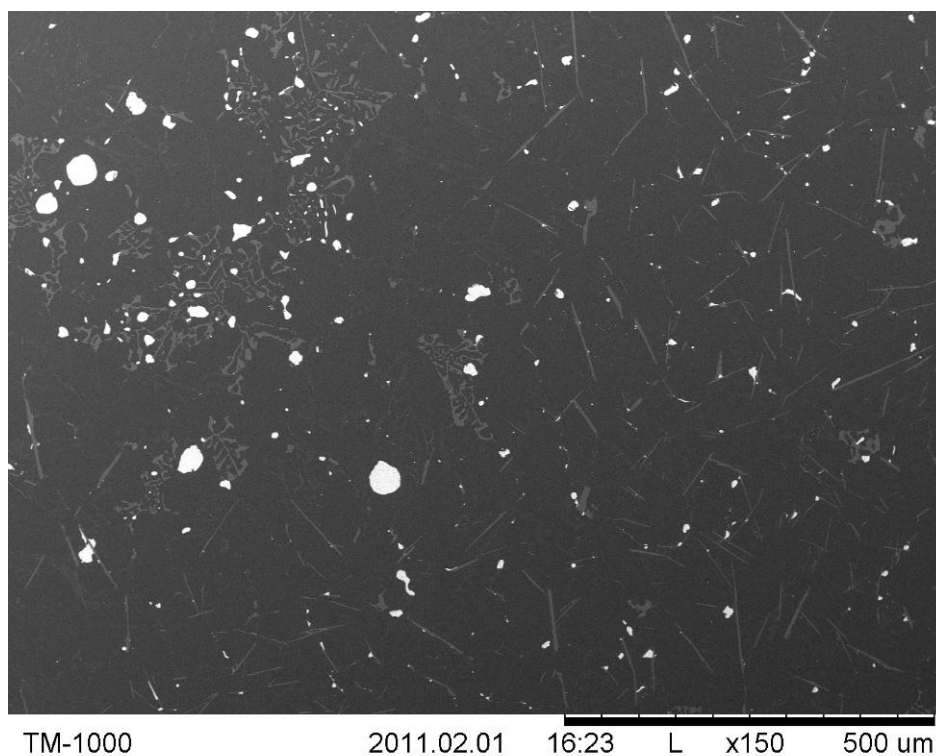


24. ábra A BNCN_11 mintában az intermetallid jellegzetes megjelenési formája (Szabó József és általam a „Máltai kereszt” elnevezést kapta)

BNCN_12 kísérlet (Ti-tartalommal)

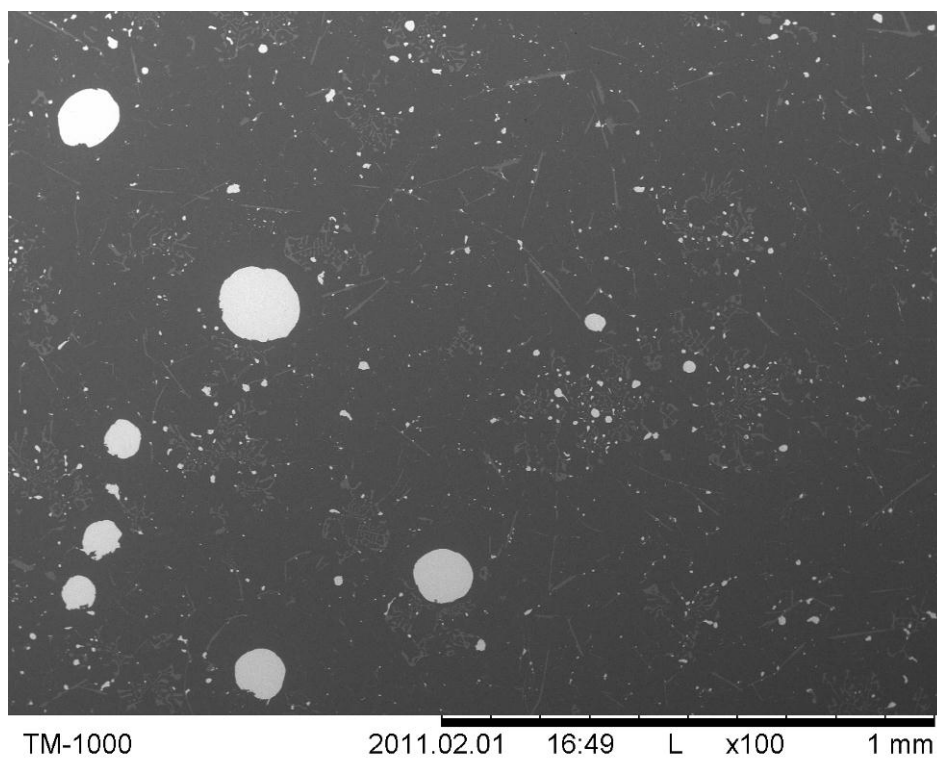


25. ábra A BNCN_12 tömbi minta képe és a belőle vizsgálatra kivágott szelet

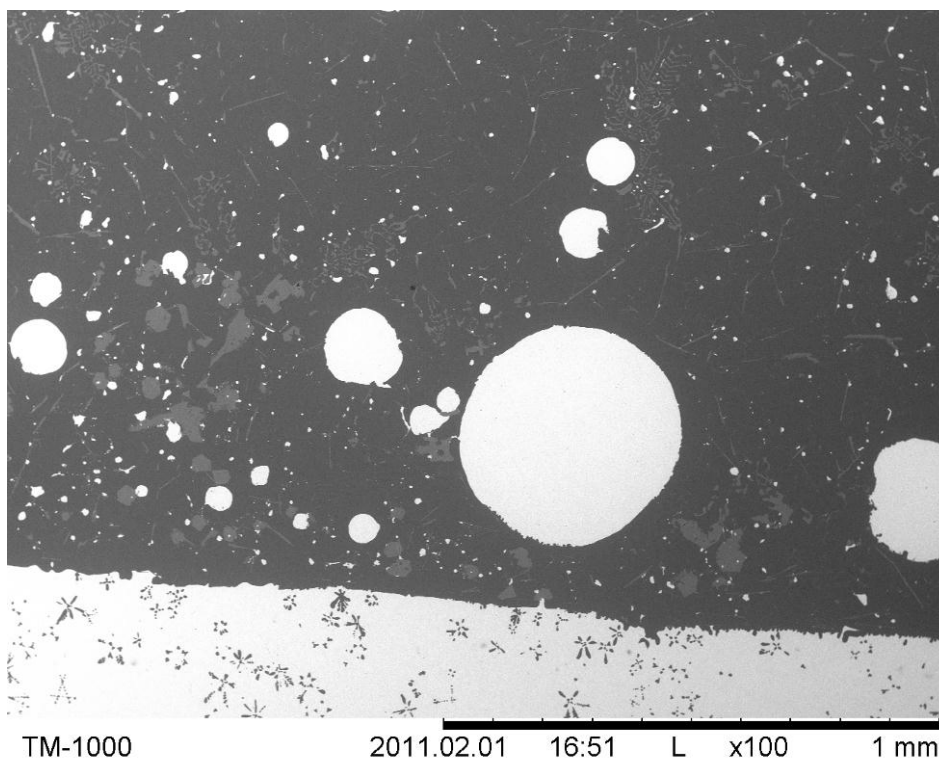


TM-1000 2011.02.01 16:23 L x150 500 um

26. ábra BNCN_12 kísérlet jellemző SEM felvétele (a minta felső része)

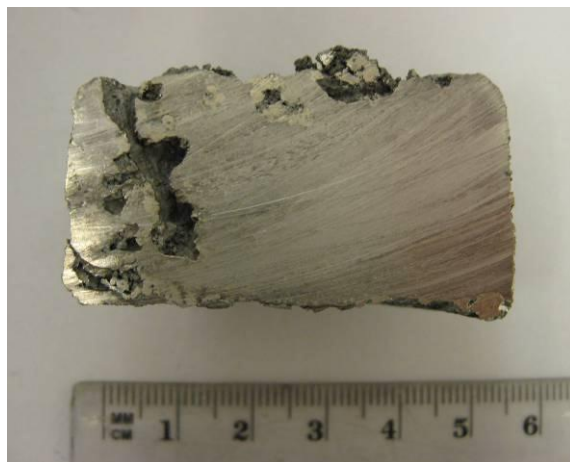


27. ábra BNCN_12 mintában ülepedő Cd cseppek SEM képe a minta felső részéből (világos Cd cseppek, sötét Al alapfázisban, szürke Al_4Sr kiválásokkal)

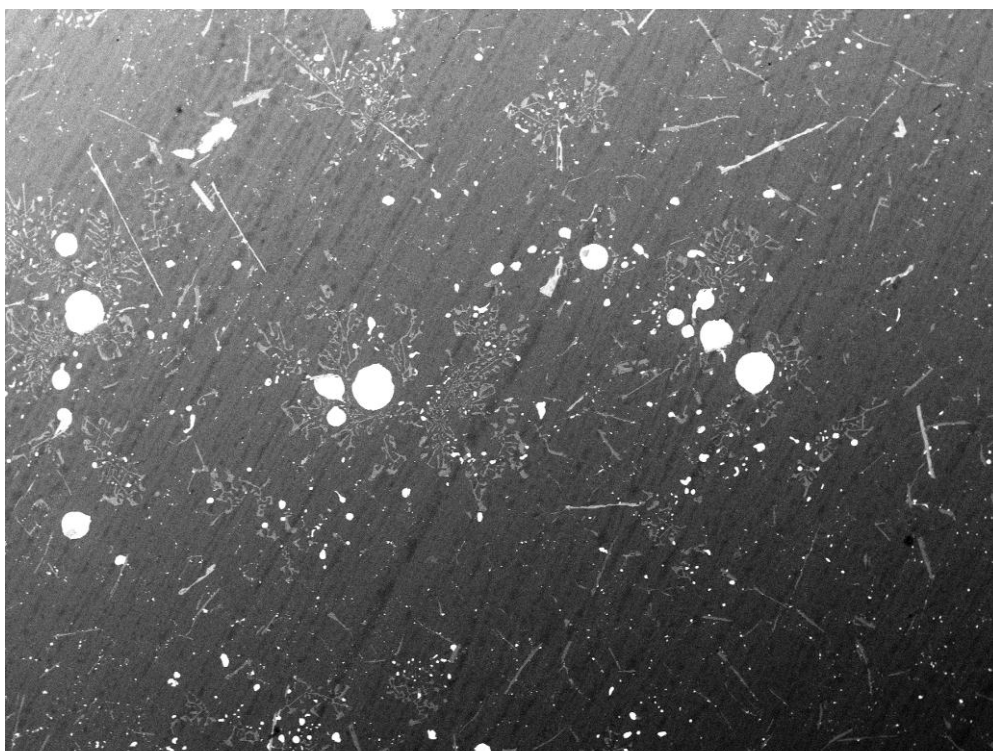


28. ábra BNCN_12 minta SEM képe a fázishatáron (alul kiülepedett Cd réteg (világos fázis), fent Cd cseppek Al mátrixban)

BNCN_13 kísérlet (B tartalommal)



29. ábra BNCN_13 kettészelt minta képe-mintaelőkészítés előtt



TM-1000

2011.02.01

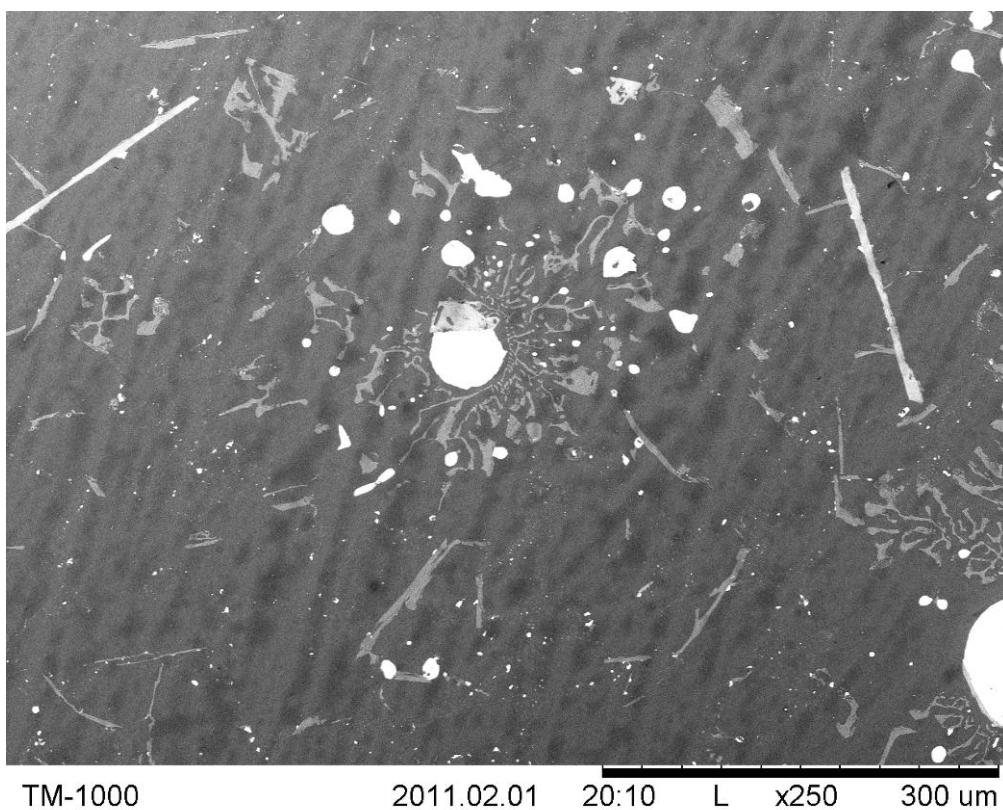
20:19

L

x100

1 mm

30. ábra BNCN_13 minta jellemző SEM felvétele a minta közepén

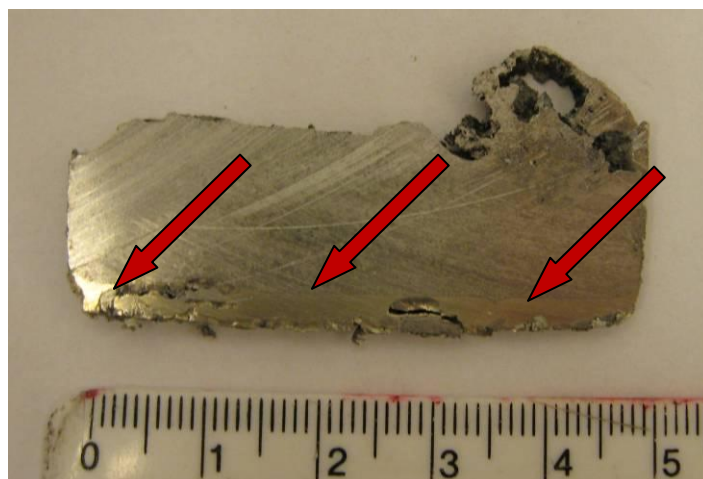


31. ábra *BNCN_13 (gyengén polírozott) minta SEM felvétele, a fehér Cd csepp környezetében megjelenő világosszürke precipitálódó fázissal*

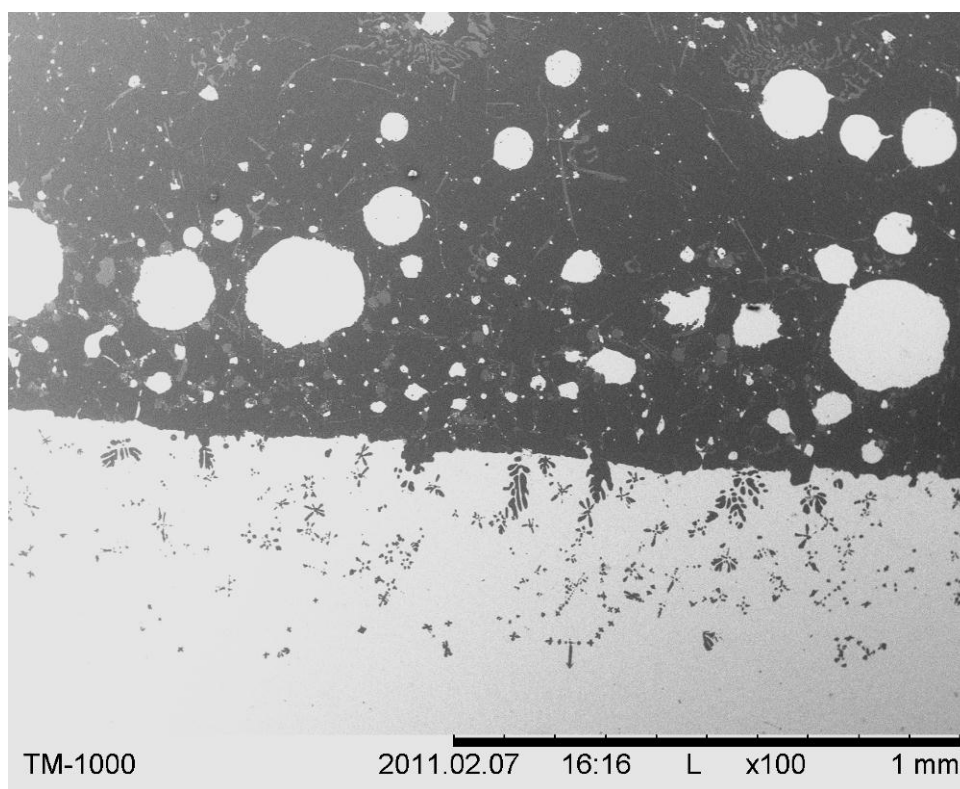
BNCN_14 kísérlet (ellenőrző kísérlet, Ti és B tartalommal)



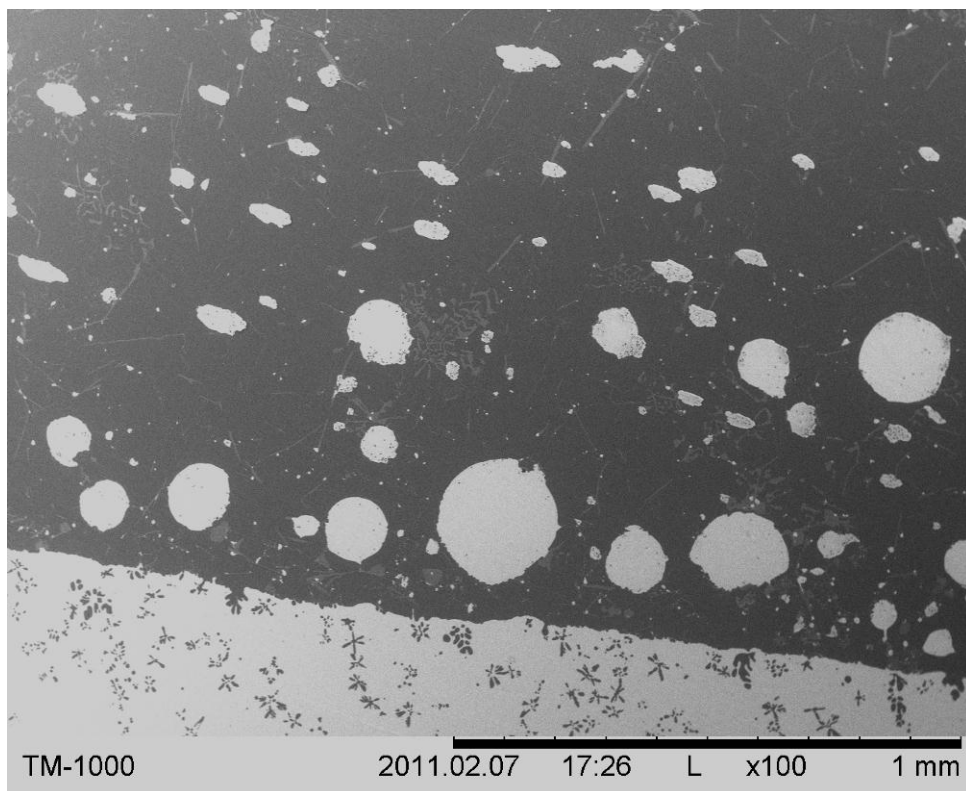
32. ábra *BNCN_14 kísérlet után kapott minta a) tömbi képe b) a minta tetejéről leszórt por*



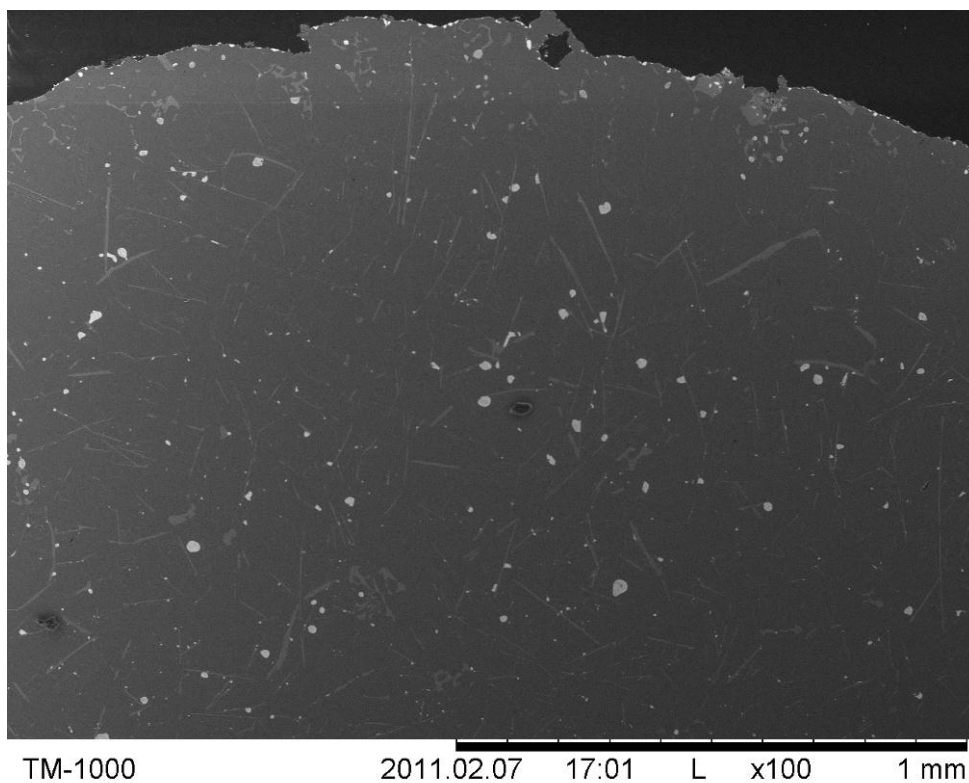
33. ábra A BNCN_14 minta alján előkészítés előtt is jól látható a kiülepedett Cd réteg (nyilakkal jelzett terület)



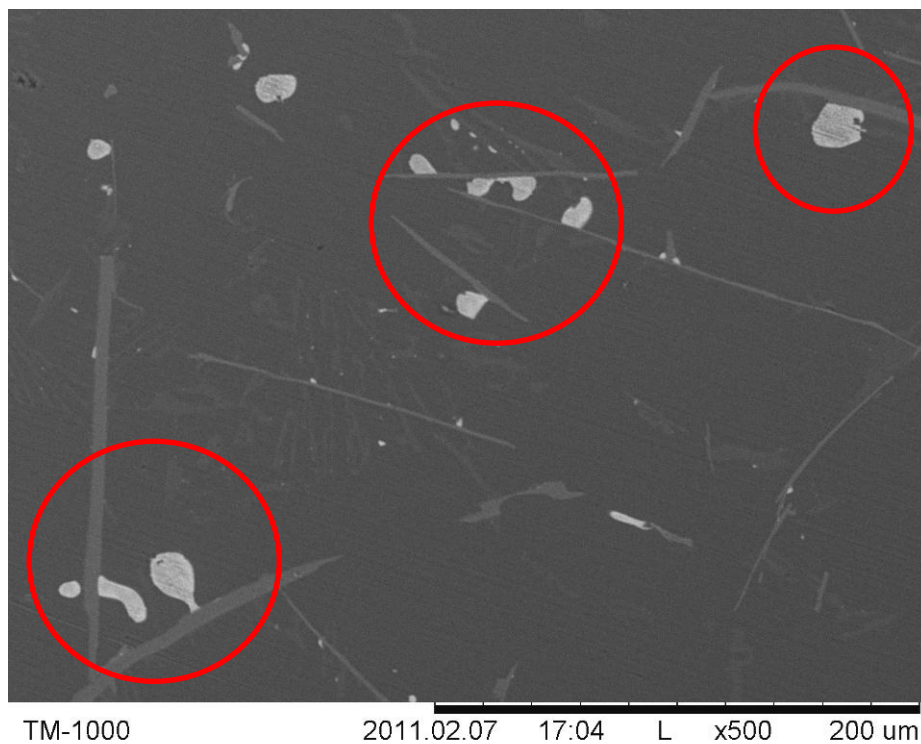
34. ábra A BNCN_14 minta alja, lesüllyedt Cd réteg (világos) és a fázishatár feletti nagyméretű Cd cseppek



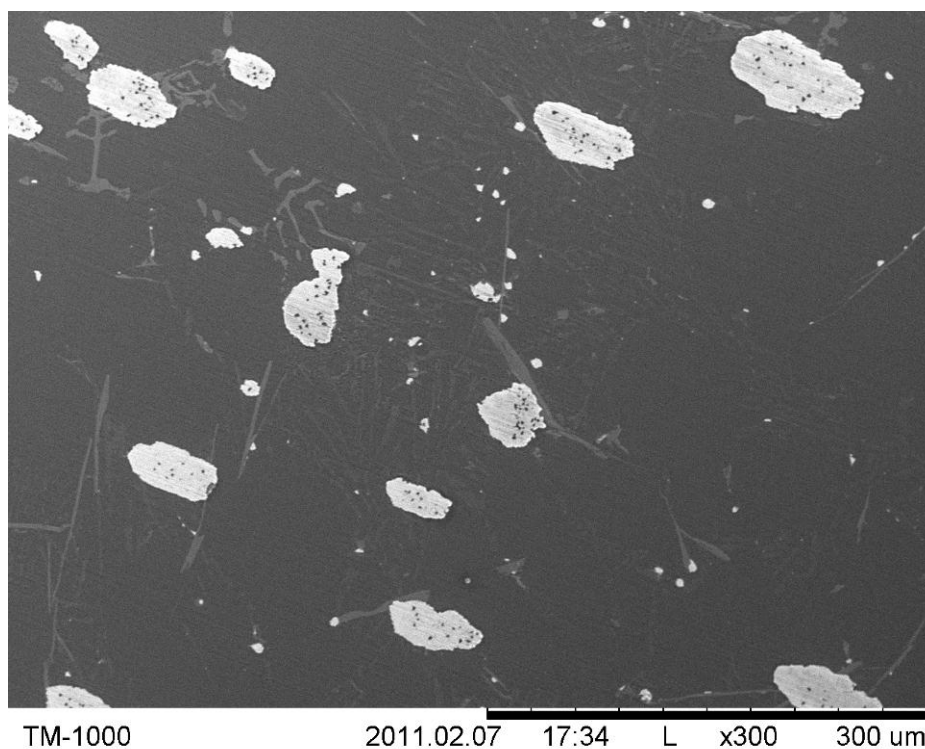
35. ábra *Torzult ülepedő Cd cseppek a fázishatár közelében*



