

Debreceni Egyetem
Természettudományi és Technológiai Kar
Szilárdtest Fizika Tanszék

**Zajjelenségek vizsgálata alakmemória
anyagokban**

Piros Eszter
Anyagtudomány MSc

Témavezetők: Dr. Beke Dezső
Dr. Daróczy Lajos

Debrecen, 2014.

Tartalomjegyzék

1. Bevezetés	2
2. Elméleti áttekintés	4
2.1. Az alakmemória jelenség.	4
2.2. . Deformációs mechanizmusok alakmemória ötvözetekben	6
2.3. Zajjelenségek vizsgálata	9
3. Mérési eredmények	10
3.1.Mérőberendezés	10
3.2.1. Mérési eredmények - a mágneses tér és a szuperplasztikus deformáció mérése	12
3.2.2. Mérési eredmények - zajmérések	14
4. Összefoglalás	24
5. Irodalomjegyzék	27
6. Köszönetnyilvánítás	28
1. Függelék.....	29

1. Bevezetés

Napjaink tudományos és technikai világa egyre nagyobb figyelemmel kíséri az intelligens anyagokat, köztük az alakmemória effektust mutatókat is. Alakemlékezésről akkor beszélünk, ha a vizsgált anyag valamilyen külső környezeti paraméter változására (közvetlen erő kifejtése nélkül) jelentős alakváltozással reagál. A változó környezeti paraméter lehet hőmérséklet, pára- vagy víztartalom, fényerősség, mágneses-, ill. elektromos térerősség vagy akár kémiai jellemző (pl. pH) is.

Az alakmemória jelenség az 1930-as évek óta ismert. Arne Ölander 1932-ben fedezte fel az Au-Cd ötvözet pszeudoelasztikus viselkedését. 1938-ban Greninger és Mooradian Cu-Zn ötvözetben figyelte meg a martenzites fázis hőmérséklet csökkenés és növekedés hatására történő megjelenését és eltűnését.

Az utóbbi évtizedekben számos anyagnál fedeztek fel alakmemória effektust. Különböző ötvözeteknél, főként réz-, vas- és nikkel alapú anyagoknál; de a jelenség megfigyelhető polimereknél, kompozitoknál, sőt, még olyan természetes anyagok esetében is, mint a fa.

Az alakemlékező fémek alkalmazása igen sokrétű. Az orvostudományban fogszabályozók készítésére használják a szuperelasztikus viselkedés kihasználásával, továbbá sebészeti kapcsolók, csontszegek is készülnek alakmemória anyagokból. A műholdak napelemeinek és parabolaantennáinak váza is alakemlékező ötvözetekből készül.

Az alakemlékező anyagok egyre szélesebb körű felhasználása szükségessé teszi a jelenség működési mechanizmusának, karakterének minél mélyebb megismerését. Erre hívjuk eszközül a zajok vizsgálatát. A zajjelenségek közül kiemelném a ferroelasztikus anyagoknál fellépő akusztikus emissziót és a ferromágneses anyagok átmágnesezésénél jelentkező Barkhausen zajt, továbbá a mágneses doménszerkezet nem mágneses tér által kiváltott átrendezésével járó, nem Barkhausen jellegű mágneses zajt.

Itt szeretném megemlíteni azon alakmemória ötvözeteket, melyekben az alakemlékezést biztosító martenzites átalakulás mágneses térrel is kiváltható. Sajnos a kapcsolási mágneses tér ezekben elég nagy: közel 1T, így kétutas, azaz alakját a tér változtatására oda-vissza