36. ábra *BNCN_14 minta tetején apró fehér Cd cseppek, az Al mátrixban véletlenszerűen kivált szürke intermetallid fázissal*



37. ábra *BNCN_14 mintában a (fehér) Cd cseppek és (szürke) Al_4Sr fázis adhéziója (piros körökkel jelzett területekben)*



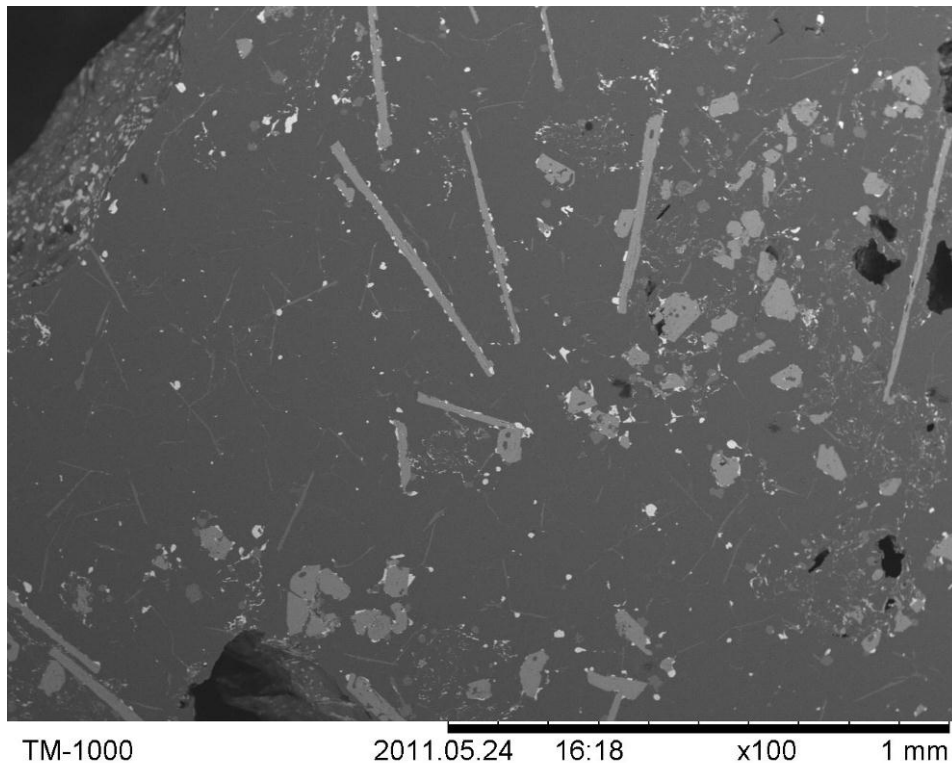
38. ábra *„Hogyan NE készítjük elő a mintát SEM vizsgálatra?” (befejezetlen és nem jól polírozott minta esetén a lágy Cd-ban megtapadó SiC részecskék tévesen azt sejtették, valamilyen vegyület fázissal van dolgunk)*

BNCN* (extra kísérlet TiB_2 -vel)

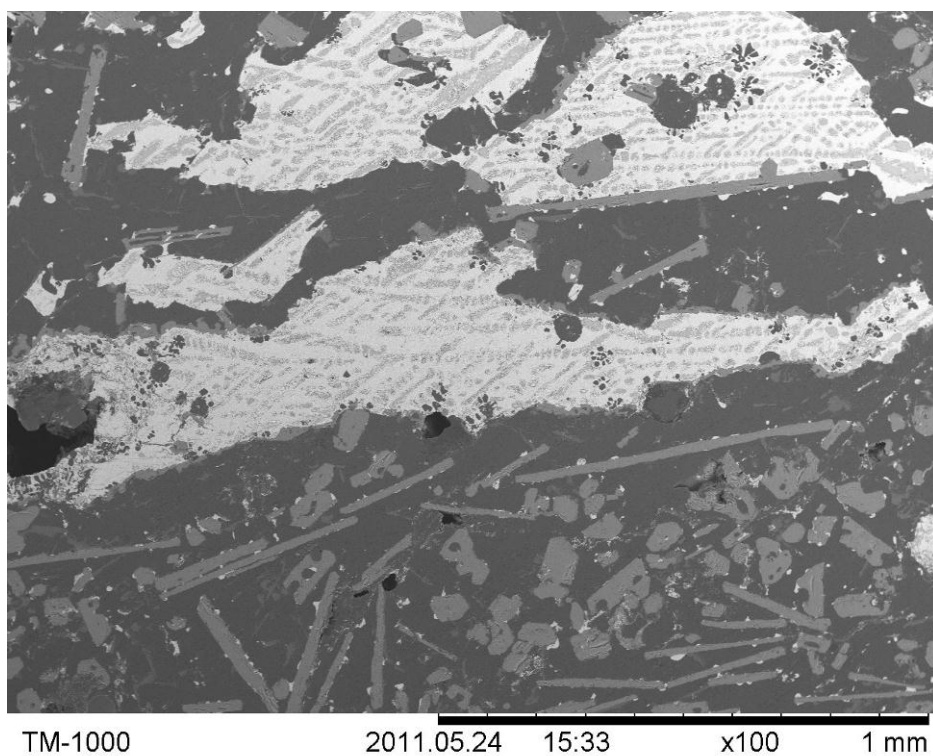
Ez a kísérlet nem volt tervezett, de szerettem volna látni, milyen dolgozni a TiB_2 -dal. A TiB_2 -t alkalmazzák szemcsefinomításra, ami a mintákban lévő hosszú Sr pálcák elkerülésére még jól jöhet. Jóllehet a szemcsefinomító hatásról csak a kísérlet után értesültem. Valójában a stabilizálásról szerettem volna tapasztalatokat leszűrni.



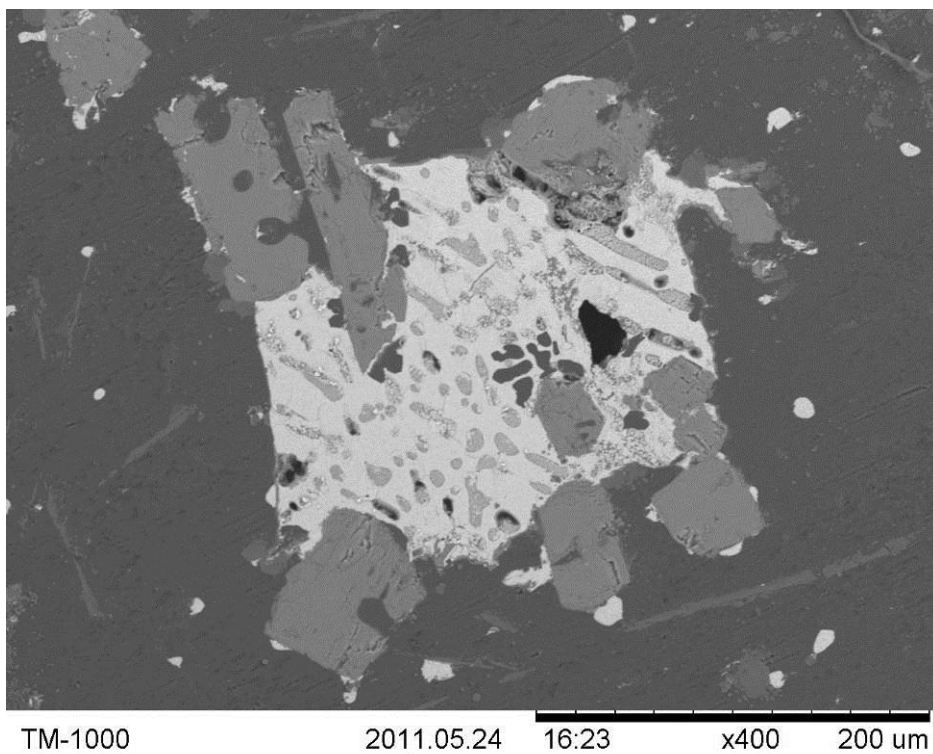
39. ábra A BNCN* minta képe



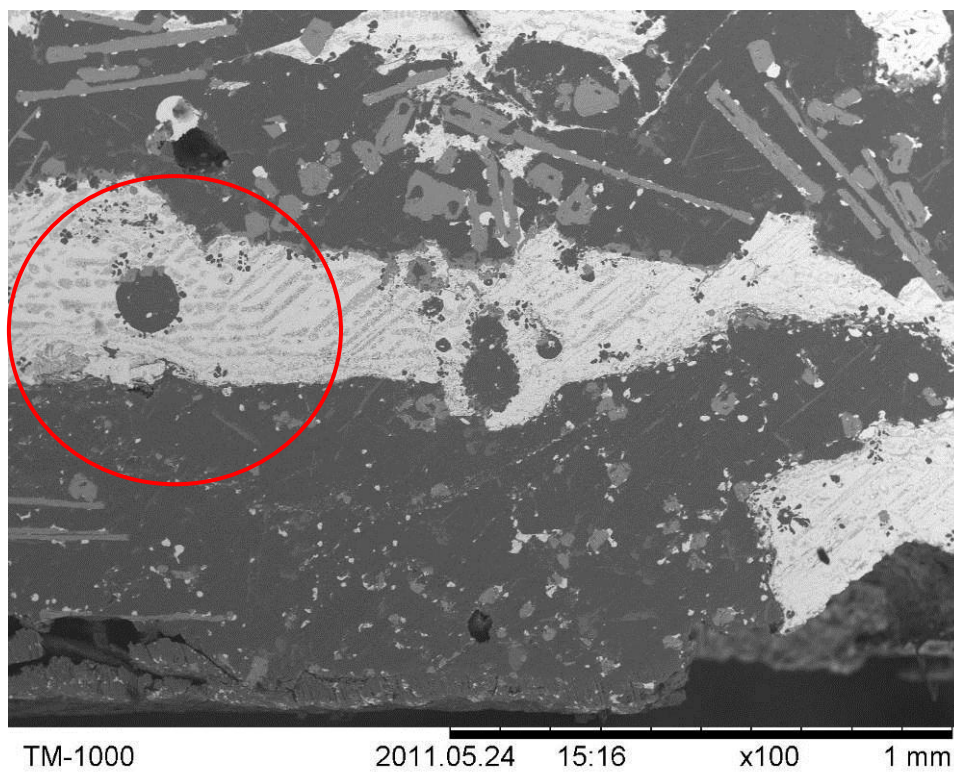
40. ábra A BNCN* SEM felvétele (a minta teteje)



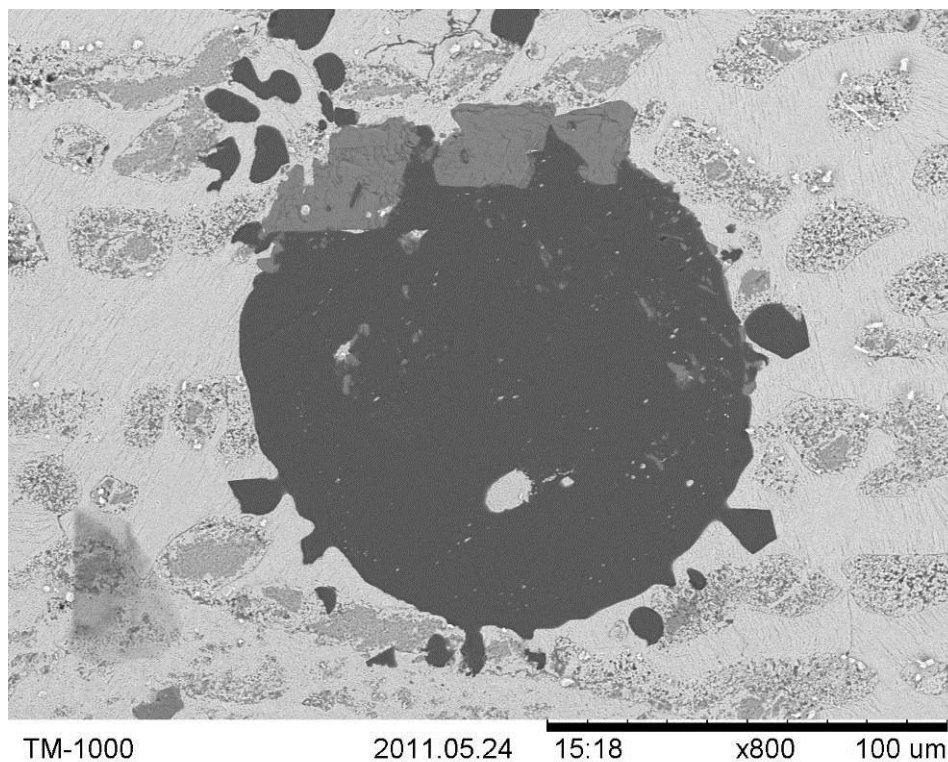
41. ábra SEM felvétel a BNCN* minta aljáról
(a szürke intermetallid fázis poiléderesedése utalhat a nem tudatos szemcsefinomítás sikerére)



42. ábra Cd csepp körül feltehetően Al_4Sr kiválás jelenik meg



43. ábra *A Cd fázis nem ülepedett ki, benne rajzolat utal valamilyen vegyület jelenlétére*



44. ábra *Az előző ábrán piros kör jelölte rész nagyítva, Cd-ban Al csepp, a fázishatáron stabilizáló intermetallid rögökkel*

4.3. Összegzés a Ti és B szerepét vizsgáló kísérletekhez

A kísérletek végeztével a kapott eredmények ismeretében a kísérleti tervben felállított döntési mátrix alapján most ki kellene választanunk, hogy a 3. táblázat esetei közül melyik konklúzió érvényes.

Az eredmények elég ellentmondóak. Összegezve azt látom, hogy a kísérletek közül stabilizáció szempontjából sikertelennek bizonyulnak azok, amelyekben a két alkotó, Ti és B közül csak az egyik szerepel az ötvözetben.

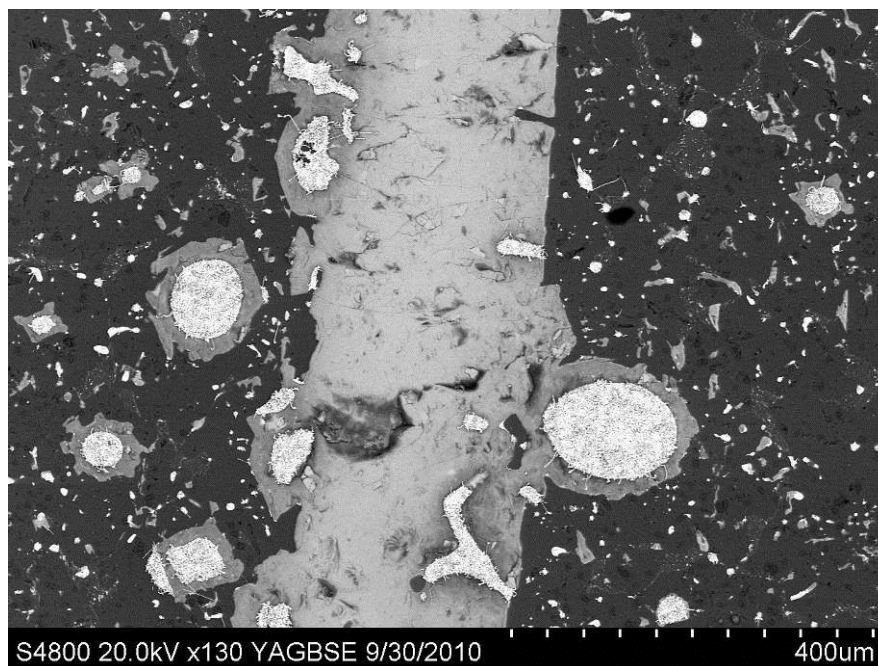
A BNCN_11, Ti és B mentes kísérletben (18. ábra), a hűlés folyamán megjelenő intermetallid a Cd cseppek felületét majdnem teljes mértékben beborítja, azonban ezek a kiválások nagyméretűre nőttek, a jobb stabilizáláshoz kisebb szemcseméret előnyösebb lenne. A mintában emellett megjelennek a különös 'máltai kereszt' formák, amik jellemzően sötétebb színűek (elemanalízisre nem volt lehetőség) és minden esetben a Cd-től elkülönülten, az alapmátrixban fordulnak elő. A tónusbeli eltérésből arra következtetnek, hogy összetételarányban különbözik a cseppeket stabilizáló intermetallidok összetételétől.

A BNCN_13 (Ti-tartalmú) és 14 (B-tartalmú) kísérletekben egyértelműen nem történt stabilizálás, hiszen a mátrixanyag és a Cd szétüledtek. Apró méretű cseppek megragadtak a hűléskor elsőként befagyó Al szemcsehatárok közötti hálózatban, de a cseppek felületén nem látható stabilizáló szemcse vagy réteg. Az intermetallid a mátrixanyagban mindenütt kivált.

A BNCN_14 (Ti és B tartalmú) kísérletben nem történt stabilizáció, a mátrixanyag és a Cd szétüledett. Ezzel nem sikerült reprodukálnunk a gyári ötvözzel sikeresen végrehajtott kísérletet. Lehetséges, hogy a kudarcban szerepe van annak a jelenségnek, hogy a kísérlet végeztével nagy mennyiségű port szórtam le a minta tetejéről, ami az egyik alkotó kiválásából adódhatott. Ugyanezt tapasztaltam a B-tartalmú minta esetén is, így a B-nak tulajdonítom ezt a következményt.

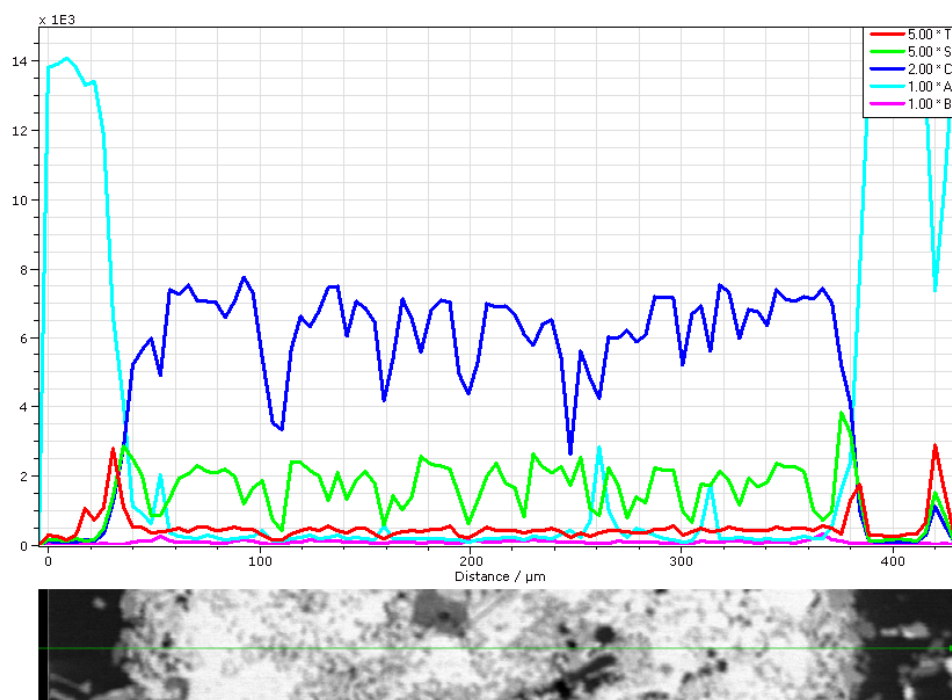
Az eredeti tervben nem szerepelő, TiB_2 -dal emulzifikált minta esetében jó hatásfokkal történt meg a Cd cseppek stabilizálása.

Azt tudjuk, hogy a vásárolt Ti és B-tartalmú ötvözzel végzett kísérletek jó eredményeket adtak a korábbiakban. Érdekes módon a Ti és B mentes esetben is láttunk már példát a stabilizációra. Ezt egy korábbi alapkísérletben Al30Sr és Cd emulzifikálásával ismertük fel (45. ábra).



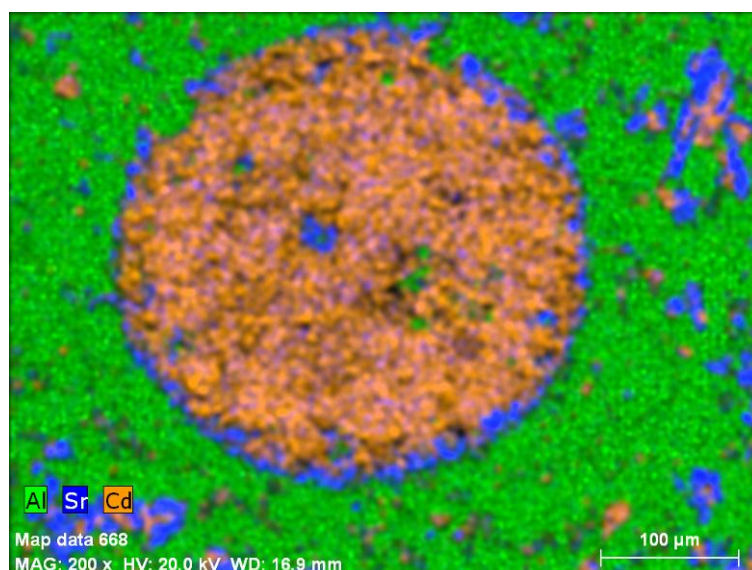
45.ábra Egy korábbi kísérlet (Al-30Sr+Cd) SEM felvétele tökéletes cseppbevonattal
(világos Cd cseppek, körülöttük Al_4Sr kiválással, mindez Al fázisban)

Azt a feltevést, miszerint a Ti részt vesz a stabilizációban az alábbi vonalmenti analízis eredménye indította:

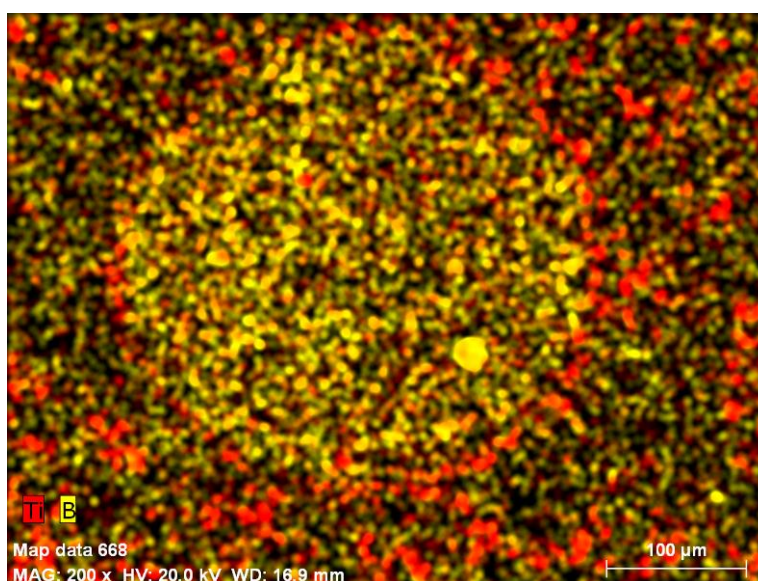


46. ábra Vonalmenti analízis egy Cd cseppen keresztül

Itt észrevettük, hogy a Ti kis mértékben feldúsult a Cd–Al fázishatáron. A bór stabilizáló szerepének tisztázása a Ti és B-tartalom miatt került középpontba. Azt a mostani kísérletekkel sem sikerült kideríteni, hogy a Ti és/vagy B milyen szerepet vállal a stabilizációban, azt viszont igen, hogy ha együttesen vannak jelen, velük is, nélkülük is lejátszódhat a stabilizáció. Abban az esetben, ha a Ti jelen van az Al-Sr és Cd rendszerben és ott stabilizáció történik, a Ti ott fordul elő nagyobb mennyiségben, ahol a Sr is jelen van. Ekkor a Ti, miként a Sr is, a Cd csepp egész térfogatában megjelenik. Ugyan a B kimutatása EDX analízissel nem lehetséges, így azt a 48. ábra esetén ne vegyük figyelembe, a Ti dúsulása viszont a Sr megjelenési helyén jól kivehető.



47. ábra *Elem térkép egy korábbi kísérletből (Al: zöld, Sr: kék, Cd: sárga)*



48. ábra *A fenti mintaterület Ti (piros) elem dúsulással (a B (sárga) térképet ne vegyük figyelembe)*

5. Egyéb Al-alapú rendszerek vizsgálata emulzió-létrehozás céljából

A dolgozat következő részében olyan binér, Al-alapú rendszereket vizsgálunk, amelyekben első lépésként tárjuk fel az emulziók létrehozásában rejlő lehetőségeket.

A kívánt végtermék olyan szilárd oldat, amiben szilárd szemcsék válnak ki az olvadék hűtése során egy Al alapfázisban diszpergált fémolvadék cseppek határán. Olyan in-situ rendszereket vizsgálunk, amelyekből stabilizáló szemcsék a hűtés során válnak ki, tehát amelyek olvadék állapotban még egyfázisú rendszert alkotnak. Ezzel biztosítható, hogy viszonylag gyors hűtéssel kisméretű szemcséket, lehetőleg heterogén csíráképződéssel kialakuló bevonatot kapjunk.

Fentebb, a 6. ábrán vázoltuk, olvadék fázisban a szemcsék milyen peremszög értékek mellett alkalmasak fémhab illetve fémemulzió stabilizálásra. Ha a peremszög valamely fémolvadék közegében 90° körüli ($60 - 120^\circ$ közötti), akkor a szemcsék alkalmasak az emulziók stabilizálására, ahol a választott fém olvadéka az Al-mal monotektikus rendszert alkot. Korábban megnéztük azt, hogy mely Al-X rendszerek tűnnek a legjobbnak az emulziók stabilizálására.

Az is kérdés volt, hogy a szemcsék maximális mennyisége mennyire adódik a különböző rendszerekben. Minél nagyobb ez az érték egy tartományon belül, annál valószínűbb a hab/emulzió stabilizálása. Amennyiben ez az érték nem éri el a 10 térf%-ot, a hab/emulzió stabilizálása nem valószínű. Ha ez az érték meghaladja a 30 térf%-ot, az feleslegesen sok (túlságosan megnöveli az így kialakuló szuszpenzió viszkozitást). Tehát azokat a rendszereket tekintjük optimálisnak, amelyekben a maximálisan kiváló szemcsék térfogathányada 10 és 30 térf% között adódik. Célunk volt az is, hogy az Al-X ötvözet minél olcsóbb legyen. Egy elem jellemzően annál olcsóbb, minél elterjedtebb a földkéregben. Az Al-mal monotektikus rendszert alkotó elemek tulajdonságainak tekintetében, a korábbi Cd-mal való munka folyamán olyan igényt is támasztottunk, hogy az lehetőleg ne legyen toxikus.

A fenti kritériumok, úgymint

- nedvesítési viszonyok
- szóba jöhető Al-mal monotektikus rendszert adó elemek
- precipitálódó szemcsék térfogathányada
- költségjellemzők
- toxicitás

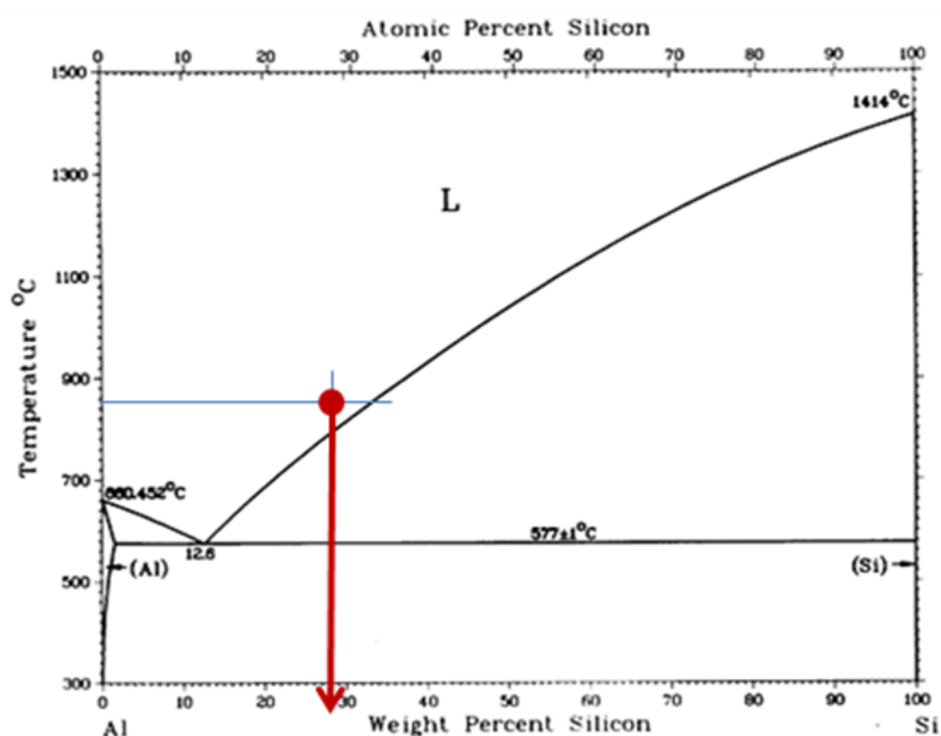
alapján részletesen vizsgált [13] rendszerek közül a következő hármat jelöltük meg kísérletre érdemesnek:

- Al/Si + Bi
- Al/Fe + Bi
- Al/Sr + Bi

5.1. Kísérleti terv

A kísérletek tervezésénél energiatakarékossági valamint technikai okokból szem előtt tartottuk, hogy a kiindulási hőmérséklet ne legyen túl nagy. Ezért a rendszerek vizsgálatánál a likvidusz hőmérsékletet 800 °C-on maximáltuk, és az ahhoz tartozó összetétellel számoltunk. Így elég 850 °C-os kiindulási hőmérsékleten dolgoznunk – ott kezdve az emulzifikáló keverést illetve a hűtést.

1. Emulzifikálás Al/Si+Bi rendszerben

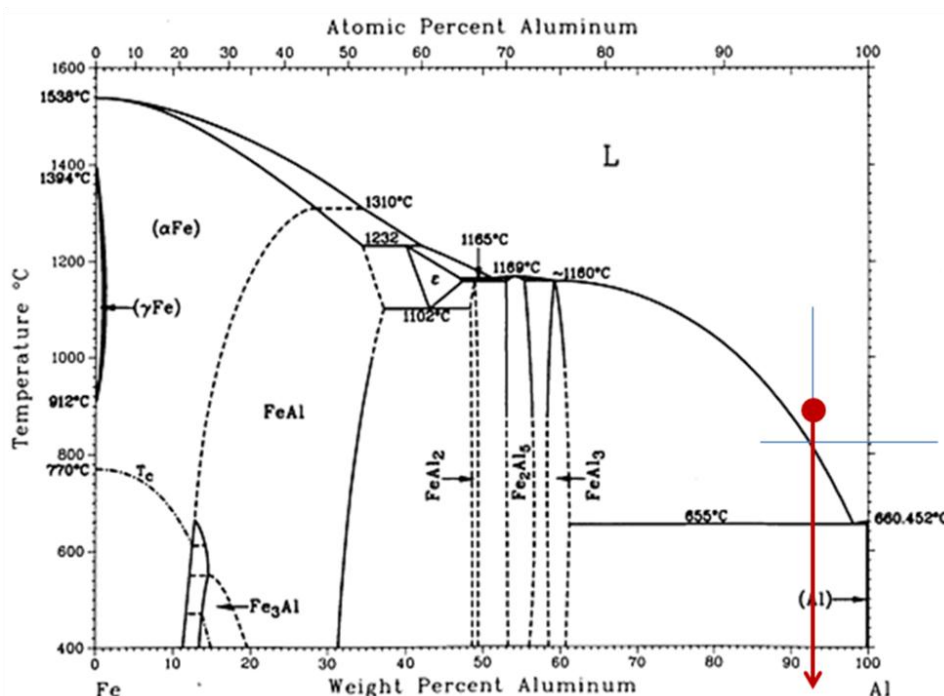


49. ábra Az Al-Si fázisdiagram [14]

(A nyíl mutatja a 850 °C-ról induló in-situ szemcse/bevonat előállítás útját. A további hűtés során a szemcsék tovább fognak hízni, de ez a mi szempontunkból már “haszontalan”)

Első körben tehát az Al-Si/Bi rendszerben való emulzifikálást tervezünk. Ehhez 28 m/m% Si-tartalmú Al-olvadék szükséges, amiből 18,5 térf% primer Si kristály fog kiválni az eutektikus hőmérséklet eléréséig. **A recept: 72 g Al + 28 g Si + 110 g Bi, 850 °C-on hőn tartva, majd emulzifikáló keverés közben hűtve.** Ez összesen 210 g, ami 25 térf % Bi-ban gazdag olvadékot jelent az olvadékokra számítva. A kiváló Si kristályok mennyisége a teljes olvadék térfogatra számítva kb. 14 térf%. Ez elegendőnek tűnik a stabilizáláshoz. Várhatóan Bi-cseppeket kapunk Al-mátrixban, a Bi-cseppek határfelületén Si-bevonattal, vagy legalábbis szemcsékkel.

2. Emulzifikálás Al/Fe+Bi rendszerben

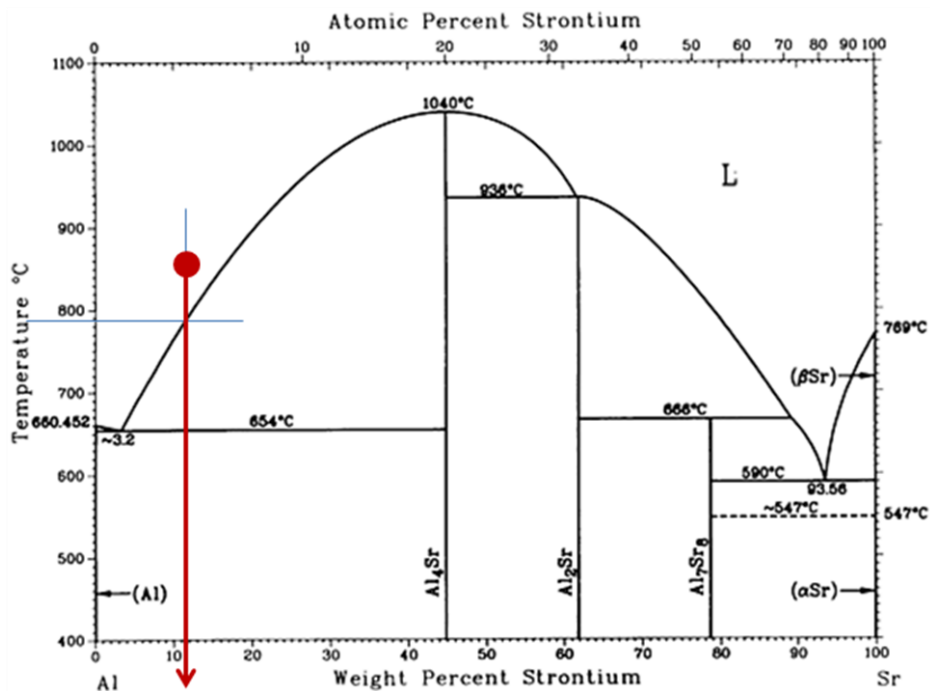


50. ábra Az Al-Fe fázisdiagram [14]

(A nyíl mutatja a 850 °C-ról induló in-situ szemcse/bevonat előállítás útját.)

Az emulzifikálásra választott Al/Fe rendszer a hűlés közben kiváló stabilizáló szemcsehányad tekintetében az alkalmazhatóság határára van. 7 m/m% Fe tartalmú olvadék felhasználásával Al₃Fe vegyületnek kellene kiválnia a Bi cseppek határára. **A szükséges arányokat tartalmazó recept: 93 g Al + 7 g Fe+ 110 g Bi, 850 °C-on hőn tartva, majd emulzifikáló keverés közben hűtve.** Váradalmaink szerint a likvidusz görbe alatti hőmérsékleten keletkező Al₃Fe vegyületfázis fogja stabilizálni a Bi cseppeket.

3. Emulzifikálás Al/Sr+Bi rendszerben



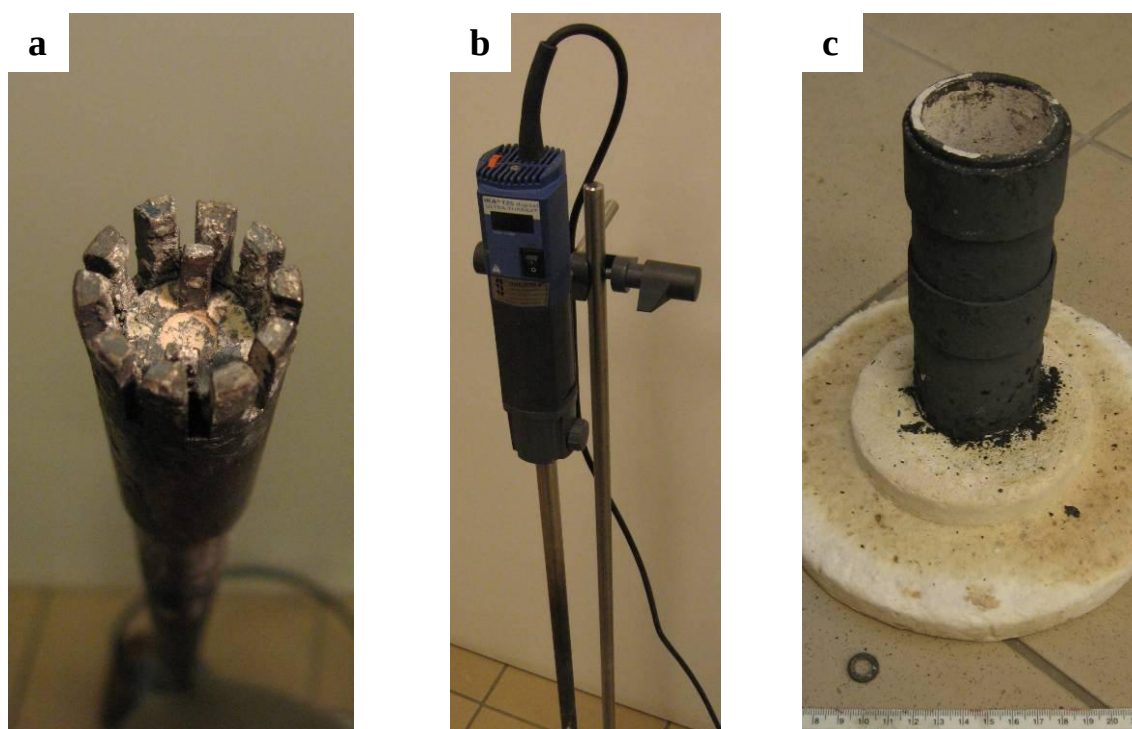
51. ábra Az Al-Sr fázisdiagram [14]

(A nyíl mutatja a 850 °C-ról induló in-situ szemcse/bevonat előállítás útját. A további hűtés során a szemcsék tovább fognak hízni, de ez a mi szempontunkból "haszontalan")

Az Al-Sr/Bi rendszerben való emulzifikáláshoz, 12 m/m% Sr-tartalmú (Ti és B mentes) Al-olvadék szükséges, melyet Al₃₀Sr ötvözet hígításával állítunk elő. Ezzel az ötvözzel más ötvöző tartalom mellett már korábban is volt dolgunk, a Cd-t most Bi-tal felcserélve várunk stabilizálást. Az eutektikus hőmérsékletig Al₄Sr kristályok fognak kiválni. **A recept: 88 g Al + 12 g Sr + 110 g Bi, 850 °C-on hőn tartva, majd emulzifikáló keverés közben hűtve.** Ez összesen 210 g, ami 25 térf % Bi-ban gazdag olvadékot jelent az olvadékokra számítva. A kiváló Al₄Sr intermetallid mennyisége a teljes olvadék térfogatra számítva kb. 14 térf%. Várhatóan Bi-cseppeket kapunk Al-mátrixban, a Bi-cseppek határfelületén Al₄Sr-bevonattal, vagy legalábbis szemcsékkel.

5.2. A kísérletek

Minden kísérletet 850 °C-on terveztünk végrehajtani, az új típusú homogenizátor legbiztonságosabban alkalmazható maximális sebessége mellett, hogy a legnagyobb nyíróerőt elérjük. Az in-situ rendszerekben minden esetben a kemencén kívül, hűlés közben diszpergáltunk egy előzetes, kemencében történő keverés után. A keverés lényeges pontja, hogy a hűlés folyamán meginduló precipitáció során a stabilizáló fázis lehetőleg az olvadéokban eloszlott Bi cseppek felületén váljon ki, ne pedig az alapfázisban. Ezért a keverést idejében meg kell kezdenünk, és idejekorán abba kell hagynunk, nehogy a keverő propeller belefagyjon a dermedő mintába. Az alkalmazott keverési sebesség a kísérletekben eltérő, a fordulatszámot mindig az adott megfigyelések alapján választottuk meg. A készülék maximális teljesítménye 20000 1/min feletti, azonban korábban sikerült már 9000 1/min fordulatszám mellett is sikeres fémemulzió mintát felmutatni, amelynél nem volt látható a nehezebb fém kiülepedése.



52. ábra Fémemulziós kísérletekben használt a) hőálló acél keverőfej
b) homogenizátor test c) szétszerelhető acél tégely

A kísérleteket minden esetben szétszerelhető, áramlástörőktől mentes korrózióálló acél tégelyben (52.c, ábra) végeztük. Miután az olvadék állapotú alapötvözetünkbe dobtuk a kimért mennyiségű bizmutot, pár perc várakozás és a keverő előmelegítése után megkezdtuk az emulzifikálás terv szerinti kivitelezését. A lehűlt minta közepéből kivett szeletet a minta előkészítése után analízisre vittük.

5.2.1. Al-Si rendszer

ISE_1 kísérlet (röv. In Situ Emulsion)

Az első kísérletben 18,5 v/v%-ban kiváló primer Si-szemcsével terveztük a diszpergált Bi cseppek stabilizálását.

12. táblázat Az ISE_1 kísérlet összefoglaló táblázat

Felhasznált anyag		Keverés			Keverési hőmérséklet, °C
név	tömeg, g	száma	kev.seb, 1/min	kev. idő, s	
Al-28Si	127,596	1.	12000, kemencében	20	↓864 - dermedésig
Bi	140,382	2.	20000, levegőn, hűlés közben	240	
Σ bemért anyag	267,978				
Σ kész anyag	268,51				

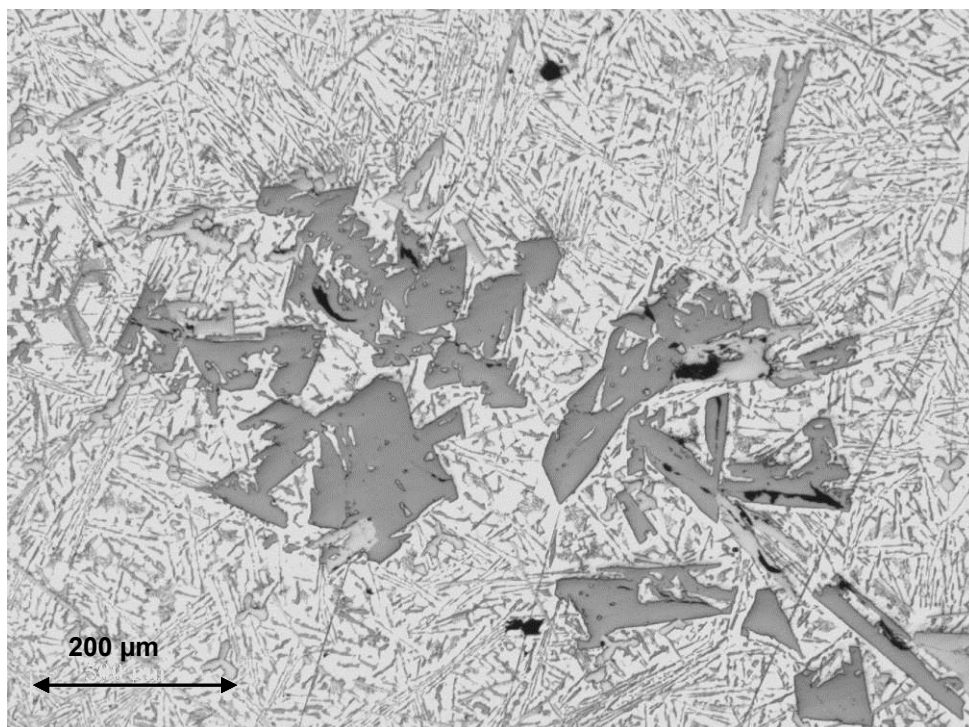


53. ábra Al-28Si + Bi 'in-situ' emulzifikálásával keletkezett, kettévágott minta

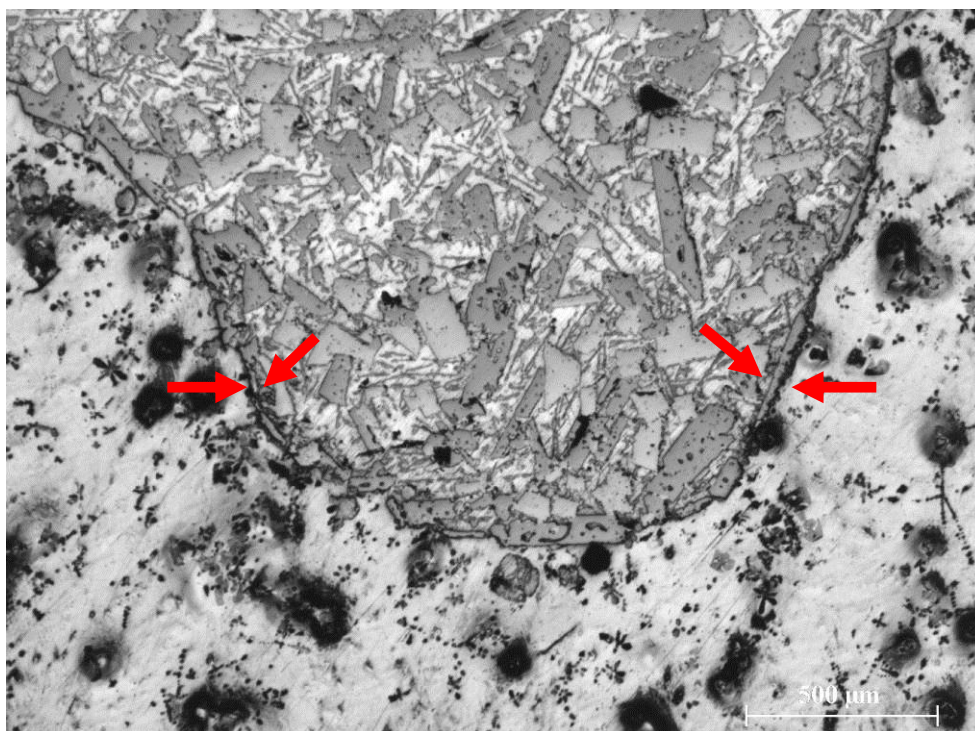
A hűléskor nagy mennyiségben kiváló Si kristály igen kemény anyag, melynek koptató hatása a keverő végét jelentette ebben a kísérletben. A keverőfej álló részén az áramlástörő fogak nyaka drasztikusan elvékonyodott, lekopott. Az igénybevétel miatt a propeller egy része leszakadt, belekerült az olvadékba, így ez a minta tömegnövekedését okozta. A tönkrement keverőfejről készített felvételt az 54. ábrán láthatjuk.



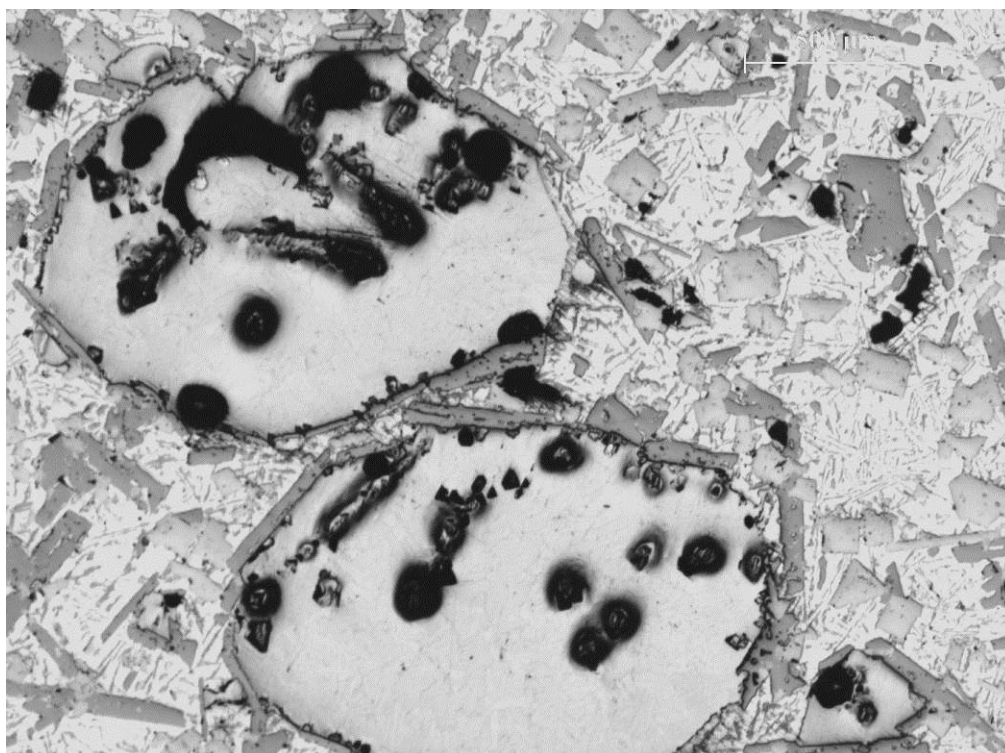
54. ábra Elkopott keverőfej a Si-os kísérlet (ISE_1) után



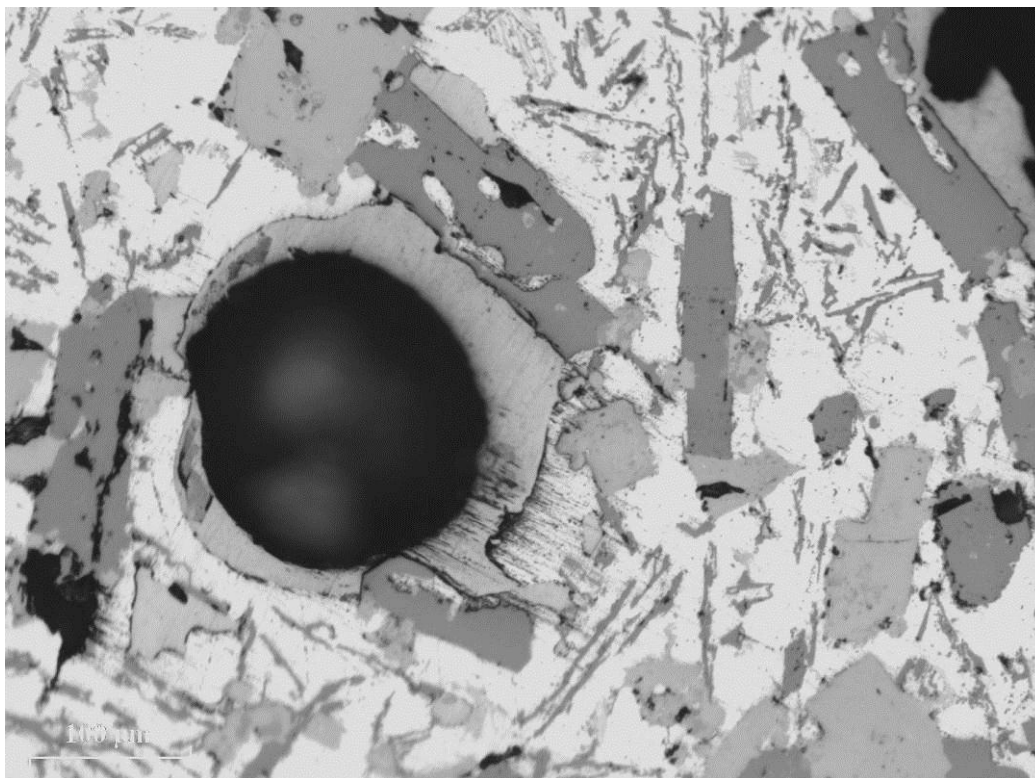
55. ábra ISE_1 minta mikroszkópos felvétele (sötétebb szürke: Si kiválások a váltakozó fehér-szürke Al-Si eutektikumban)