változtató, funkciót nehézkes megvalósítani. Martenzites állapotban viszont a martenzit variánsok átrendezéséhez (lásd lentebb is) ennél nagyságrenddel kisebb tér is elegendő. A Ni_2MnGa ferromágneses alakmemória ötvözetekben igen nagy hosszváltozás érhető el ily módon külső mágneses tér segítségével [1]. Ez a szuperplasztikus deformáció-akár a 12%-ot is elérheti [4]. Ezek fő alkalmazási területe a robotika, gépipar, aktuátorok gyártása, alakváltoztatás [1, 2, 3]. Épp ezért az ilyen típusú deformáció működési mechanizmusának megértése nagyon fontos a gyakorlati alkalmazások szempontjából. Például a martenzites ikervariánsok külső mágneses tér által indukált reorientációja a térváltozásra adott gyors választ és nagymértékű alakváltozást eredményezhet. A nagy deformáció a martenzites mikrostruktúra megváltozásából ered: az ún. domén kapcsolás a különböző orientációjú martenzitvariánsok közötti ikerhatárok mozgásával valósul meg [5].

Eddig a domén kapcsolás során keltett zajok statisztikai analíziséről a szakirodalomban publikáció nem jelent meg. Az ikresedési folyamat során keletkező akusztikus emissziós zajtevékenység [6, 7] mellett várható, hogy a magnetoelasztikus csatolás miatt az ikresedés szakaszos mágneses doménfal mozgással, azaz mágneses zajtevékenységgel is jár. A DE Szilárdtest Fizika Tanszéken megmutatták, hogy ciklikus deformáció során kiváltott ikerhatár mozgás valóban mágneses zajt kelt [5]. Hasonlóan várható, hogy a mágneses térrel indukált ikerhatár mozgás is mágneses zajokat eredményez. Ennek vizsgálata volt a célom.

Munkám során Ni_2MnGa ($\text{Ni}_{50}\text{Mn}_{28.5}\text{Ga}_{21.5}$) ötvözetben vizsgáltam a mágneses térerősség változás hatására bekövetkező martenzitvariánsok átrendeződése során fellépő alakváltozást és a vele járó mágneses és akusztikus emissziós zajjelenségeket, azok egymáshoz fűződő kapcsolatát. Az analízis hozzásegíthet a ferromágneses alakmemória anyagokban martenzites állapotban bekövetkező alakváltozás (szuperplasztikus viselkedés) mechanizmusának mélyebb megértéséhez.

2. Elméleti áttekintés

2.1. Az alakmemória jelenség

Ha egy adott külső hatásra az anyag alakváltozással válaszol, és közvetlen erő kifejtés nem történik, akkor az anyagot alakemlékező tulajdonságúnak tekintjük. Ez a hatás lehet mágnesesség, elektromosság, hő, fény, nedvesség, páratartalom, vagy kémiai jellemző (pl. pH). Az eddig ismert, alakmemóriával rendelkező, jelentősebb anyagok a különböző fémötvözetek, kerámiák, polimerek.