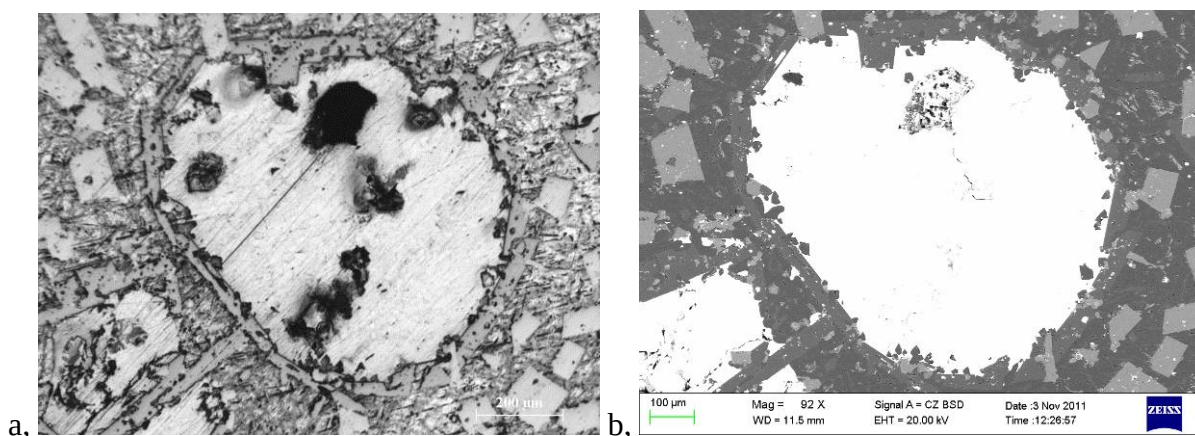
56. ábra *A Bi (alul, világos) és Al(felül) fázis határára gyűlő Si (szürke)lapkák optikai mikroszkópos felvétele (a fázishatárt piros nyíl jelöli)*



57. ábra *A Bi cseppek (homogén világos fázis) falán kivált Si (szürke) megakadályozza a cseppek koaleszkálását*

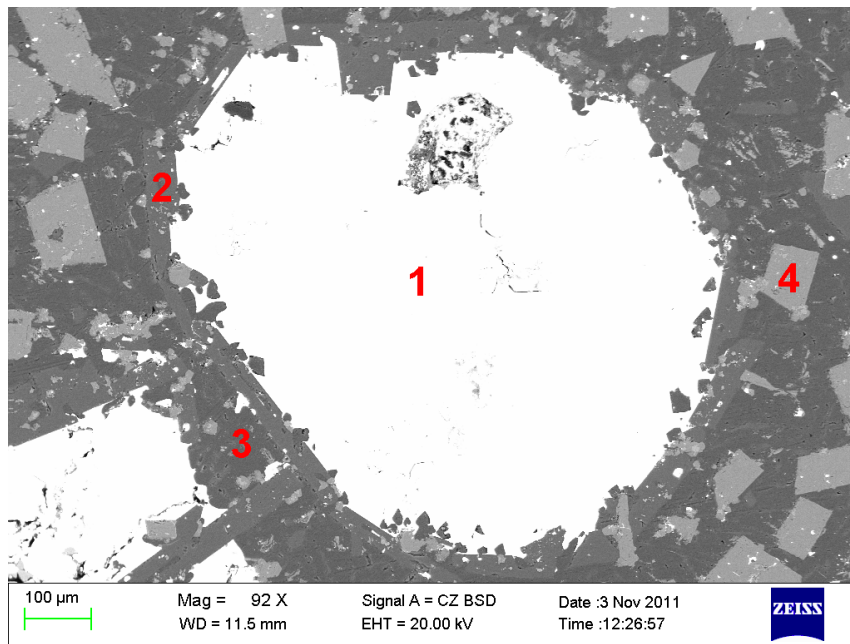


58. ábra Az anyagban található üreg falát összefüggő Bi réteg borítja



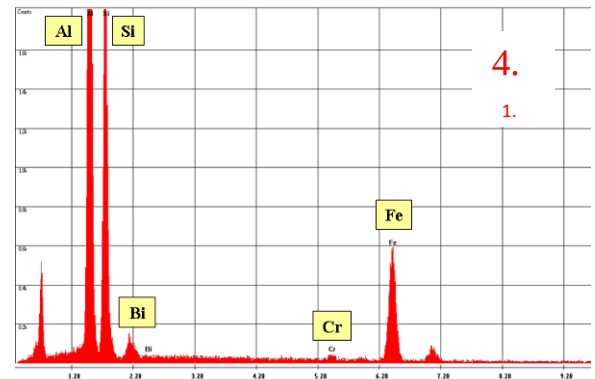
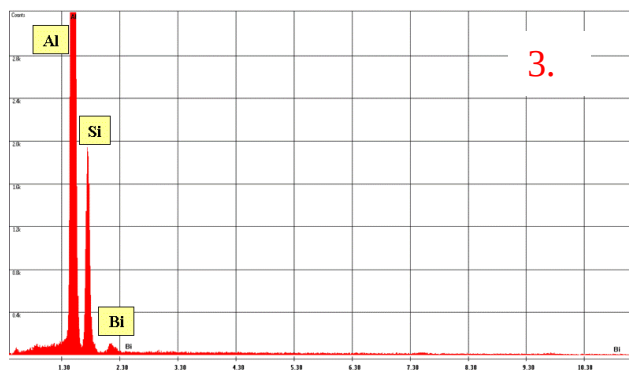
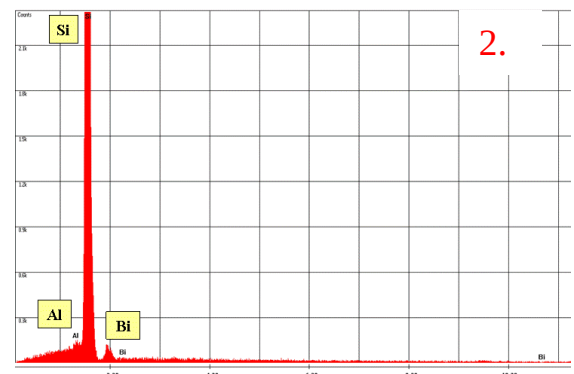
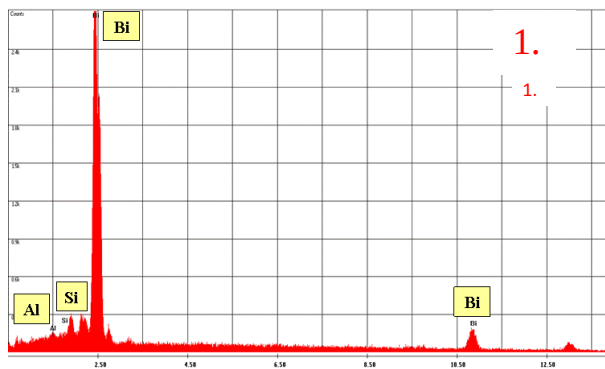
59. ábra Bizmut csepp optikai (a,) és scanning (b,) elektronmikroszkópos felvétele az ISE_1 mintában

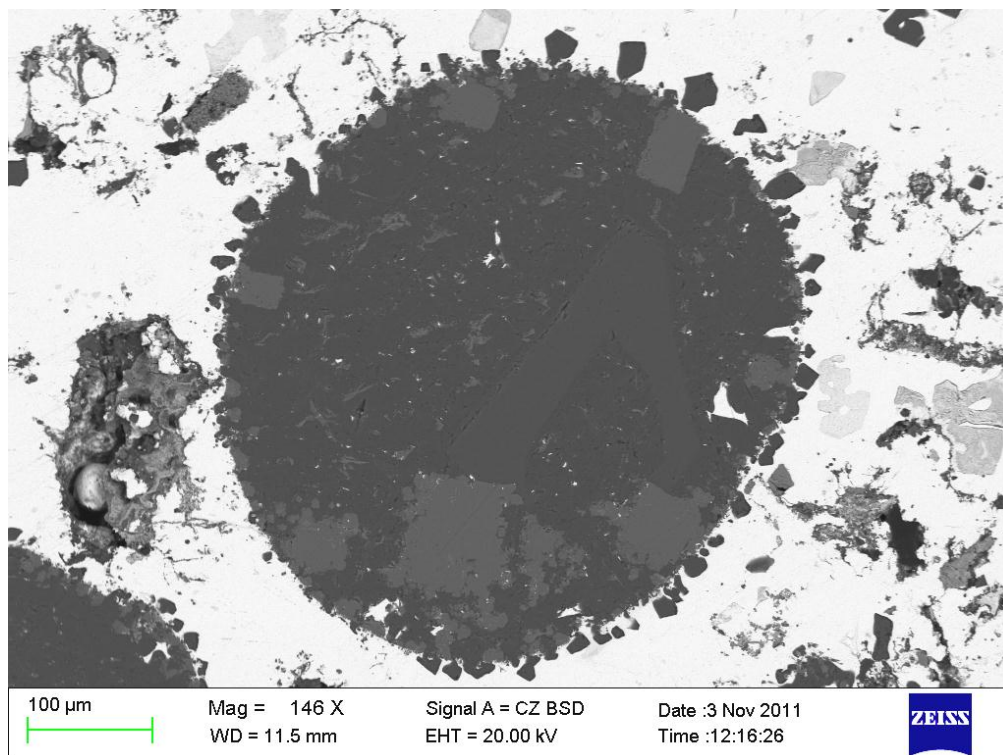
Az optikai mikroszkópos felvételeken (55-59.a, ábrák) is jól megfigyelhető, hogy a primer Si kristályok az alumíniumban gazdag alapfázis és a bizmut határán helyezkednek el. Ez alapján elmondhatjuk, hogy a szilícium kristályok alkalmasak a bizmut cseppek alumínium alapfázisban való stabilizálására. Az említett ábrákon azt is láthatjuk, hogy különböző szemcsék keletkeztek, melyeknek eltérő a fényreflexiója, ezt igazolják a SEM felvételek is. Megfigyeléseink szerint az anyagban rekedt gázbuborékok a bizmut fázist preferálják az alumíniummal szemben, aminek oka valószínűleg a határfelületi energiák viszonyában rejlik.



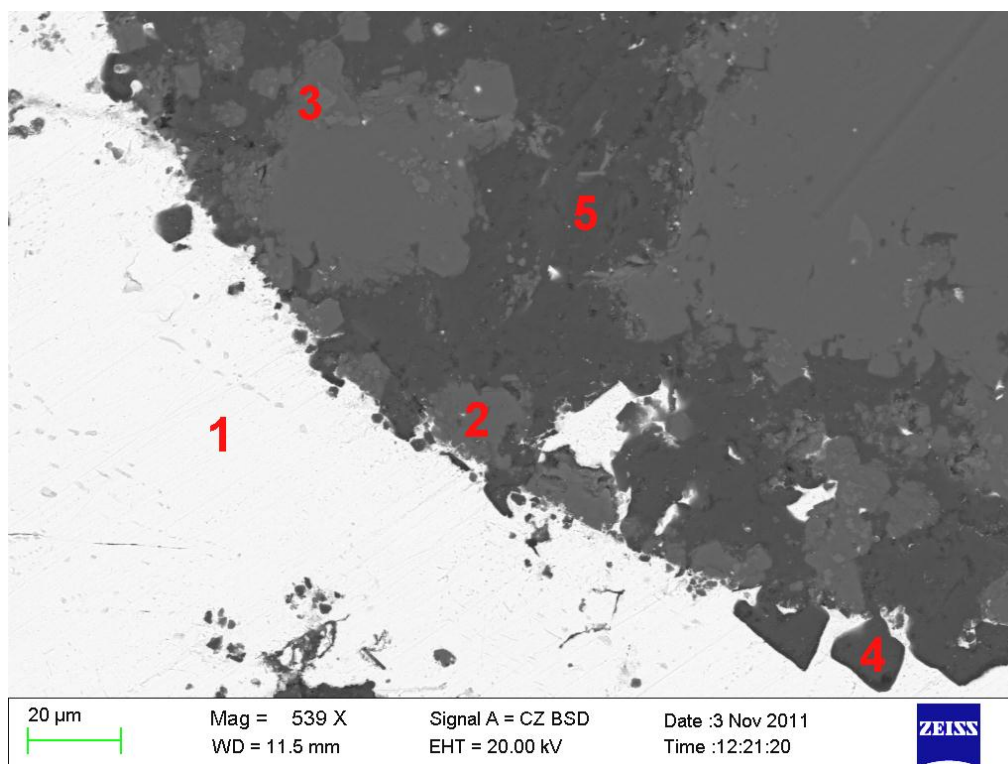
60. ábra A fenti kép jelölt EDX analízis pontokkal, ill. kiértékelésük 1-4.

1.pont: Bi fázis, 2.pont: Si gazdag fázis, 3.pont: A-fázis Si-tartalommal, 4.pont: Al-Si vegyület

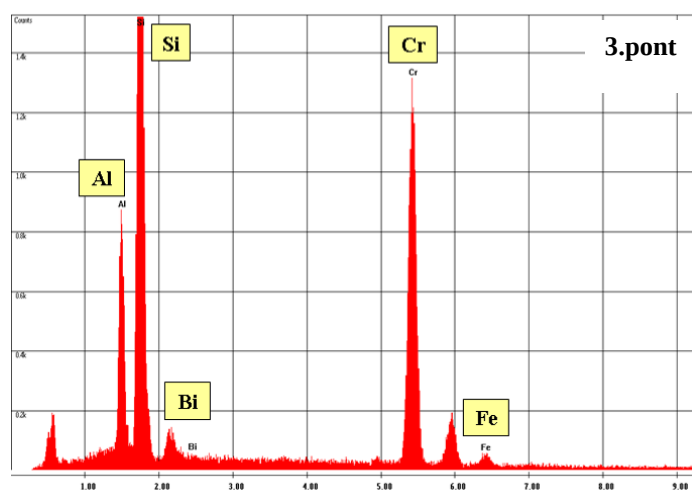
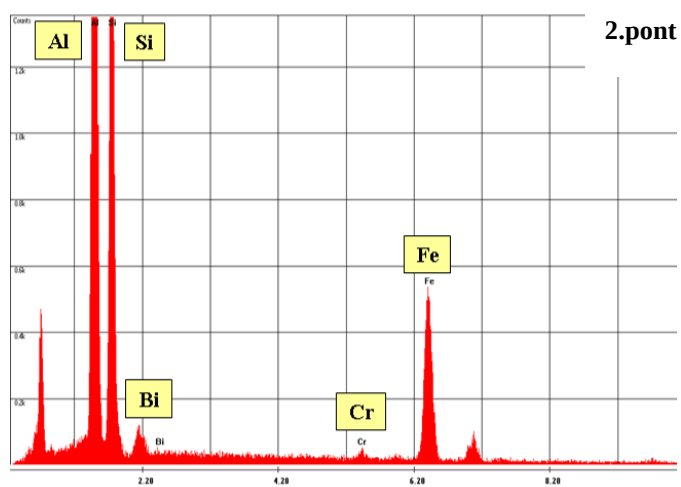
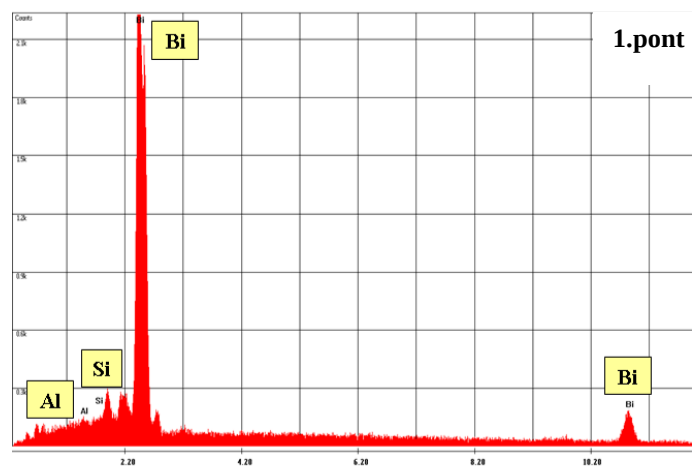


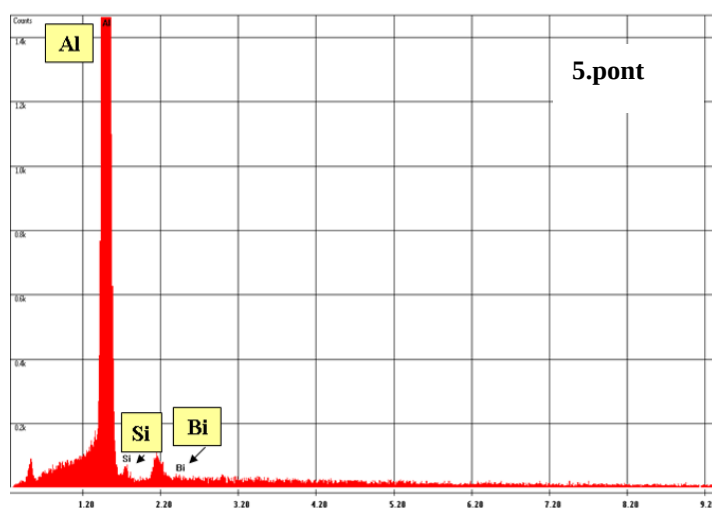
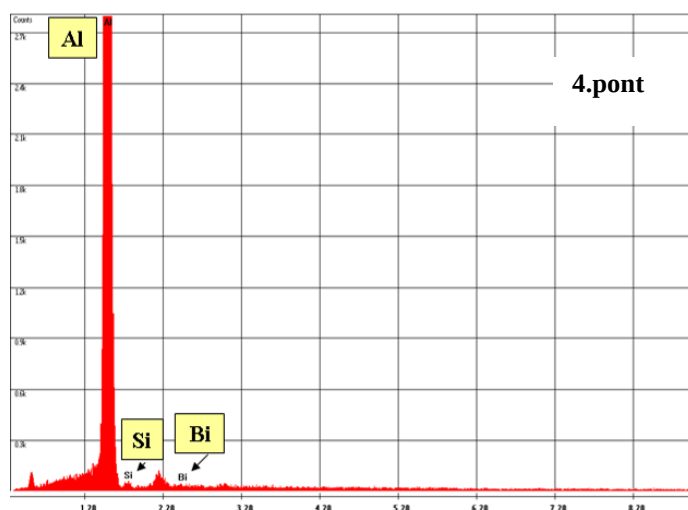


61. ábra Alsó külepedett Bi-rétegben Al csepp SEM felvétele



62. ábra A fentebb lévő Al csepp SEM felvétele jelölt elemanalízis pontokkal

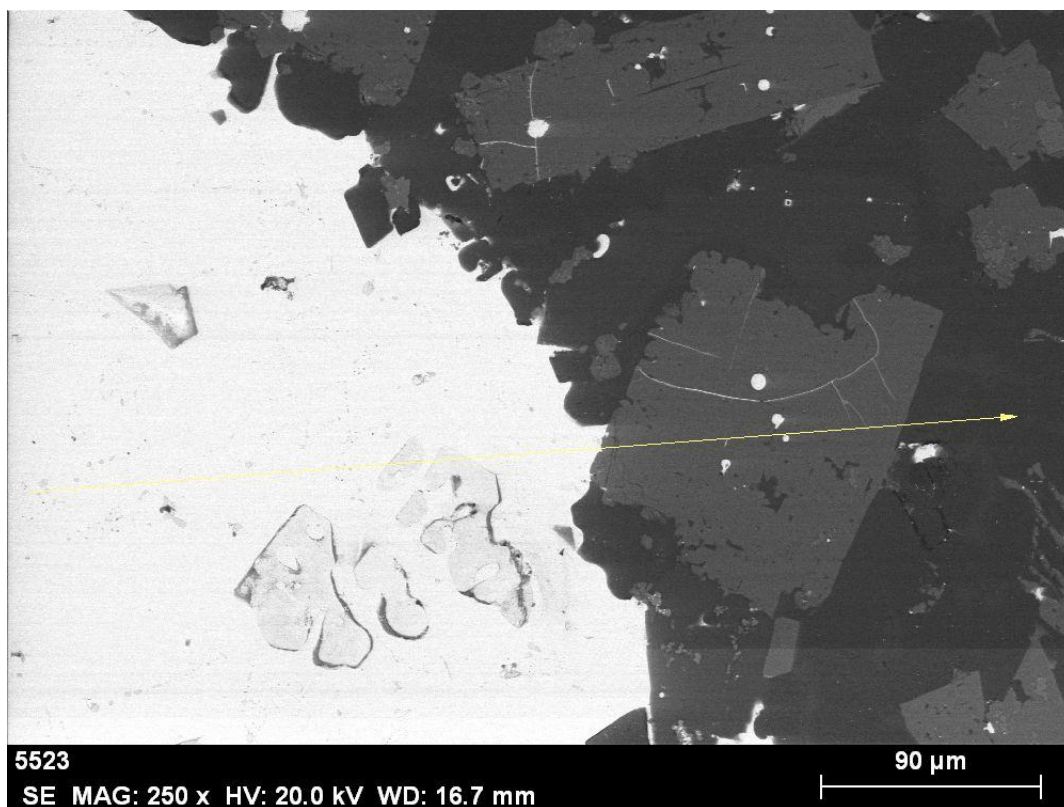




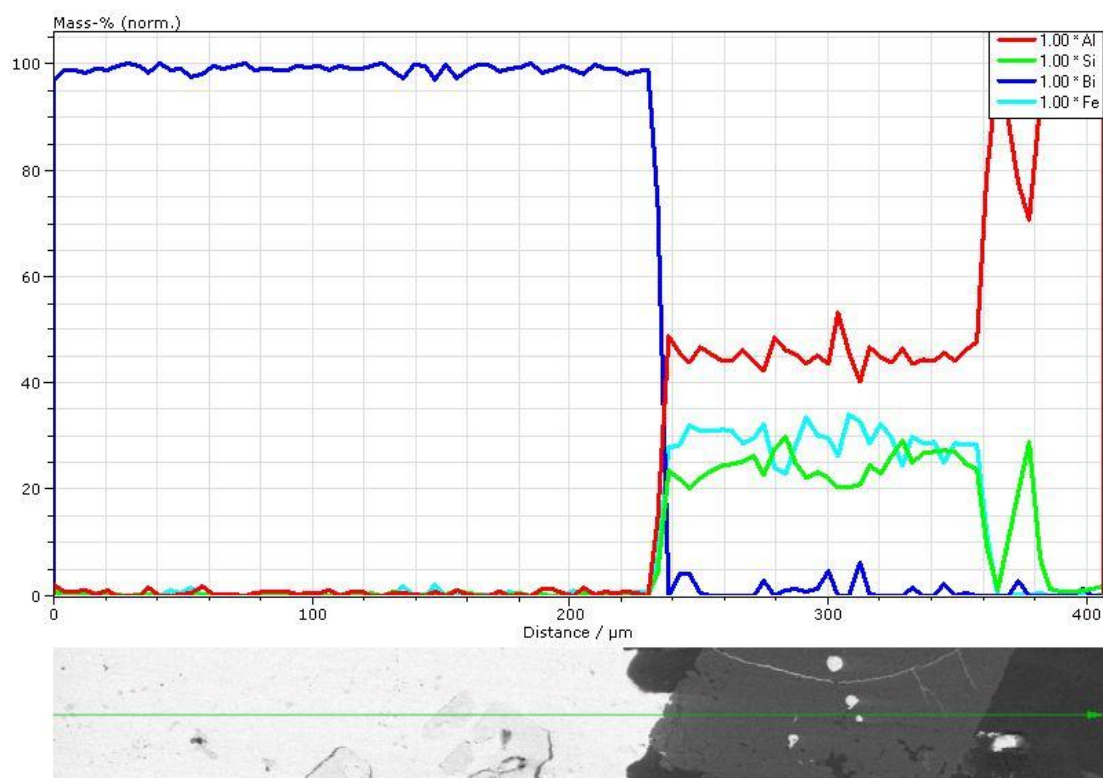
63. ábra A 62. ábrához tartozó pont szerinti EDX analízisek

A 60-62. ábrákon több fázis látható, melyek EDX elemzése azt mutatja, hogy a tiszta bizmut ill. tiszta (és nem eutektikus) alumínium mellett megjelenik egy többalkotós fázis is, ahol a Si és Al mellett a Fe és Cr tartalom is jól látható. (Ezen szemcsén belül néhol a Cr dúsul.) A Fe és Cr megjelenése a rendszerben egyértelműen a keverőfej beoldódásából származik.

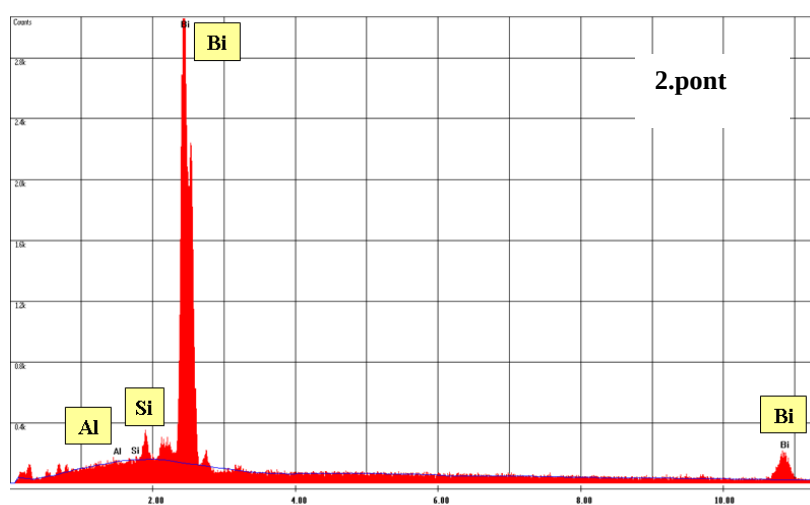
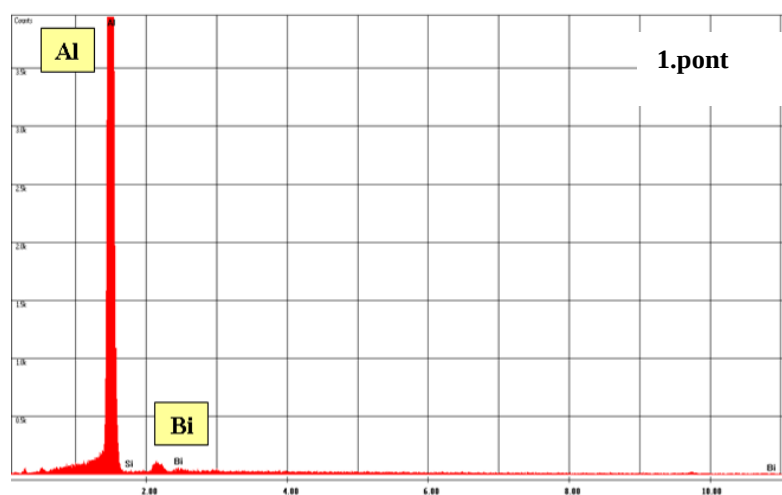
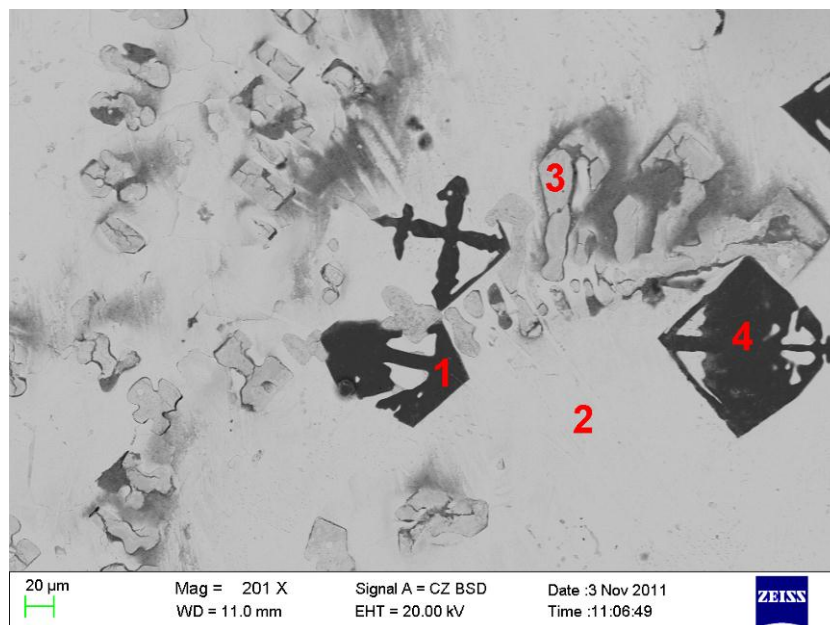
Ez a fázis az Al/Bi határfelületen található, melynek szerepe lehet az Al csepp stabilizálásában. A vas tartalmú fázis az Al-ban illetve Bi-ban gazdag területen egyaránt megtalálható. Ezt megerősíti a 64-65. ábra vonalmenti analízise. A bizmutban dendritesen kristályosodó tiszta alumínium fázist figyelhetünk meg (66. ábra).



64. ábra *Bi* fázisból az alapfázis felé mutató vonal menti felvétel



65. ábra *Vonalmenti elemanalízis az ISE_1 mintában*



66. ábra Bi rétegben kivált Al dendritek SEM felvétele és elemvizsgálatuk

ISE_4 kísérlet

Az első kísérlet után látszott, hogy a 18,5 térf.%-os szemcsetartalmú rendszerben nagyon sűrű volt a Si-kiválás, ami feleslegesen nagy mennyiséget jelent a stabilizálásnál. Ez a kísérlet az előzővel lényegében megegyezett, csupán a bevitt Si-t csökkentettük, miközben megpróbálkoztunk a kivált Si méretének csökkentésével is. A szemcsefinomításhoz foszfort alkalmaztunk, a rendszerre nézve 0,0045%-t. A fémkezelési hőmérsékletet 820-840 °C-on javasolják ilyen esetben, de mindenképp 900 °C alatt, mivel itt a foszforcsírák oldódnak, így azok nem fejtik ki hatásukat. Kisebb hőmérsékleten, a primer szilíciumkristályok durvulásra hajlamosak, 750 °C alatt már rohamosan nagyobbodnak, konglomerálódnak [16]. Az Al-20Si új kísérletben ugyanazzal a problémával számolhattunk, mint korábban. A Si kristályok rövid keverés után is teljesen 'megették' a kolloidmalom fejrészét. A foszfor olvadékba adagolása után láng fellobbanását észleltük, ami azt mutatja, hogy a P legalább egy része elégett, emiatt valószínűleg a szemcsefinomítás nem lett megfelelő.

13. táblázat ISE_4 kísérleti paraméterek összefoglaló táblázata

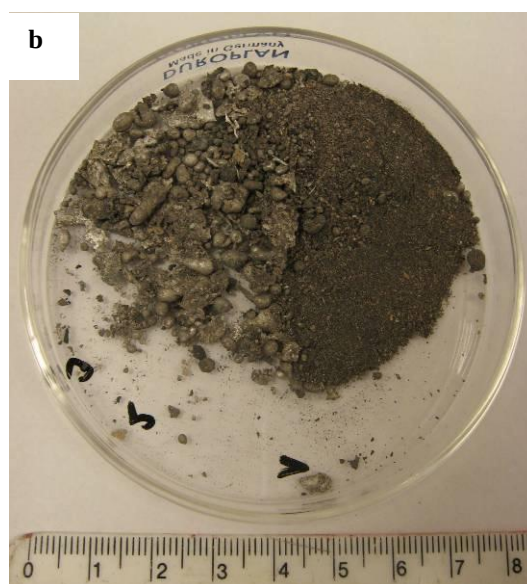
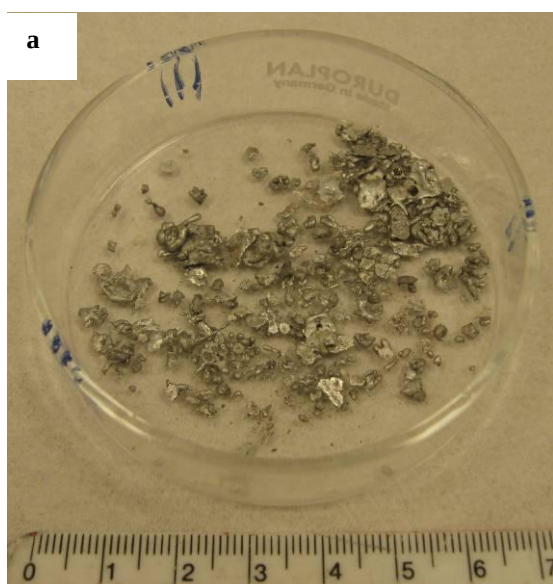
Felhasznált anyag		Keverés			Hőmérséklet, °C
név	tömeg, g	száma	kev.seb,1/min	kev. idő, s	
Al	92,952	1.	6300, kemencében	15	↓830 - dermedésig
Si	23,232				
Bi	127,806				
P	0,0053	2.	5200, levegőn, hűlés közben	25	
Σ bemért anyag	249,29				
Σ kész anyag	244,955				



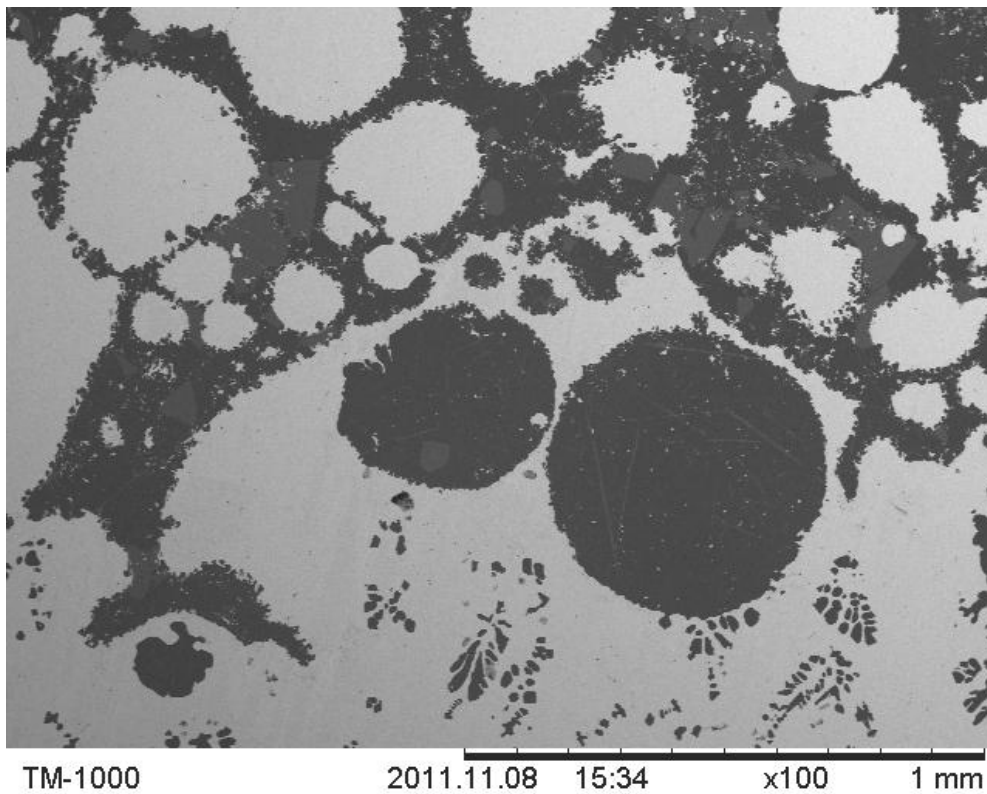
67. táblázat Az Al-20Si/Bi rendszerben született minta képe



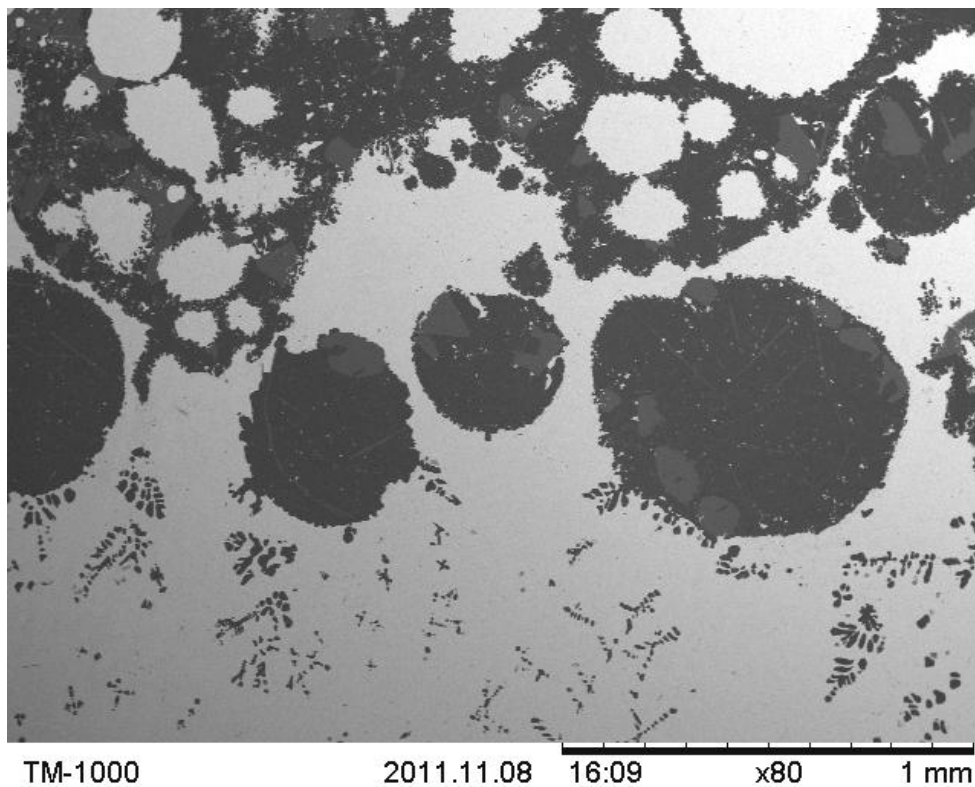
68. ábra A minta kiüledett Bi rétege felett egy jól meghatározható cseppekkel teli sáv jelenik meg; a nagyméretű Si-lapok is látszanak, ami arra utal, hogy a szemcsefinomítás nem sikerült



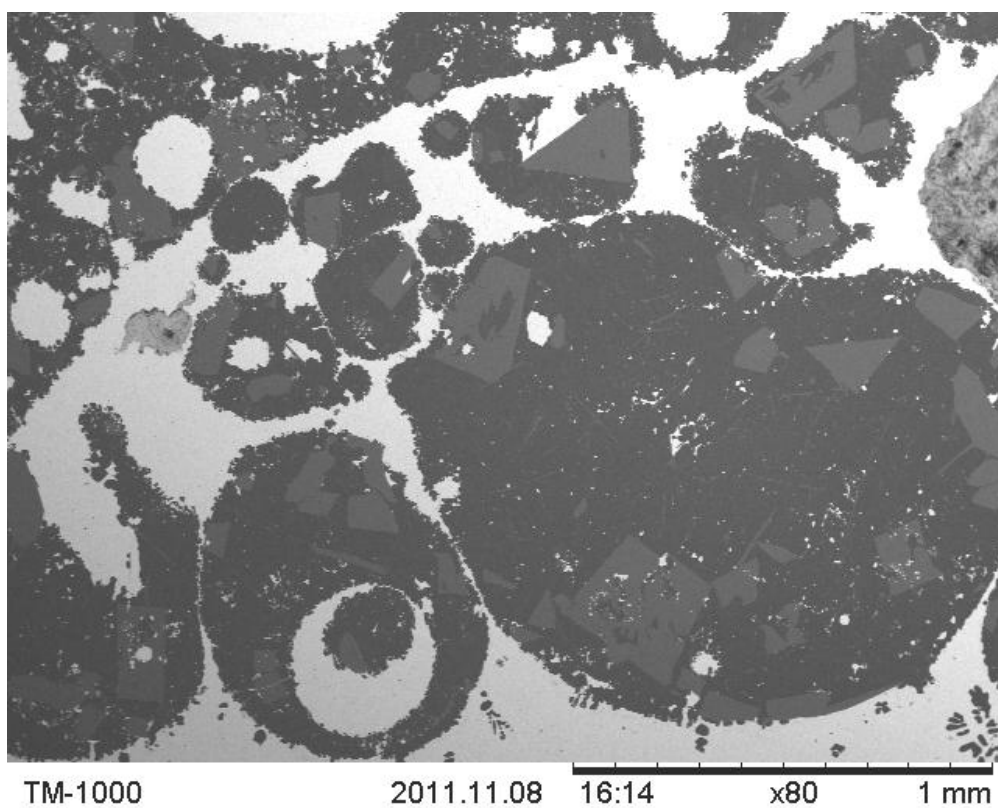
69. ábra a) A keverés folyamán kicsapódó olvadékcseppek; illetve **b)** az ISE_4 minta tetejéről leszórt por



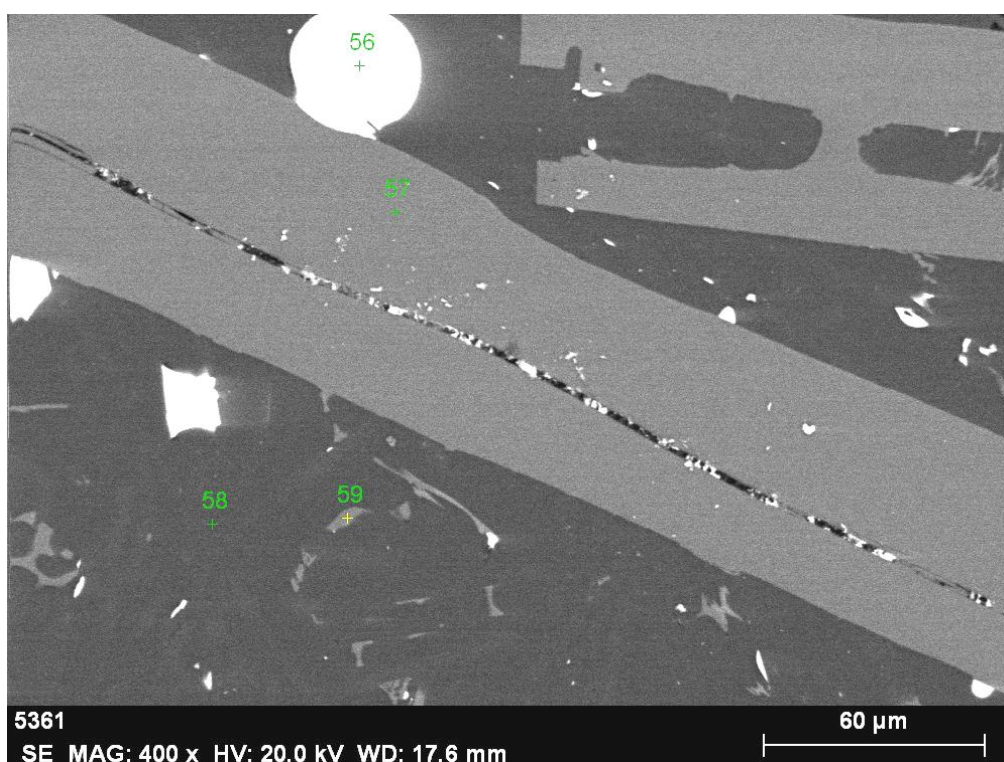
70. ábra Al-20Si +Bi minta fázishatára ülepedő csepppréteggel
(Hitachi TM-1000; világos Bi fázis, sötét Al fázis, a Si és Al rendszámainak közelsége miatt gyenge BSE képet ad)



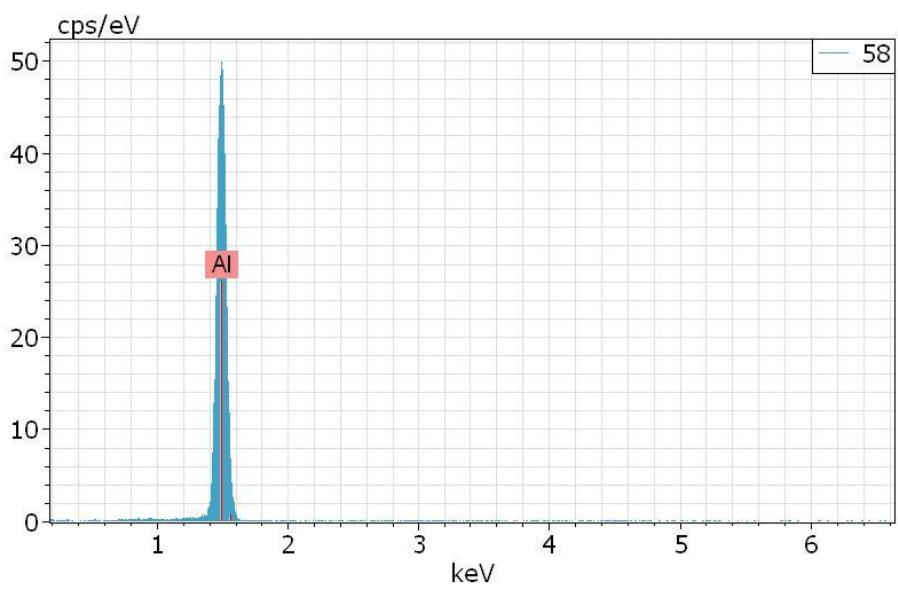
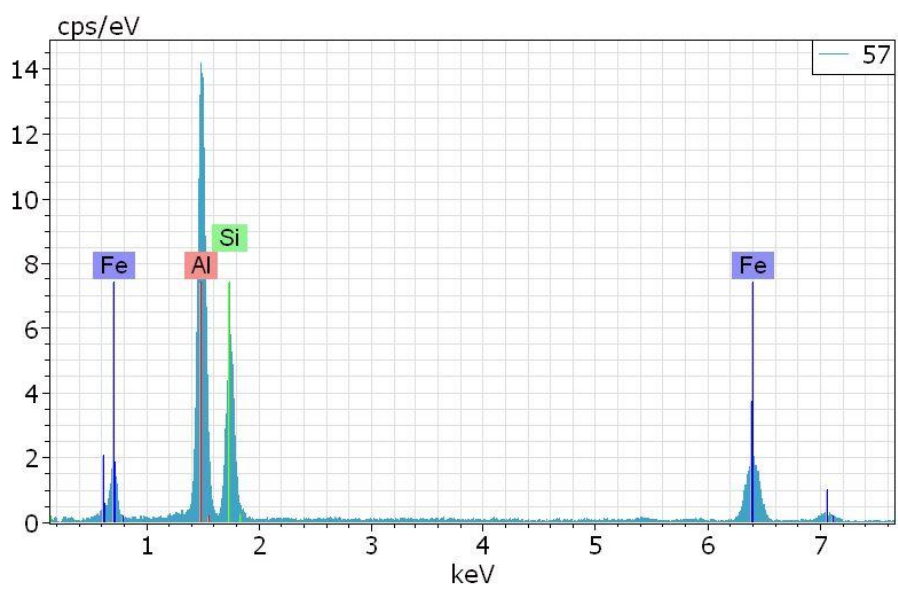
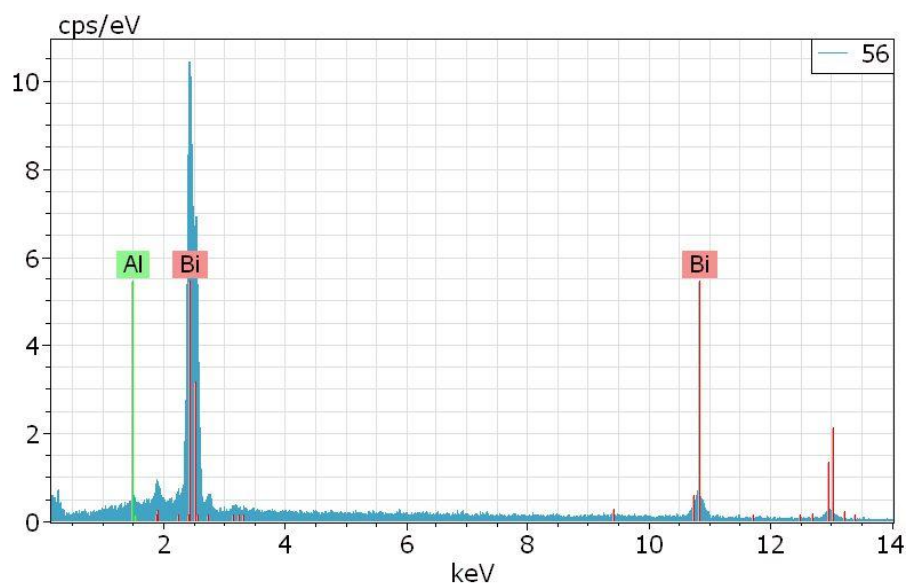
71. ábra Az emulzió inverziója, fázisváltás az ülepedési határon
(felül Al fázisban Bi cseppek, alul Bi-fázisban Al cseppek)