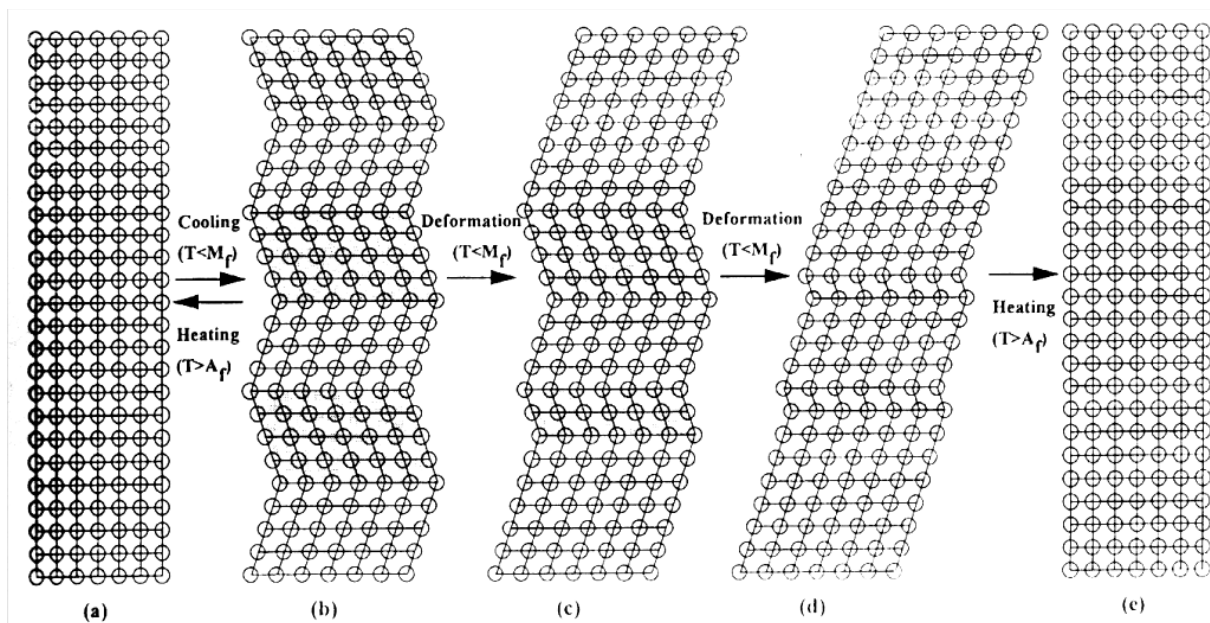
A jelenség alapja az ún. martenzites átalakulás, amelyet eredetileg 1,7% alatti széntartalmú acélokban mutattak ki. A jelenség nevét Adolf Martensről (1850-1914) kapta. A magas hőmérsékleten stabil, magas szimmetriájú lapcentrált köbös (fcc) szerkezetű ausztenit fázisú acél gyors hűtéssel alacsonyabb szimmetriájú, tércentrált tetragonális (bct) szerkezetű martenzit fázisúvá alakulhat. Ez az átalakulás a kristályszerkezetben bekövetkezett átalakulás miatt makroszkopikusan a lineáris méretekből bekövetkező hosszváltozással jár. Az ausztenit-martenzit átalakulás egy, az anyagi jellemzőktől (pl. összetételtől) erősen függő átalakulási hőmérsékleten megy végbe. Az átalakulás elsőrendű és diffúziómentes; rövidtávú, koordinált atommozgási folyamatokkal megy végbe. A kémiai összetétel még lokálisan sem változik meg. Martenzites átalakulásnak nevezünk minden hasonló jellegű fázistranszformációt, még abban az esetben is, ha az nem vasötvözetekben megy végbe.

Maga az átalakulási mechanizmus az ausztenit és martenzit fázist elválasztó, közös kristálytani sík, az ún. habitussík mozgásaként is felfogható. A habitussík ezen mozgása szakaszosan vagy lavinák sorozataiban valósul meg, sebessége a hangsebesség nagyságrendjébe esik. A mozgás szaggatottságát a habitussík rendezetlenségeken való megakadása, valamint a termoelasztikus hatások (a martenzit magok növekedése közben ezek rugalmas tereinek átlapolása) okozhatják. A szakaszos mozgásból adódóan az átalakulás közben különböző típusú (termikus, akusztikus és mágneses) zajok detektálása válik lehetségessé [5, 8, 9].

Az ausztenit (a) hűtés során martenzitté (b) alakul úgy, hogy a különböző martenzitvariánsok által létrehozott eredő alakváltozás közel 0 (1. ábra). Ebben az állapotban deformálva az

anyagot (c és d) azoknak a variánsoknak a térfogathányada nő meg a többiek rovására, amelyek orientációja a deformáció szempontjából a legkedvezőbb.