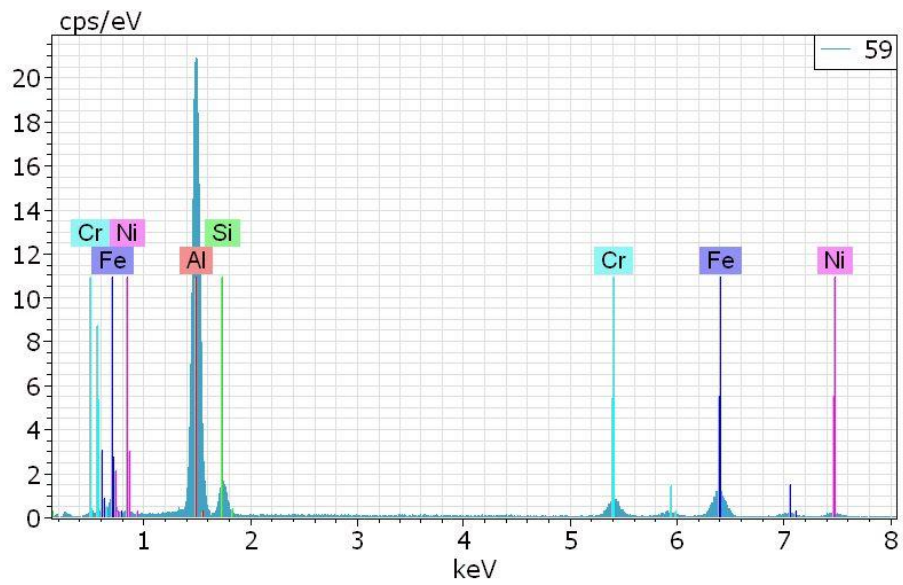


72. ábra Változatos rajzolatok (összetett emulzió) a köztes ülepedett rétegben

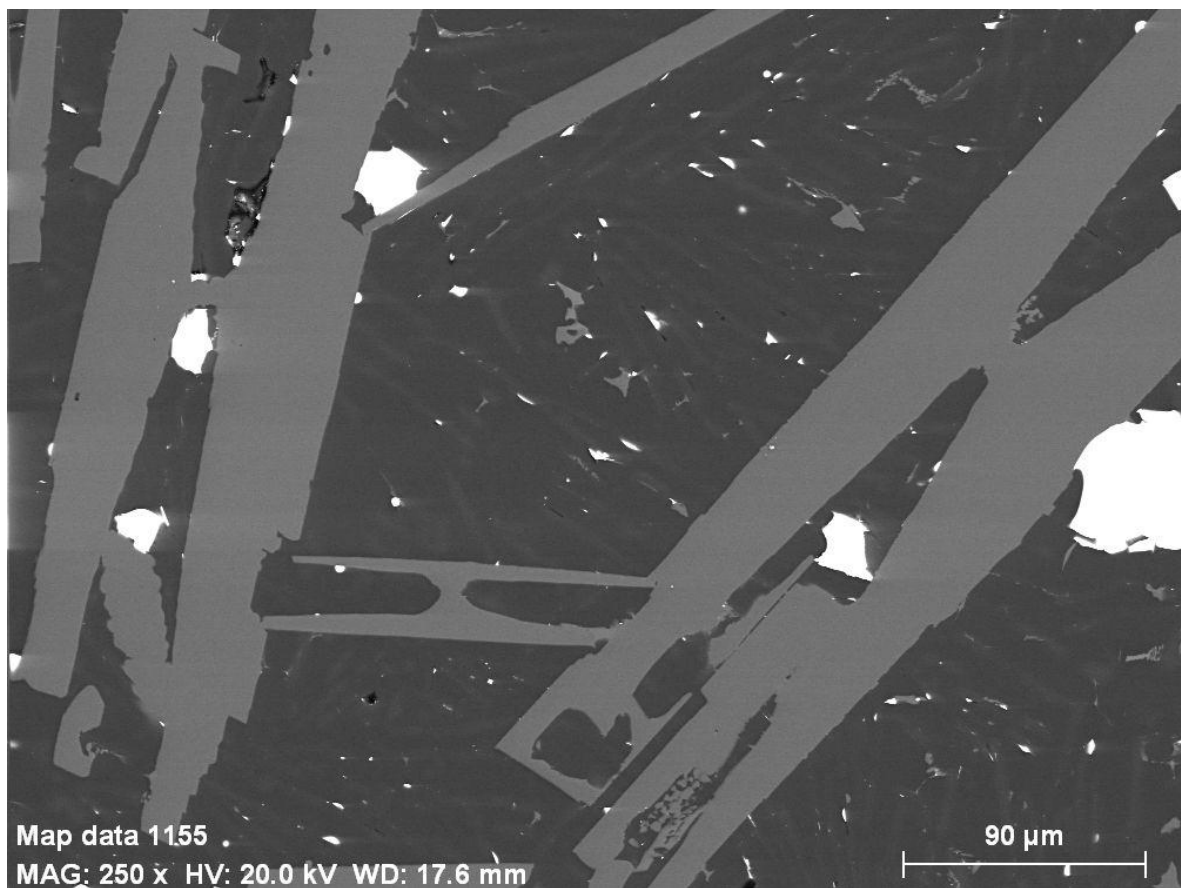


73. ábra Elemanalízis pontjai az ISE_4 mintán

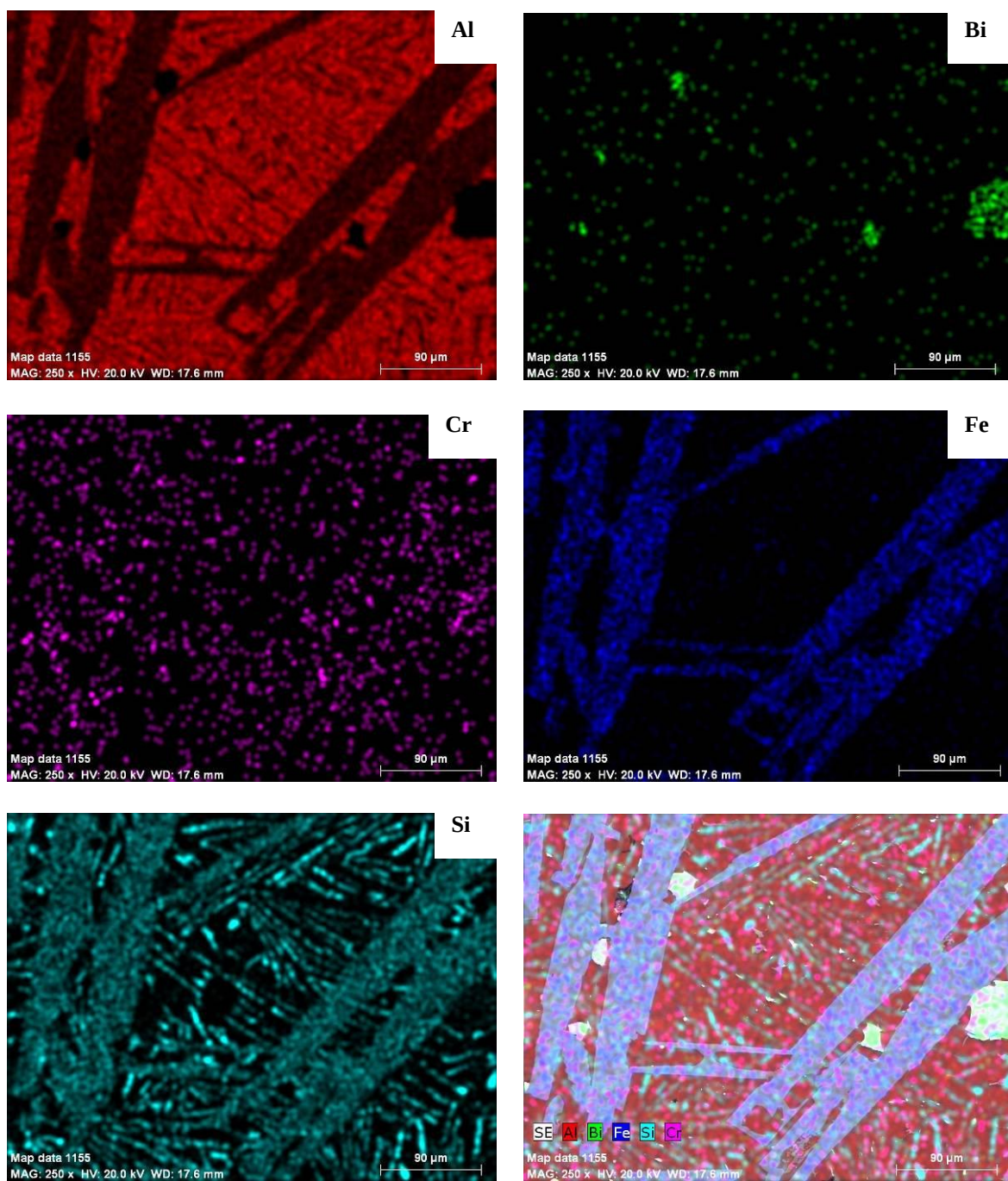




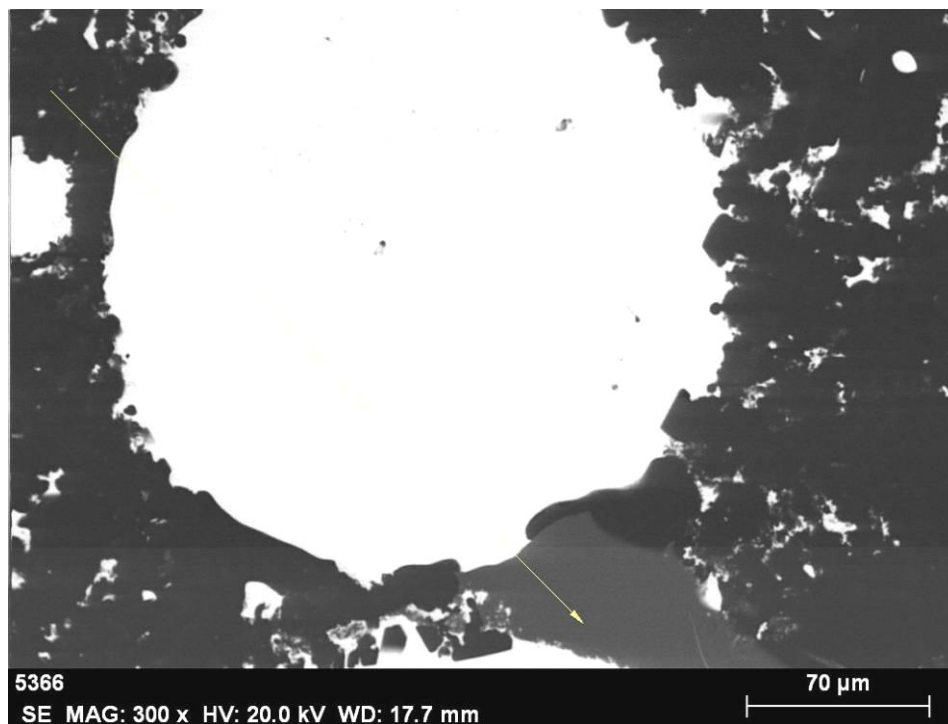
74. ábra Az 73. ábrához tartozó EDX analízis grafikonok (56; 57; 58; 59)



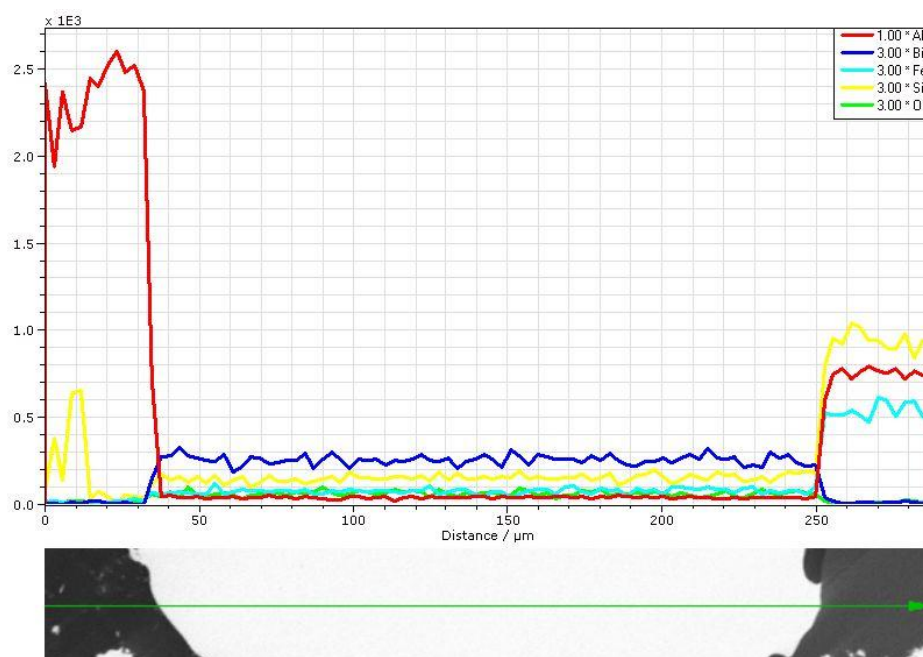
75. ábra Elemtérképhez készült SEM felvétel az ISE_4 mintában



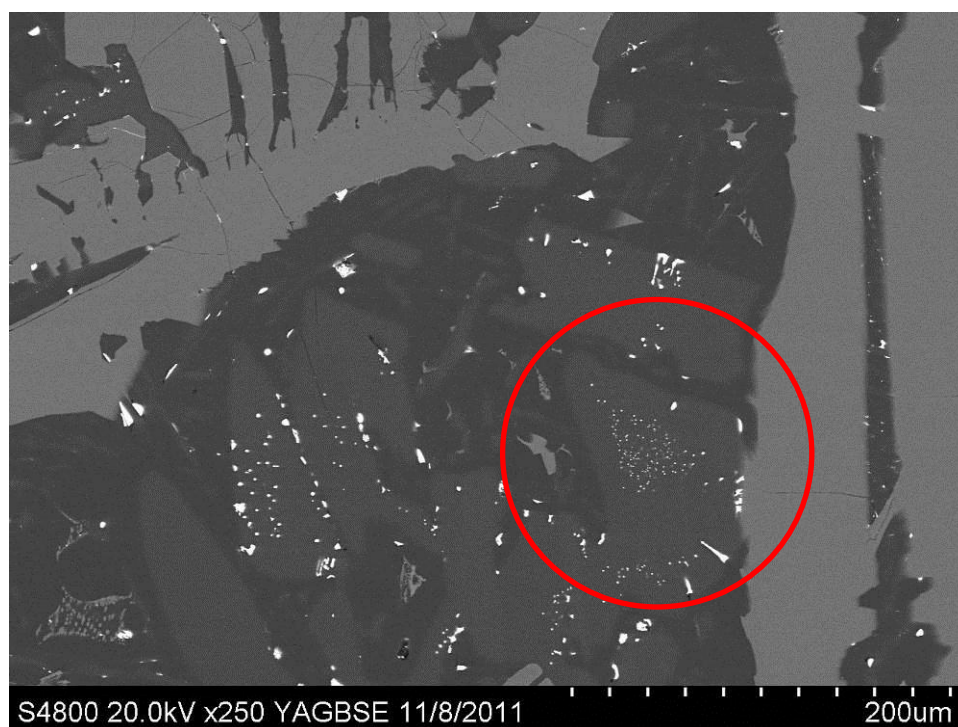
76. ábra A 75. ábrához készült elemeloszlási térképek elemenként, illetve együttesen ábrázolva(utolsó kép)



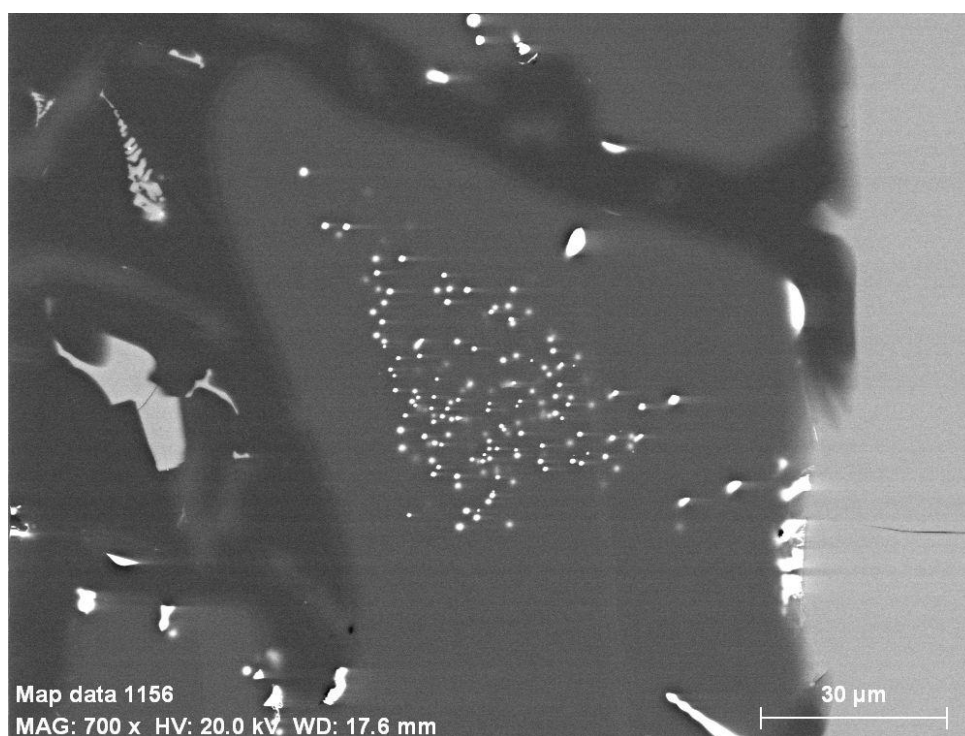
77. ábra Al-20Si+Bi mintában Bi cseppen keresztül húzott linescan felvétele



78. ábra Vonalmenti EDX analízis a Bi cseppen keresztül,
(a csepp jobb oldalán a stabilizáló fázis összetételével)



79. ábra *A nagyon apró Bi cseppek a Si gazdag fázisban jelennek meg*



80. ábra *Nagyított SEM felvétel a 79.ábrán piros körrel jelölt területről*

5.2.2. Al-Fe rendszer

ISE_2 kísérlet

A Fe rendszerben történő emulgeálás – a kísérlet pozitív kimenetele esetén – igen gazdaságos volna. A hűlés során kiváló Al_3Fe vegyülettől várjuk a stabilizáló hatást. A keverés sebességét nem tudtuk a táblázatban jelzettnél jobban megemelni, mivel diszpergálás közben az olvadékból cseppek erős kifröcskölését tapasztaltuk. Feltehetően a kis felületi feszültség következtében a Bi egy része cseppesedett és távozott a rendszerből keverés közben.

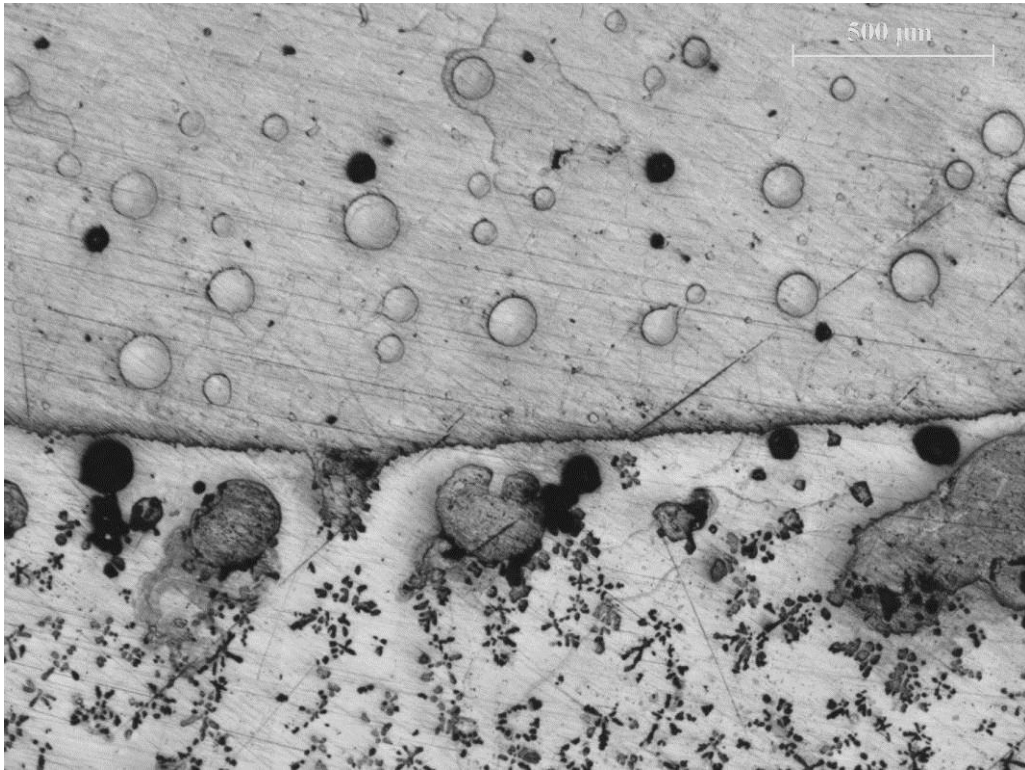
14. táblázat Az $\text{Al(7)Fe} + \text{Bi}$ emulzifikálásánál alkalmazott paraméterek

Felhasznált anyag		Keverés			Hőmérséklet, °C
név	tömeg, g	száma	kev.seb,1/min	kev. idő, s	
Al-7Fe	96,82	1.	3400-6000, kemencében	20	↓862 - dermedésig
Bi	106,504		2.	3600(3s)-6000(15s), levegőn, hűlés közben	
Σ bemért anyag	203,324				
Σ kész anyag	185,16				

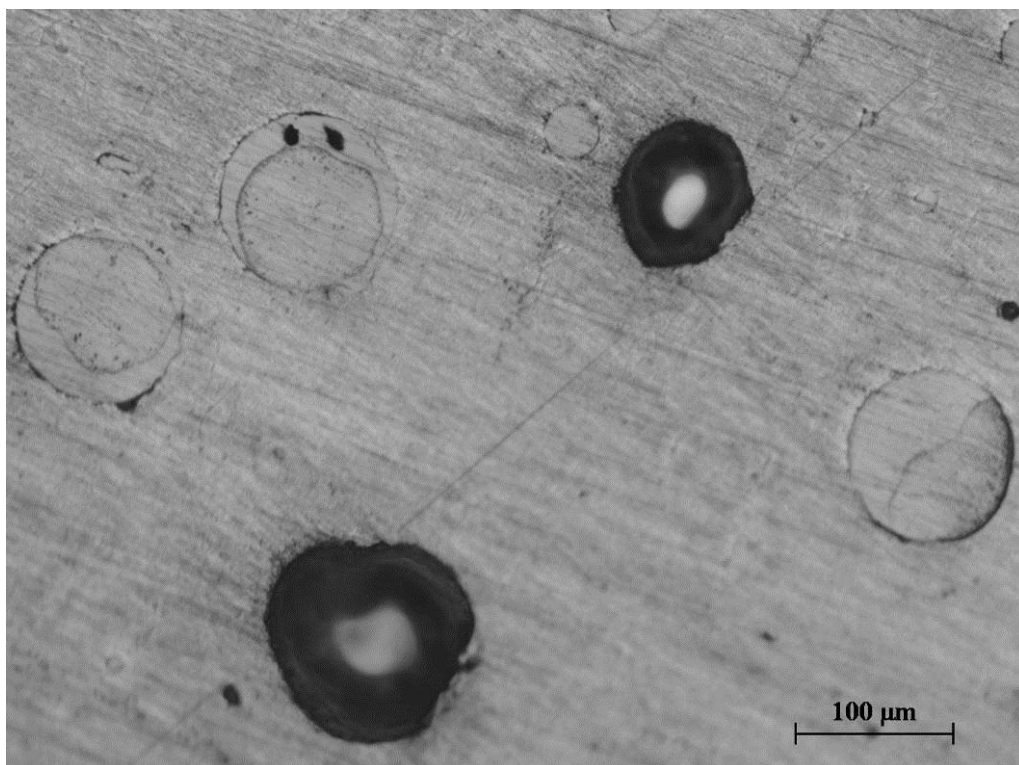


81. ábra ISE_2 minta a) tömbi képe b) téglafalra tapadt maradék c) minta metszet szétüledett fázisokkal

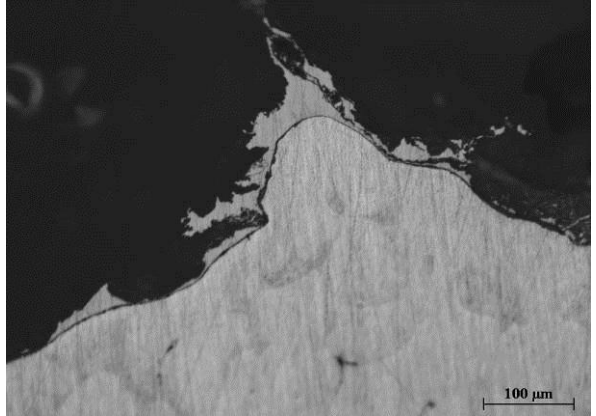
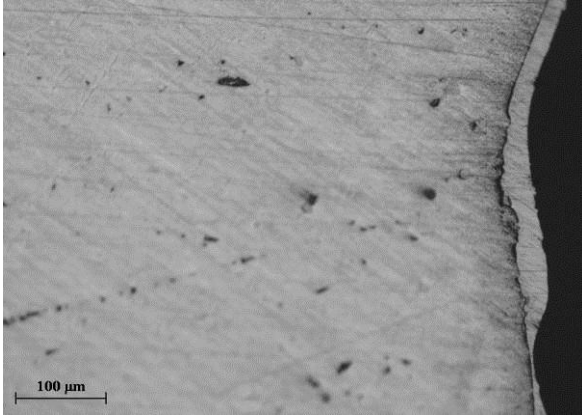
A következő ábrák alapján sajnos megállapíthatjuk, hogy a kiindulási 7 % Fe-tartalom nem elegendő a stabil emulzió létrehozásához. Ennek ellenére a szabályos Bi cseppek körül az EDX elemzések nem mutatták a Fe-tartalmú fázis megjelenését.



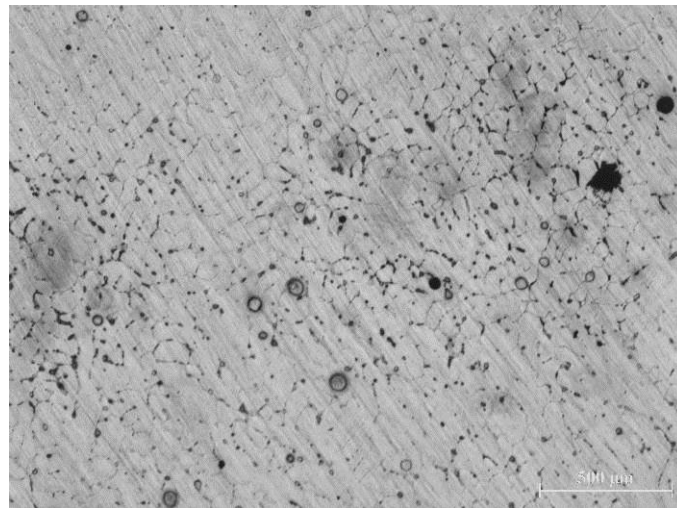
82. ábra *Optikai mikroszkópos kép az ISE-2 minta fázishatárán
(alul a lesüllyedt Bi-réteg, fent Al fázis, a fázishatár közelében cseppekkel)*



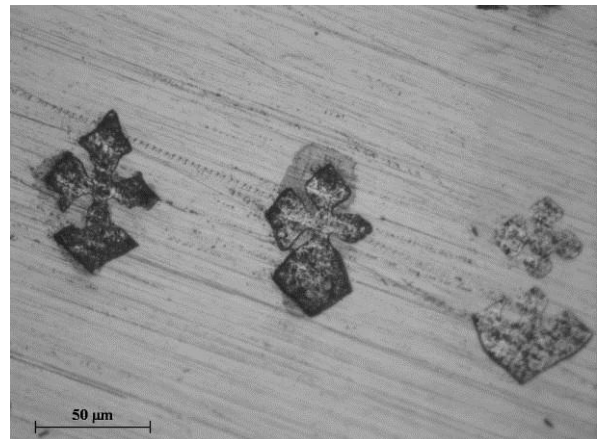
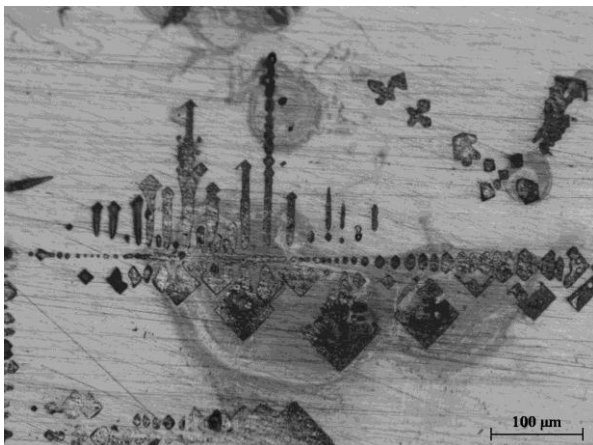
83. ábra *Al(7)Fe/Bi rendszerben feltehetően emulziócseppek mikroszkópos felvétel*



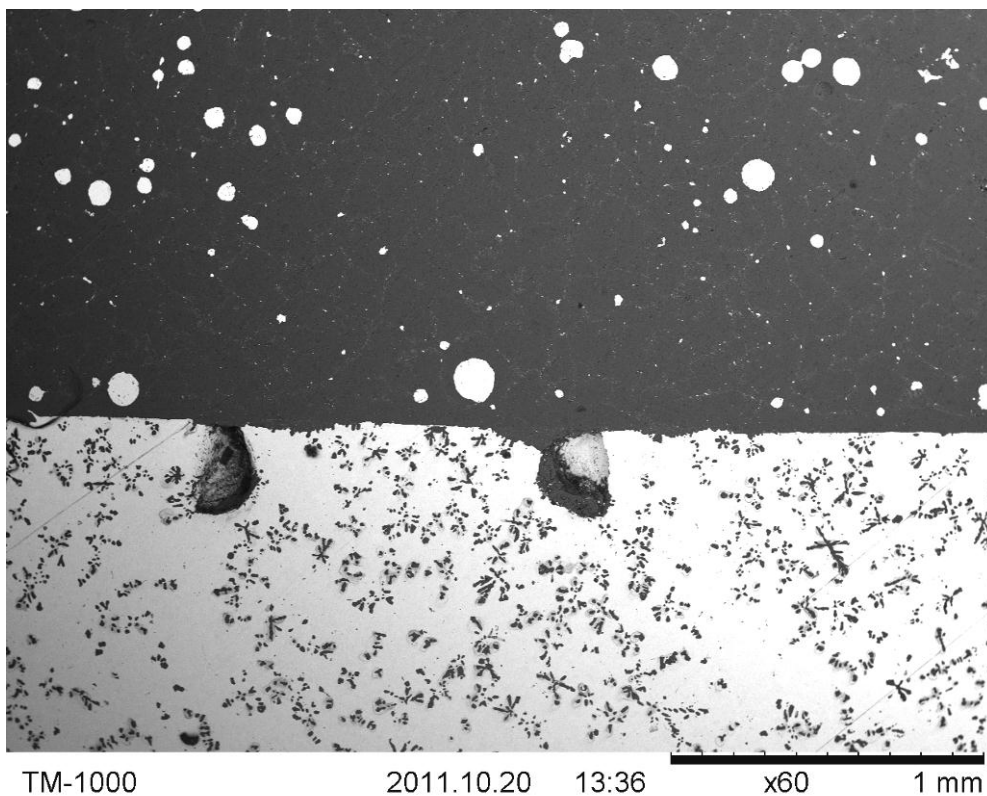
84. ábra Az ISE_2 minta széle, az Al fázis mellett Bi vékony réteg, ami felfutott a minta oldalára (bal oldali kép) és a minta tetejére (jobb oldali kép)