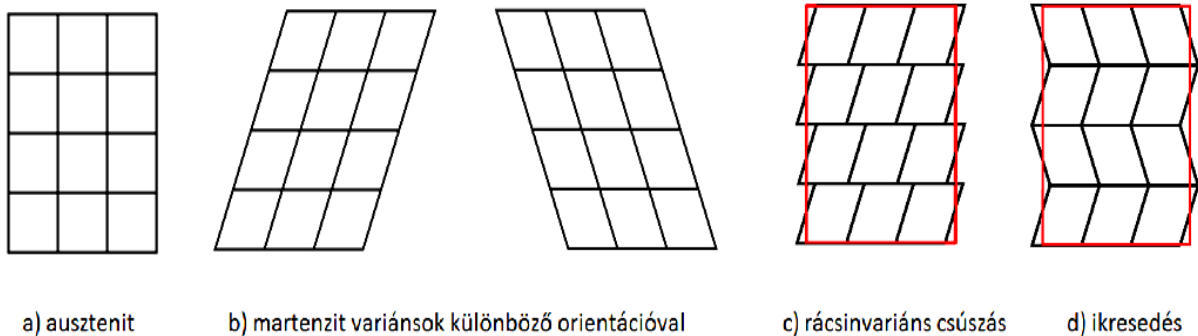
Az erőhatás megszűntével az így kialakult alakváltozás megmarad. Felmelegítve az anyagot visszaalakul az ausztenit fázis (e). Mivel neki csak egy 'variánsa' van, az anyag visszanyeri eredeti alakját. Ezt egyutas alakmemória effektusnak nevezzük. Többször megismételve a fenti ciklust egy idő után hűtéskor közvetlenül a korábbi deformációknak megfelelő martenzitvariánsok alakulnak ki és az anyag a hőmérséklettel változtatja alakját. Ez az ún. kétutas alakmemória effektus.



1. ábra: egyutas alakmemória effektus

2.2. Deformációs mechanizmusok alakmemória ötvözetekben

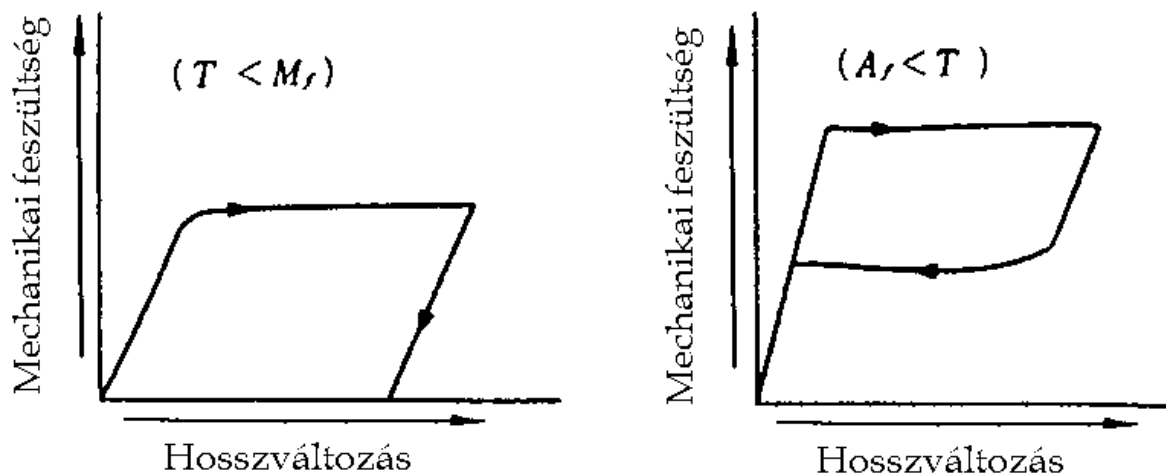
Míg az ausztenit fázis magas kristálytani szimmetriájából fakadóan csupán egy fajta variánsban lehet jelen, addig a martenzit fázisnak többféle variációja is megvalósulhat (2. ábra). Az azonos szerkezetű, de eltérő orientációjú martenzit kristályokat martenzitvariánsoknak nevezzük. A martenzitképződés során kialakuló nagy belső feszültségeket az anyag rácsinvariáns csúszással (c) (rétegződési hibák alakulnak ki) vagy ikerkristályok (d) képződésével csökkentheti.