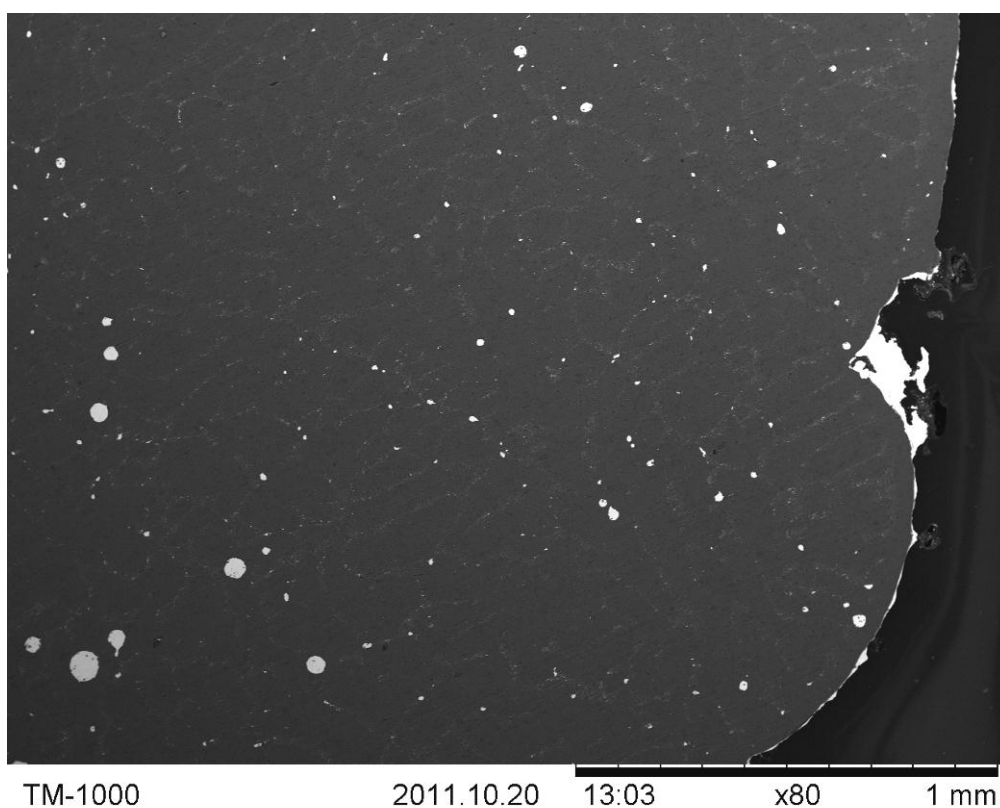
85. ábra Al-ban gazdag fázis szövetképe 1-2 Bi-cseppel, a szemcsehatárokon dúsuló ötvözőtartalom a pushing mechnizmusra utal



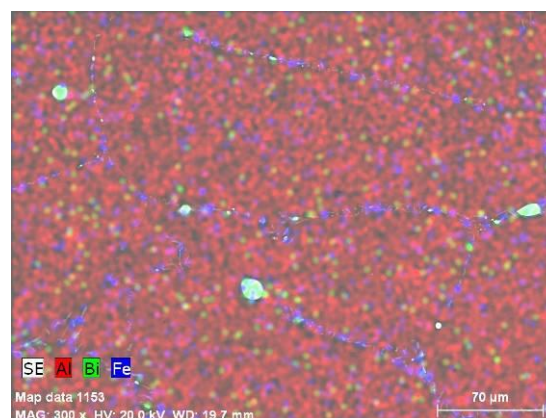
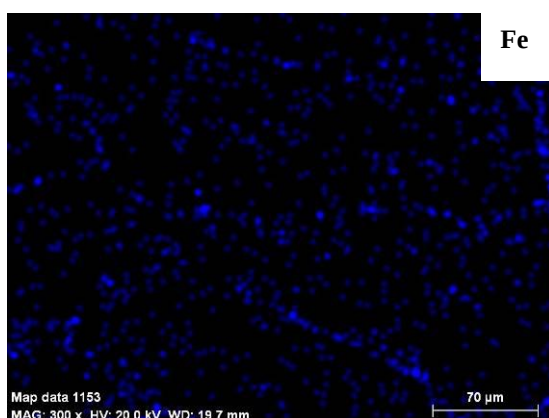
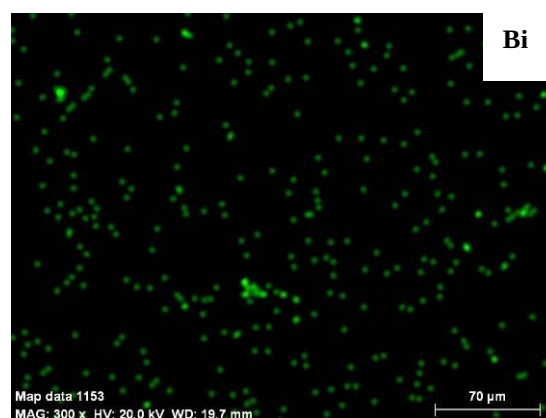
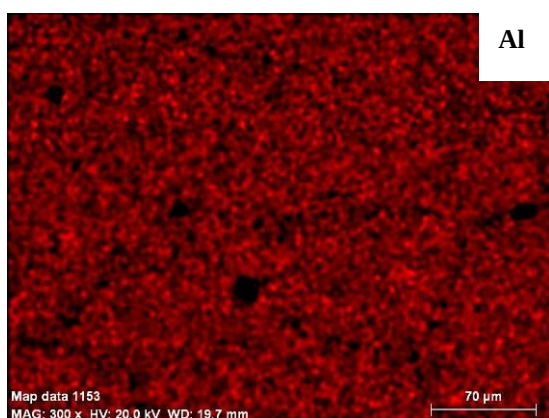
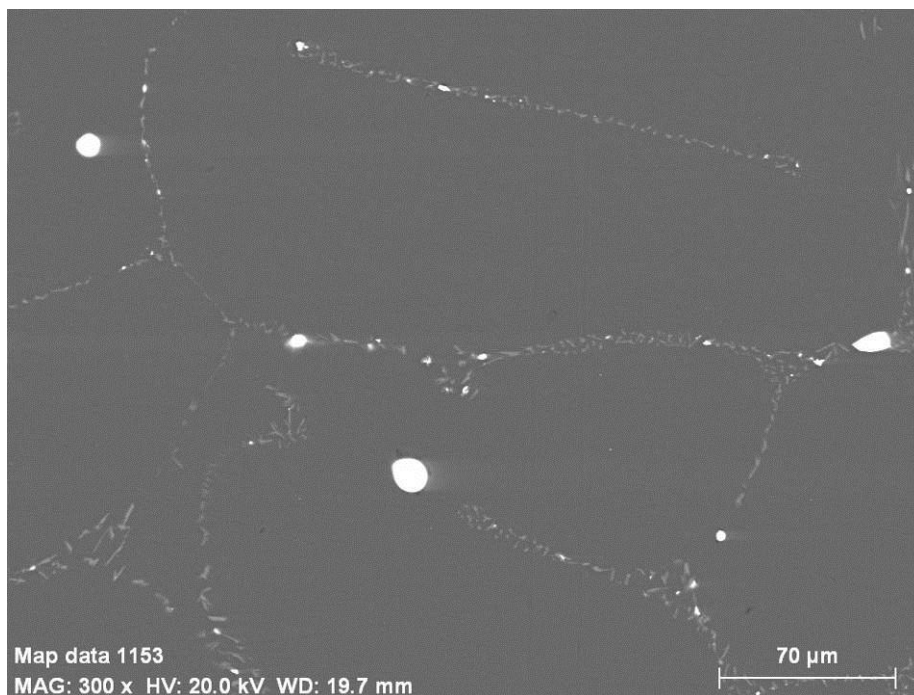
86. ábra Dendritmintázatok Bizmutban az ISE_2 minta alján



87. ábra A minta ülepedési határán kis scanninggel (Hitachi TM-1000) készült felvétel (fehér Bi fázis, sötét Al fázis, benne Fe tartalmú hálózat)



88. ábra Jellemző kép az ISE_2 minta Al fázisában, a minta oldalára felfutó Bi itt is jelen van



89. ábra Egy általános SEM felvétel a mintában, és azonos helyről készült elemtérkép elem szerinti, ill. közösen ábrázol képei

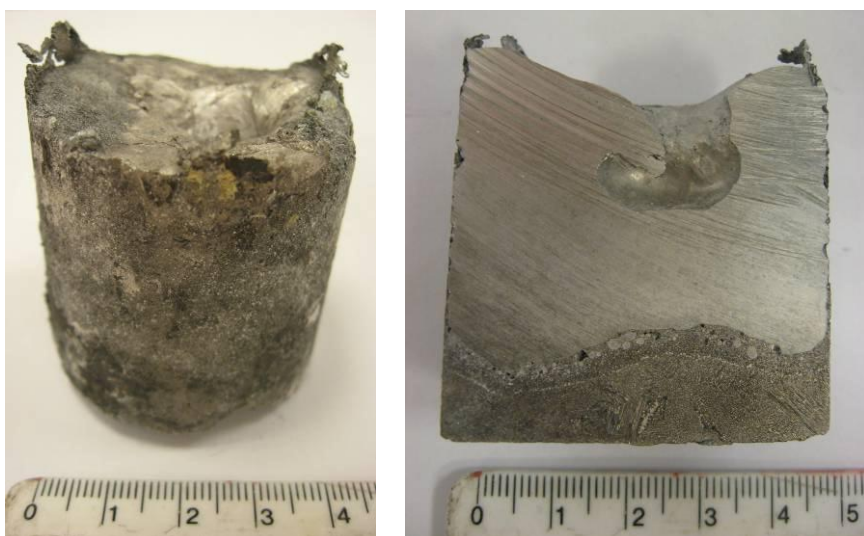
5.2.3. Al-Sr rendszer

ISE_3 kísérlet

Al-Sr rendszerben már számos kísérlet történt, amikben jó eredmények is születtek. Korábban Cd-mal emulzifikáltunk, most Bi-ra cseréltük a nagyobb fajsúlyú fázist. A használt ötvözet Ti és B mentes, így újra megfigyelhetjük, történik-e stabilizálás Ti és B tartalom nélkül.

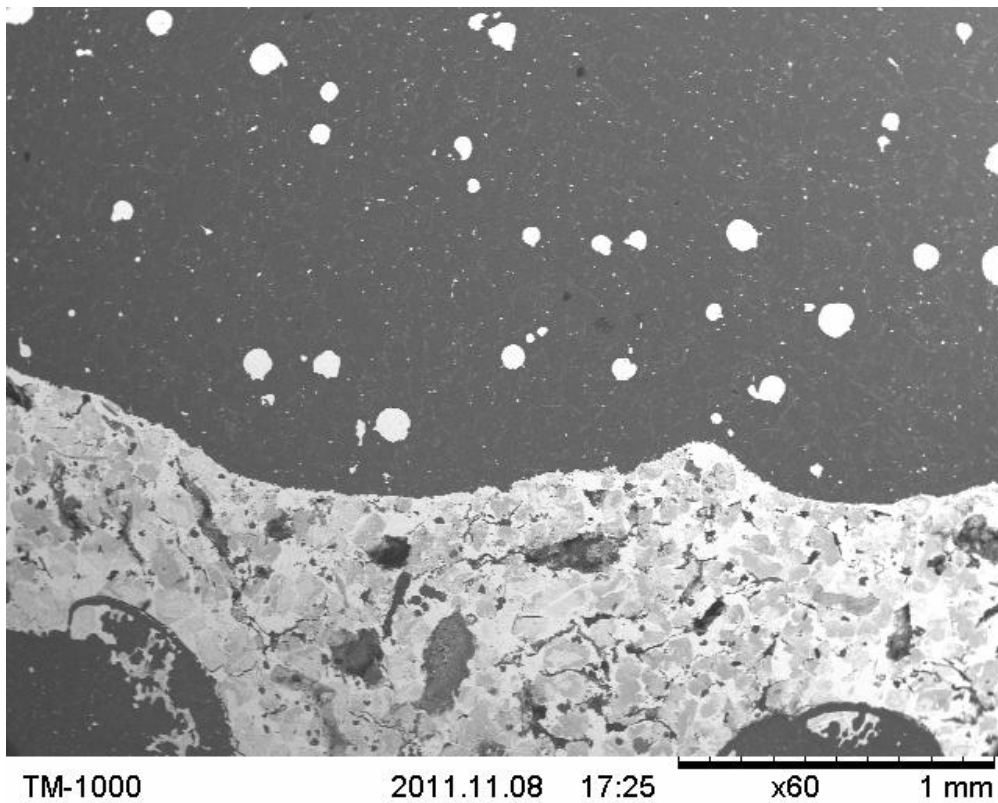
15. táblázat Al-12Sr+Bi emulziókészítési körülményei

Felhasznált anyag		Keverés			Hőmérséklet, °C
név	tömeg, g	száma	kev.seb,1/min	kev. idő, s	
Al-12Sr	137,748	1.	4000-10600, kemencében	25	↓839 - dermedésig
Bi	148,37				
Σ bemért anyag	286,118	2.	9400-10600(30s), ill.10000(20s) levegőn, hűlés közben	50	
Σ kész anyag	256,63				

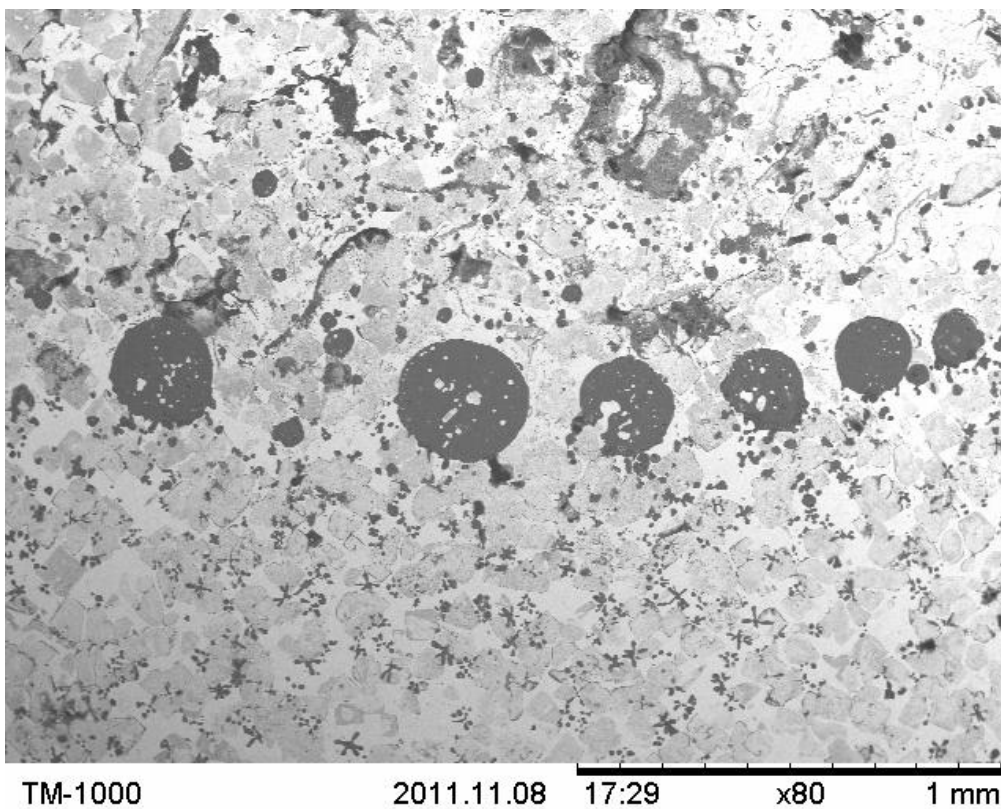


90. ábra ISE_3 minta tömbi és kettészelt képe

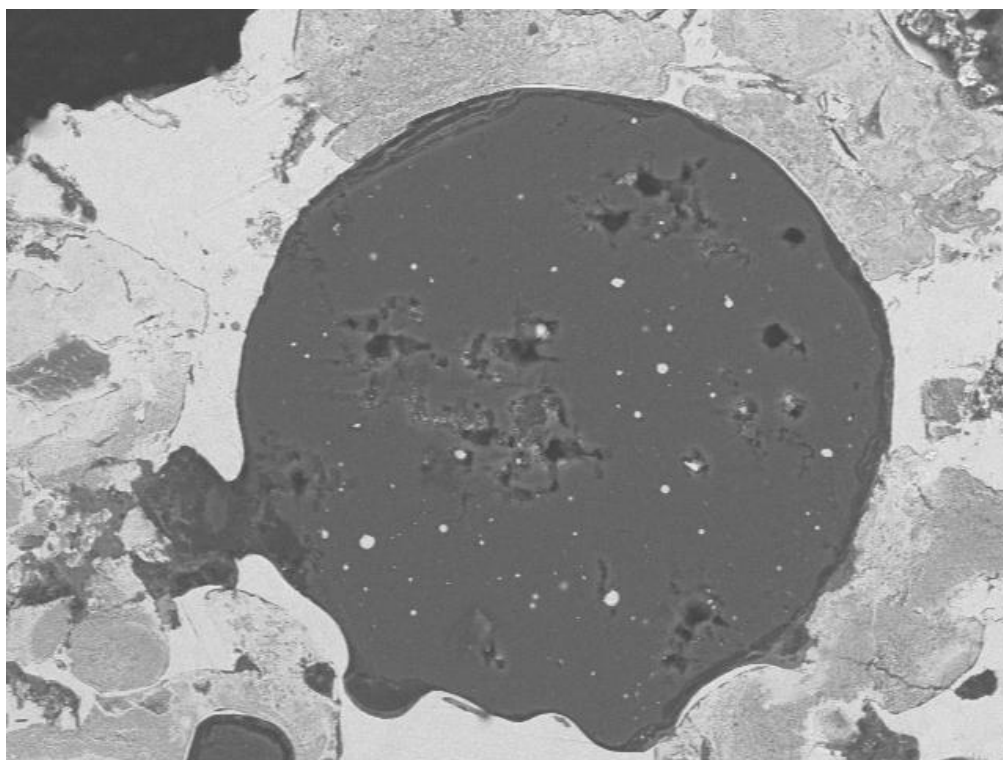
A minta mindkét alapfázisában találhatunk cseppeket. A Bi-ban gazdag területen a tiszta Bi mellett nagymennyiségű vegyületfázis megjelenését mutatják a 91-94. ábrák. Az EDX elemzés szerint ez a fázis valamilyen Bi-Sr vegyületfázis.



91. ábra Bi és Al-Sr fázishatáron készült scanning felvétel ülepedő Bi cseppekkel (világos Bi-ban gazdag fázis, sötét Al-ban gazdag fázis)



92. ábra Az ülepedett Bi rétegben felsorakozó Al cseppek az ISE_3 mintában



TM-1000

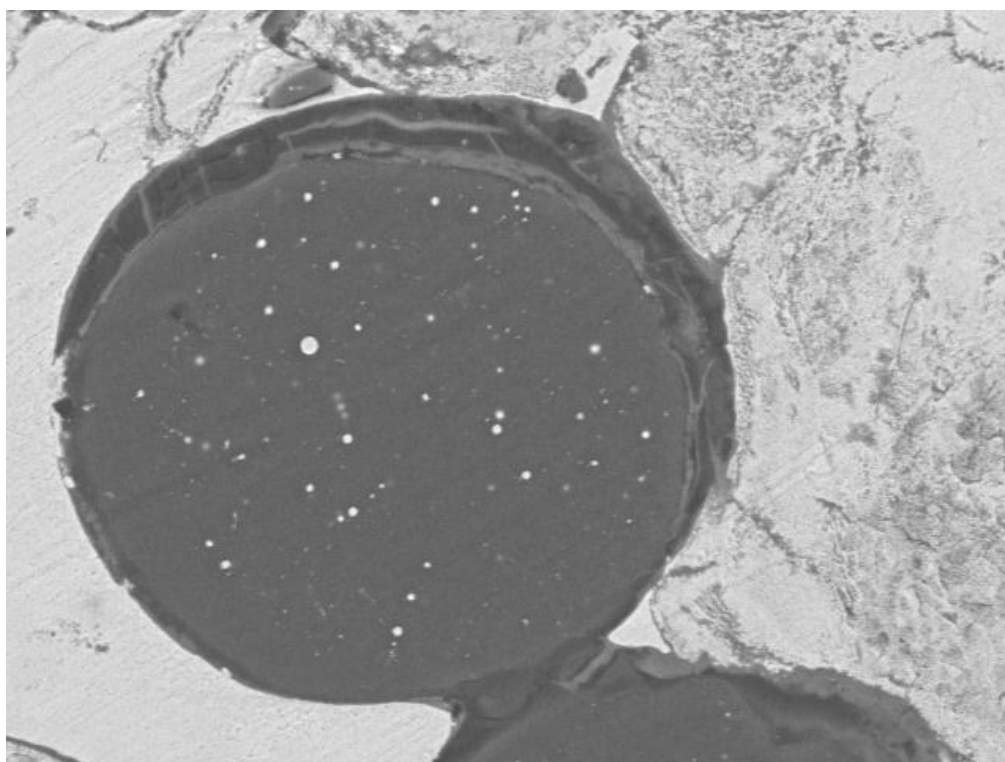
2011.11.08

17:38

x1,0k

100 um

93. ábra *Bi rétegben ülő Al cseppeken belül minden esetben találtunk Bi megjelenést is*



TM-1000

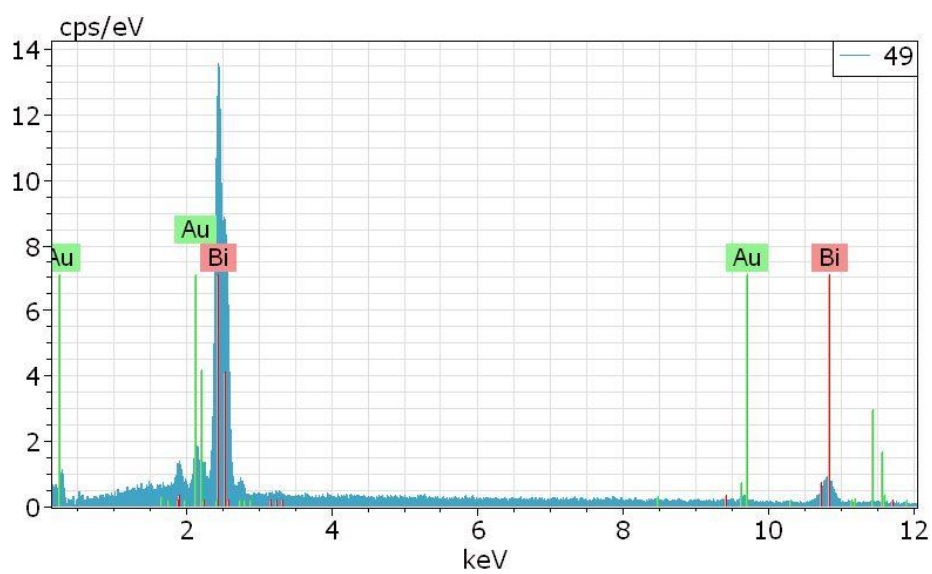
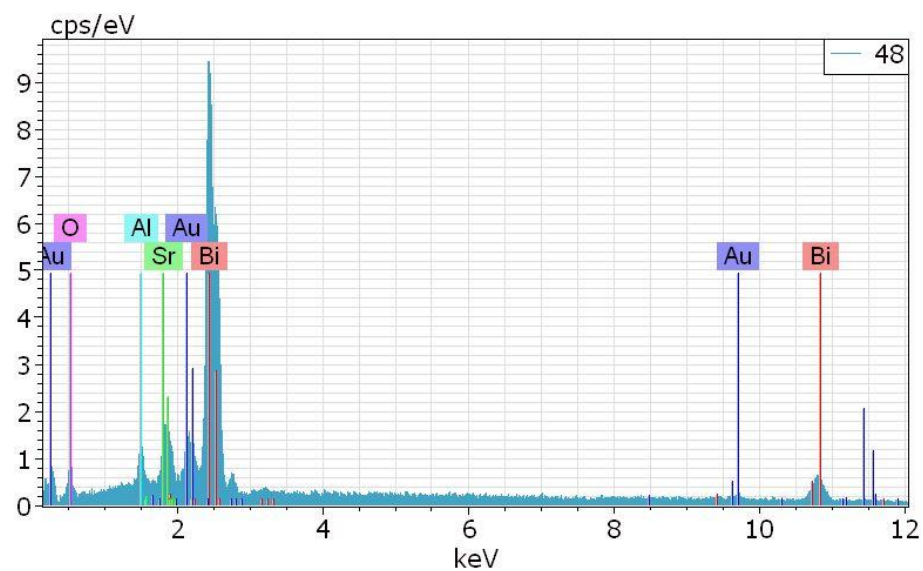
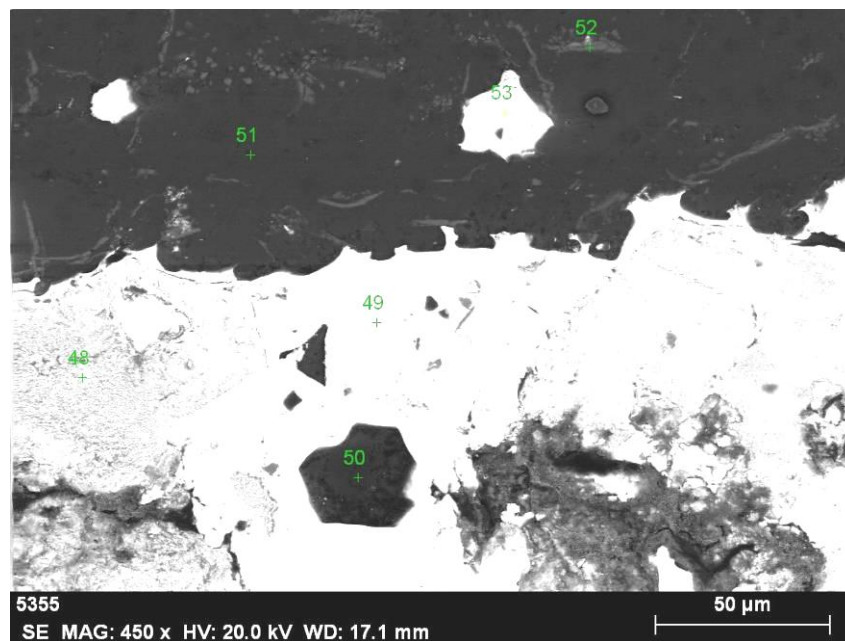
2011.11.08

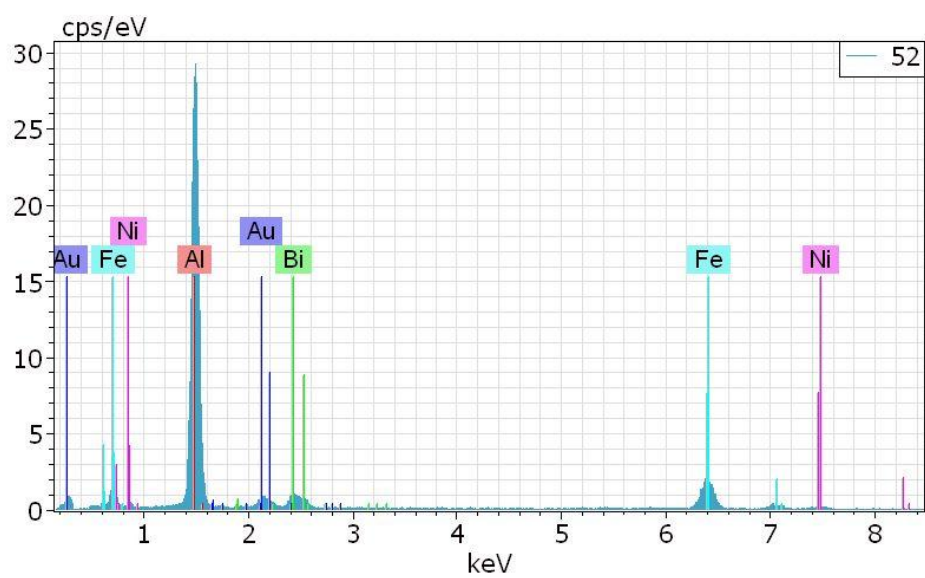
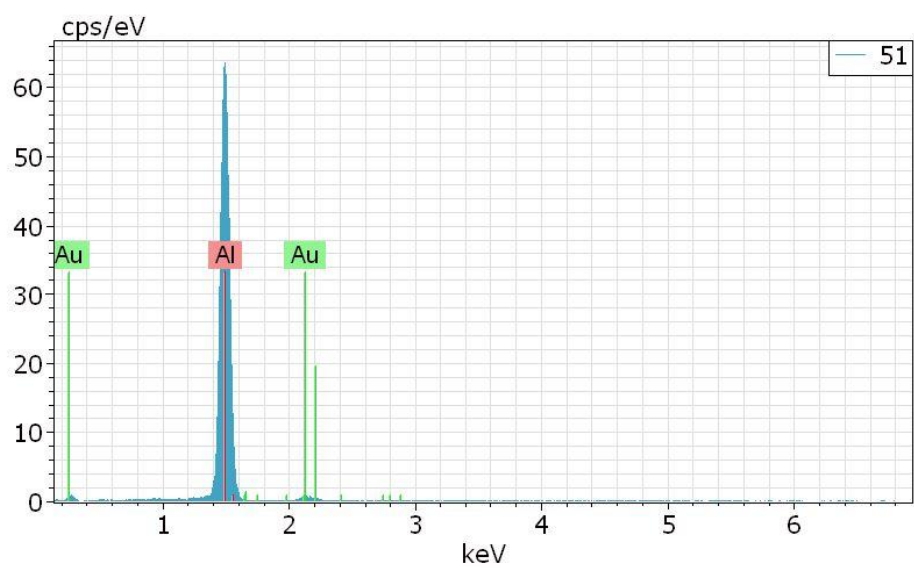
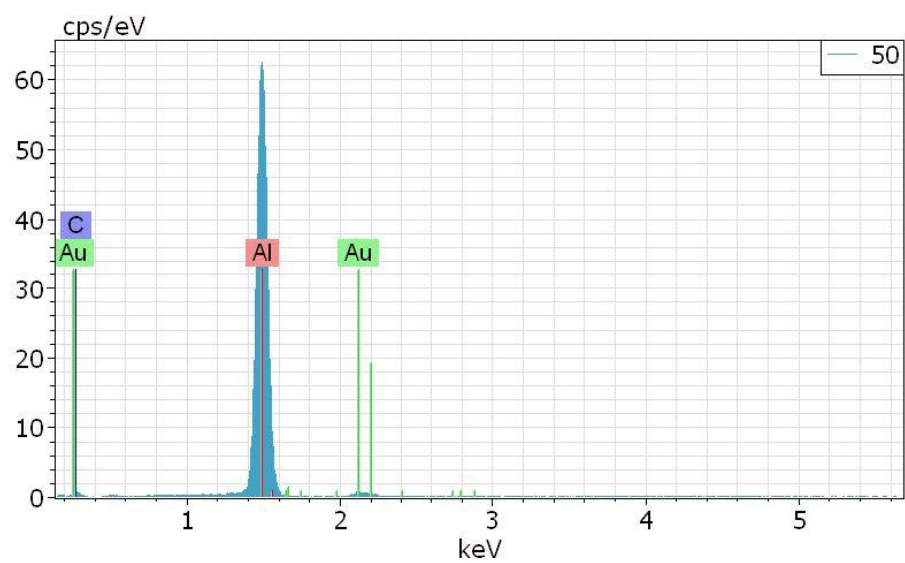
17:39

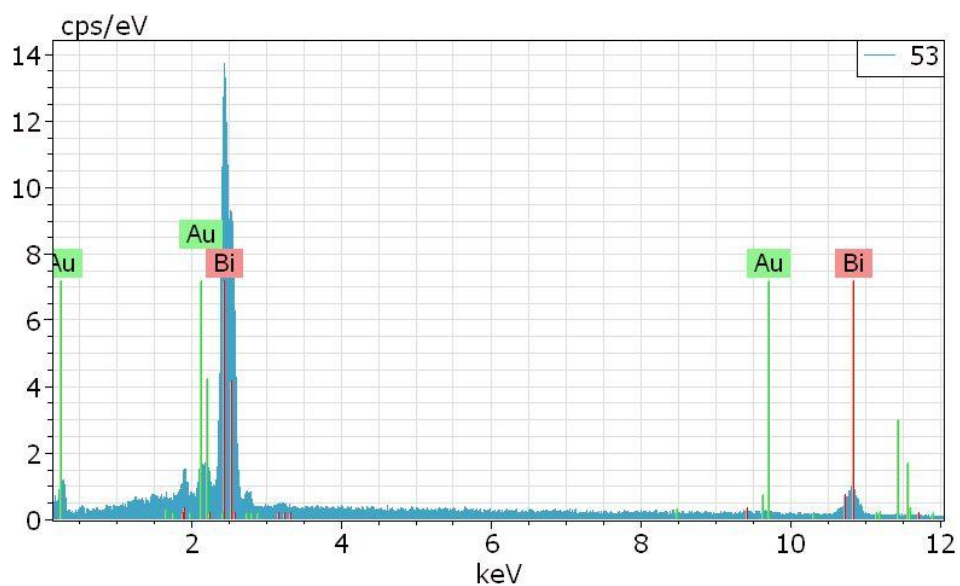
x3,0k

30 um

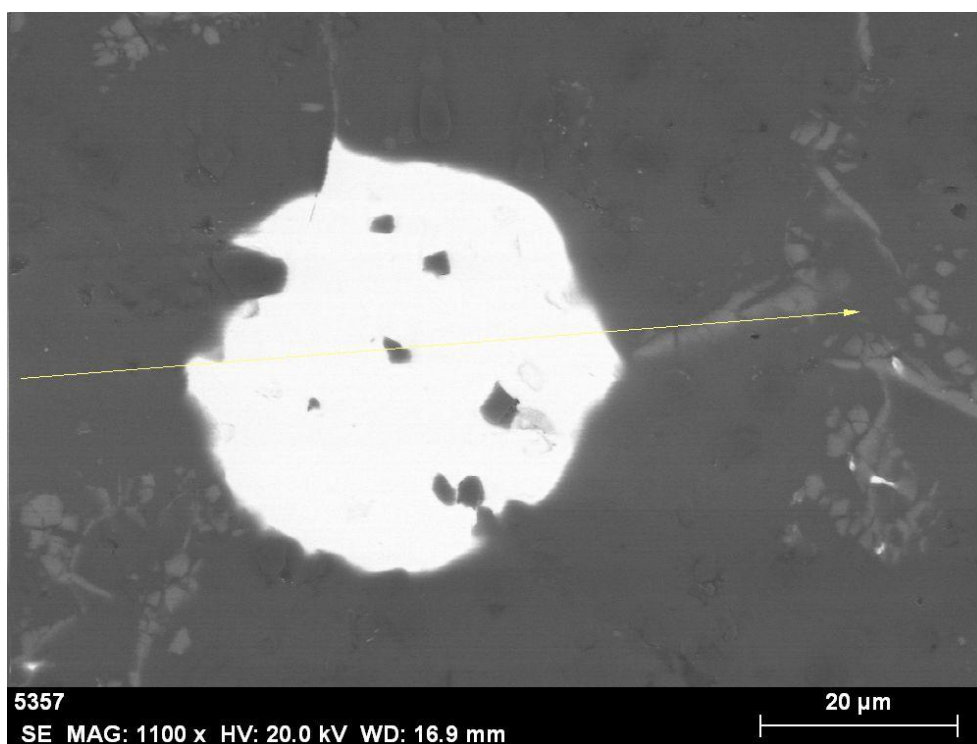
94. ábra *Két Al csepp találkozását megörökítő felvétel
(A cseppek körül ismeretlen összetételű fázis rétege látszik)*







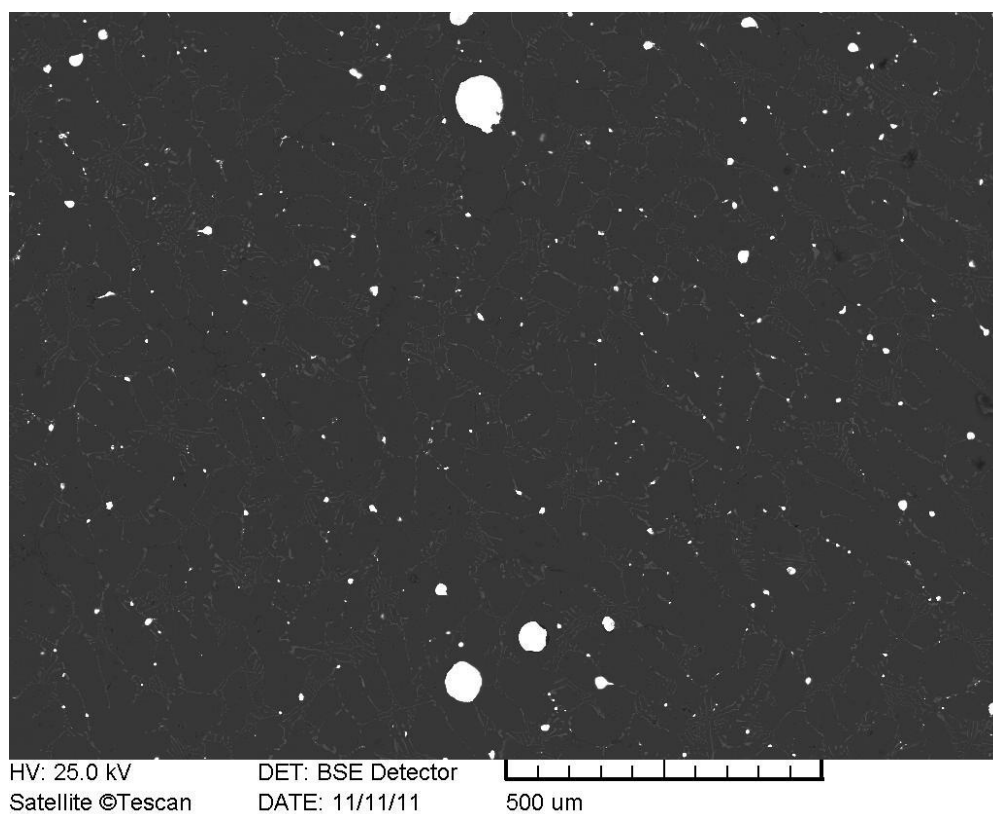
95. ábra Az ISE_3 minta SEM felvétele és a minta különböző pontjaihoz tartozó spektrumanalízis



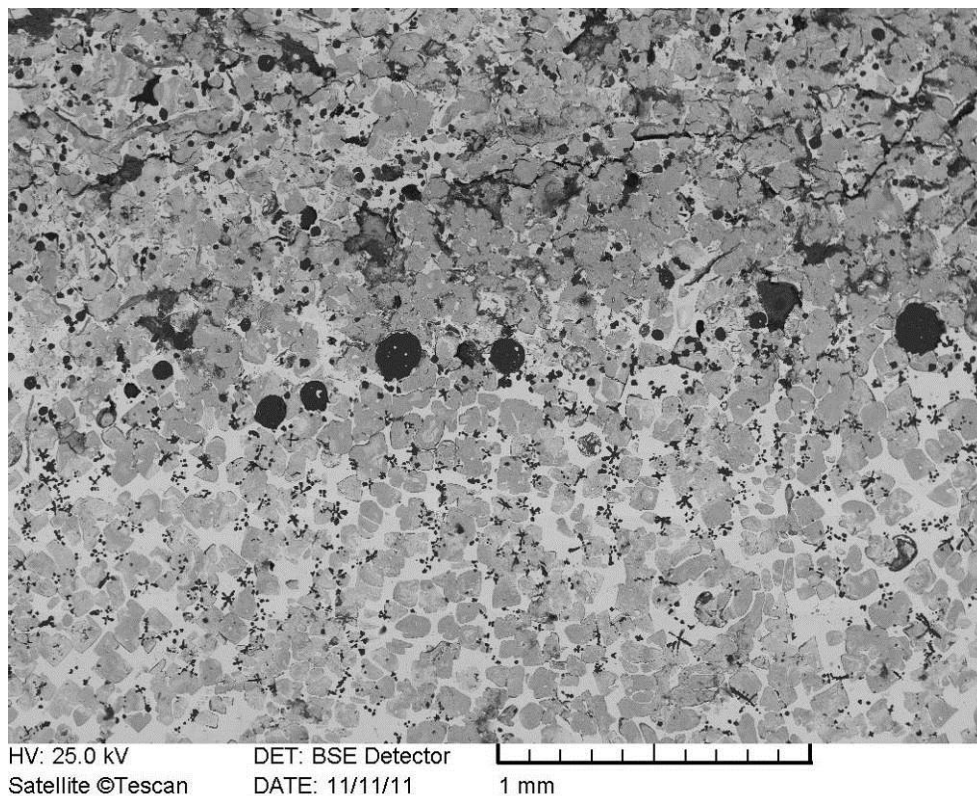
96. ábra Al-12Sr/Bi rendszerben vizsgált Bi cseppen keresztül húzott EDX analízisvonal



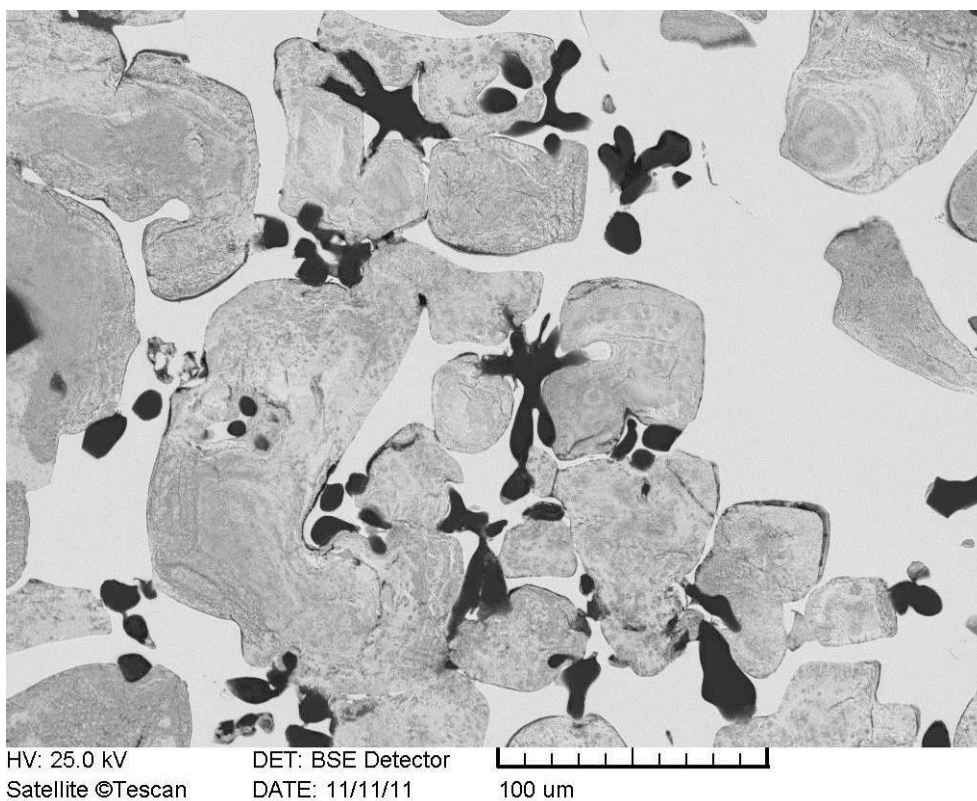
97. ábra Az előző 96. ábrához tartozó vonal spektruma



98. ábra Jellemző SEM felvétel az Al-12Sr/Bi rendszerben, (befagyott Bi cseppek Al -dús fázisban)



99. ábra Sűrűn megjelenő Bi-Sr vegyület az ISE_3 minta alján kiülepedett Bi rétegben(fehér Bi-dús fázis, szürke vegyületfázis)



100. ábra A Bi-Sr vegyület szívesen válik ki a Bi-rétegbe ragadt Al-fázis környezetében

5.2.4. Összegzés egyéb Al-alapú rendszerekben történő in-situ emulzifikáláshoz

A három kipróbált rendszer közül legsikeresebbnek bizonyult a Si-mal való in-situ stabilizáló fázis kialakítása. A kezdeti 28 m/m%-os Si tartalom, ami 18,5 v/v% hűléskor kiváló Si-t jelentett, szükségtelenül sok volt a stabilizáláshoz. A rengeteg kiváló primer Si és mellette megjelenő eutektikum még akadályozhatja is a Bi csepp stabilizálását, ezért megkíséreltük a Si tömeghányad csökkentését 20m/m%-ra. A hűlési idő hosszával a kiváló Si kristályunk is túlzottan durvult, ami a stabilizáláskor célzott cseppméret csökkentésének is gátlója. Így a második Si-os kísérlet közben szemcsefinomítási kísérletet is végrehajtottunk. A durva, kemény Si kristályok minden kísérlet során, még alacsony keverési fordulatszám mellett is visszafordíthatatlanul megrongálták a keverőfejet, teljesen elkopott, így tulajdonképpen a keverőfej mindkét eleme (propeller és külső állórész) cserére szorult.

A Fe-rendszerben való stabilizálás olcsónak ígérkezne, de 7m/m% Fe tartalom mellett a cseppeket nem sikerült stabilizálni, emulzió nem keletkezett.

A legtöbbet a Sr-rendszerben vártuk, mivel korábban ilyen összetételnél, nem Bi, hanem Cd-mal való emulzifikáláskor sikeres kísérleteket láttunk. A 12m/m%-os Sr nagy részét azonban a Bi elvitte, vegyüetfázist képzett vele, így kisebb arányban vált ki a stabilizálásra szánt Al_4Sr intermetallid, ezzel a diszpergált Bi cseppek a vártnál jobban kiülepedtek.

A tiszta Bi alkalmazásakor viszont felfigyeltünk a jó nedvesítő képességére. Ezt a tulajdonságát mindhárom rendszer esetén tapasztaltuk. A keverési fázisban legtöbb esetben apró gömböcskék formájában ugráltak ki a tégelyből, nehezítve a kézzel végrehajtott emulgeálást. A Bi, a minták belsejében megjelenő üregek belső falán folytonos réteget alakított ki.

6. Értékelés

Az idei TDK dolgozat megírására rendelkezésre álló szűk időintervallumban, két részletben próbálkoztam meg a fémemulziók ismeretanyagának bővítésével. Egy általam jelzett tavalyi feltevés várt bizonyításra a Ti és B stabilizációban nyújtott szerepének tisztázásában. Csak ezek után vizsgálhattam meg egyéb olyan rendszereket is, amikben egy lehetséges ipari felhasználás esetén, a gazdaságossági követelményeknek való megfelelés is biztosított. A kísérlet-sorozat végeztével a következő megállapításokat teszem:

- a) annak tisztázására, hogy az Al-Sr-Cd rendszerekben jelenlévő Ti és B ötvöző-tartalom milyen szerepet vállal a fémemulziók stabilizációja során, a kísérletsorozat végén sem kaptam egyértelmű választ
- b) megállapítottam, hogy stabil emulzió az előbb említett rendszer-típusban Ti és B együttes jelenléte mellett illetve Ti és B együttes jelenléte nélkül is előállítható, ezek külön-külön vállalt szerepe egyelőre nem tisztázott
- c) sikeresen, 'in-situ' módszerrel stabilizáltam az olvadékcseppet az Al-28Si/Bi rendszerben, ahol a hűléskor kiváló primer Si térfogathányadának csökkentése és szemcsefinomítása mellett a rendszer fémemulzió-előállításra tovább vizsgálható
- d) Al-7Fe/Bi rendszerben nem sikerült fémemulziót létrehozni
- e) Al-12Sr/Bi rendszerben a hűlésnél megjelenő Bi-Sr vegyületfázis túlzott mértékben megjelenik, a Sr lefoglalásával elvonja a stabilizáló Al_4Sr intermetallid nagy részét
- f) a vizsgált rendszerek mintáiban előforduló üregek belső falát a Bi vonja be
- g) a keverő beoldódásával az Al-Si/Bi rendszerbe jutott Fe (ill. Cr) tartalom által kialakult többalkotós vegyületfázis alkalmasnak tűnik emulzió stabilizálásra.

Köszönetnyilvánítás

Köszönetet mondok témavezetőimnek, Dr. Kaptay Györgynek és Szabó Józsefnek, akik vezényletével, támogatásával és közbenjárásával elkészült ez a dolgozat.

Külön köszönet a mintavizsgálatokban nyújtott segítségért Dr. Anna Sytcheva-nak, a Miskolci Egyetem Fémtani Tanszékéről és Menyhárt Adriennek a BZAKK Nanometrológia Csoporttól.

Hálás vagyok a minta előkészítésében nyújtott segítségéért Molnár Jánosné Katalinnak, a Nanoanyagok csoportból.

Köszönetet mondok mindenkinek, aki tudtával vagy tudta nélkül hozzátett valamit a dolgozat megszületéséhez.

Hálával tartozom tág családom minden egyes tagjának, mert vannak és velem vannak.

Köszönöm!

A TDK dolgozat a TAMOP-4.2.1.B-10/2/KONV-2010-0001 projekt támogatásával készült, amit külön köszönünk.

Irodalom

- [1] Paul Becher: Emulziók, Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1965.
- [2] Budai István, Szemcsékkel stabilizált fémemulziók és monotektikus ötvözetek fejlesztése, Ph.D. értekezés, Kerpely Antal Anyagtudományok és Technológiák Doktori Iskola, Miskolc, 2009.
- [3] I. Budai, G. Kaptay, A new class of engineering materials: particles stabilized metallic emulsions and monotectic alloys, Metall.Mater Trans A. 40A (2009) 1524-1528.
- [4] I. Budai, G. Kaptay, Wettability of SiC and alumina particles by liquid Bi under liquid Al, J. Mater. Sci. 45 (2010) 2090-2098.
- [5] I. Budai, G. Kaptay, Monotectic Al /Cd alloys with homogenously dispersed Cd-droplets stabilized by strontium aluminide precipitates, Intermetallics, 2011. vol.19., pp. 423-425.
- [6] PA1. Kaptay Gy., Budai I.: Eljárás monotektikus ötvözet létrehozására – Magyar Szabadalom, benyújtva 2008. augusztus 30. (Danubia), tulajdonos: BAY-NANO, ügyszám: P0800532, PTC/HU09/00080

PA1-2: A szabadalmi benyújtás PCT-re kiterjesztve 2009. augusztus 28-án. (WO/2010/023494) METHOD TO PRODUCE MONOTECTIC DISPERSED METALLIC ALLOYS (August 27, 2008).
<http://www.wipo.int/pctdb/en/wo.jsp?WO=2010023494>

PA1-3: United States Patent US 2011/0185855 A1, aug. 4, 2011: Method to produce monotectic dispersed metallic alloys (György Kaptay, István Budai)
- [7] Bakos Ferenc: Idegen szavak és kifejezések szótára, Akadémiai Kiadó, Kossuth Könyvkiadó, 1984
- [8] Zöldy Máté: Megújuló hajtóanyag–gázolaj keverékek motorikus alkalmazásának műszaki, gazdasági és környezetvédelmi vizsgálata; Doktori értekezés, Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Budapest 2007
- [9] M. Svéda, A. Roósz, G. Búza: Formation of lead bearing surface layers on aluminium alloys by laser alloying; Mater. Sci. Forum. 508 (2006) 99-104.
- [10] Nagy Orsolya: Szemcsékkel stabilizált fémemulziók fejlesztése, TDK dolgozat, Műszaki Anyagtudományi Kar, Miskolci Egyetem 2010

- [11] Pickering, S.U., "Emulsions", J.Chem.Soc. 91, 2001-2021 (1907)
- [12] I. Budai, O. Z. Nagy, G. Kaptay, Inversion of a liquid Bi/Al metallic emulsion stabilized by solid SiC particles, Colloids and Surfaces A, 2011, vol. 377., pp. 325-329.
- [13] Szabó József: Emulzió és fémhab alapanyag célú in-situ kompozitok fejlesztésének elméleti tervezése és előkísérletek, Kutatószemináriumi dolgozat, Kerpely Antal Anyagtudományok és technológiák Doktori Iskola, Miskolc 2011
- [14] ASM. T.B.Massalski (ed): Binary Alloy Phase Diagrams, second ed., 3 volumes, ASM International, 1990.
- [15] G.Kaptay: On the equation of the maximum capillary pressure induced by solid particles to stabilize emulsions and foams and on the emulsion stability diagram – Colloids and Surfaces A, Physicochem. Eng. Aspects, 2006, vol.282-283, pp.387-401.
- [16] Öntvények gyártástechnológiája, Műszaki Könyvkiadó, Budapest 1986