2. ábra: martenzitképződés, martenzitvariánsok

Martenzites állapotban deformálva az anyagot azon variánsok térfogathányada nő meg, amelyek a deformáció szempontjából kedvező orientációjúak. A martenzit fázisú anyagoknál már kis mechanikai feszültség is igen nagymértékű maradó alakváltozást eredményezhet, ezt szuperplasztikus viselkedésnek nevezzük (3. ábra). Fémeknél a maximális maradó deformáció 10% körüli.

Ausztenites állapotban az anyag mechanikai deformációval is átalakulásra készíthető. Relatív kis feszültségekkel is nagy (6-10%) deformáció érhető el a martenzitvariánsok kialakulása és orientálódása miatt. A külső erőhatás (feszültség) megszűntével a kristályszerkezet visszaalakul, és az anyag visszanyeri eredeti alakját (3. ábra). Ez az ún. szuperelasztikus viselkedés.



3. ábra: superplasztikus és superelasztikus viselkedés; T : hőmérséklet, A_f és M_f : ausztenit- ill. martenzit fázis növekedésének vég hőmérséklete

Az alakmemória anyagok között különleges szerepet töltenek be a ferromágneses ötvözetek. Az általunk vizsgált Ni_2MnGa ebbe a csoportba tartozik.

A Ni_2MnGa ferromágneses alakmemória ötvözetekben igen nagy hosszváltozás érhető el külső mágneses tér segítségével [1]. Ez a superplasztikus deformáció, amelyet gyakran mágneses alakmemóriának is neveznek, akár a 12%-ot is elérheti [4, 10].

Külső mágneses tér hatására a martenzit fázisban az ikerhatárok reorientálódnak. A mágneses tér által indukált újrendeződés gyors és nagy deformációval jár. A nagymértékű megnyúlás a martenzites mikrostruktúra változásának eredménye: az ún. domén kapcsolás két, különböző orientációjú martenzitvariáns között lévő ikerhatárok mozgásával valósul meg. Mivel a martenzitvariánsok általában belső ikreket tartalmaznak (számos atomi síkon áthúzódo „nano-ikreket”), a martenzit struktúra alkalmazkodó karaktert mutat, melynek eredménye fázismoduláció [11]. Így pl. atomi skálán egy tetragonális martenzitfázis két variánsának kapcsolódása megvalósulhat az ikerhatárok szabályos elrendeződésével [12].

A martenzitvariánsokat összekötő ikerhatárok mozgása (az ausztenit-martenzit fázist elválasztó habitussík mozgásához hasonlóan) szakaszos, ami akusztikus emisszióként detektálható. Továbbá valószínűsíthető, hogy a szakaszos ikerhatár mozgás a

magnetoelasztikus csatolás miatt a mágneses doménfalak szakaszos mozgásával jár együtt, ami mágneses zajként detektálható. Ez a mágneses zaj nem tévesztendő össze a mágnesesen indukált klasszikus Barkhausen zajjal.

2.3. Zajjelenségek vizsgálata

A természetben igen gyakran találkozhatunk zajjelenségekkel, legyen szó akár a ferromágneses anyagok átmágnesezésekor jelentkező Barkhausen zajról, akár szeizmikus zajokról, vagy csupán tetszőleges mérés során jelentkező, az elektronikából adódó háttérzajról.

Mint azt láttuk, az alakmemória ötvözetekben az ausztenit-martenzit fázisátalakulás során a habitussík, ill. a különböző orientációjú martenzitvariánsok közötti átmenetben az ikerhatárok mozgása szakaszos, következésképp zajmérést tesz lehetővé [5, 10].

A martenzitvariánsok szakaszos mozgásából adódó akusztikus, a magnetoelasztikus csatolás miatt jelentkező, mágneses zajok technikailag jól detektálható jelcsomagot eredményeznek. A mérési eredmények kiértékelésével kapcsolatban fontos megemlíteni, hogy statisztikai szempontból a fent említett zajok jól leírhatóak egy hatványfüggvénnyel:

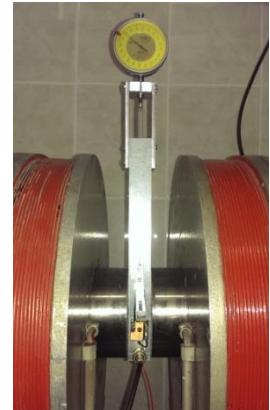
$$P(x) \cong x^{-\alpha} \exp\left\{-\frac{x}{x_c}\right\}$$

ahol $P(x)$ a sűrűségfüggvény, α a kritikus exponens és x_c a levágási érték [5, 10].

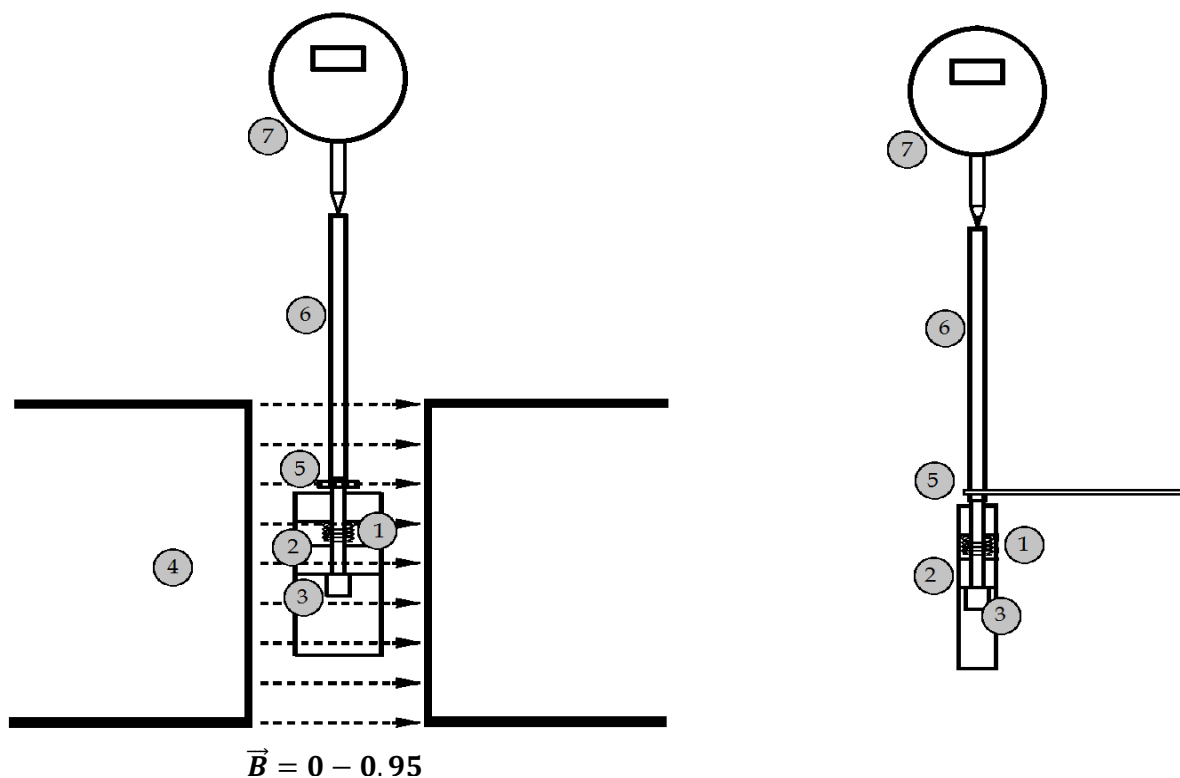
3. Mérési eredmények

3.1. Mérőberendezés

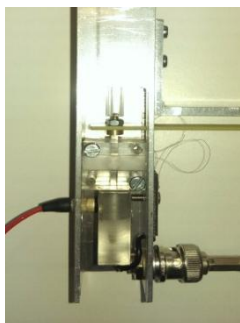
A megnyúlás mérések során Mitutoyo C112A gyártmányú mikrométer indikátort használtam. A mágneses zaj adatgyűjtése a National Instruments DAQ PCI 6071E típusú adatgyűjtő kártyájával, az akusztikus emisszió mérése a Sensophone AED 404 Acoustic Emission Diagnostic (Geréb és Társa Műszaki Fejlesztő Kft.) műszerrel és piezoelektromos érzékelőkkel (MICRO-80, Physical Acoustics Corp.) történt. A Ni_2MnGa egykristály minta a finn Adaptamat Co. cégtől származik, méretei 1 mm x 2,5 mm x 20 mm. A mérési elrendezés a 4. ábrán, vázlatos rajza pedig az 5. ábrán látható.



4. ábra: A mérőberendezés, előlnézet



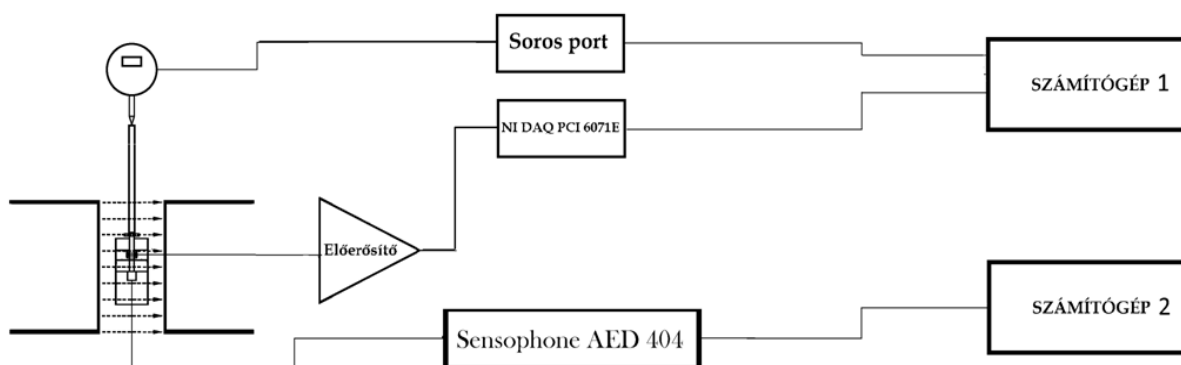
5. ábra: A mérési elrendezés (sematikus ábra, elől- és oldalnézetben). 1. minta a detektortekercssel, 2. poli(metil-metakrilát) mintatartó, 3. piezoelektromos érzékelő, 4. mágneses pólus, 5. laprugó, 6. poli(metil-metakrilát) rúd, 7. mikrométer indikátor



6. ábra: A mérőberendezés oldalnézetből

Mint ahogy az az 5. ábrán is látszik, a minta egy poli(metil-metakrilát) mintatartóban van elhelyezve. Alulsó része az akusztikus emisszió mérésénél használt piezoelektromos érzékelőre illeszkedik, felülről pedig egy laprugóval érintkezik. Utóbbira támaszkodik egy segédruúd, amely lehetővé teszi a mágneses térben történő megnyúlás mérését úgy, hogy a mikrométer indikátorhoz csatlakozik, amely így a mágneses téren kívülre helyeződik. Az alkalmazott mágneses tér a minta hossz tengelyére merőleges, nagyságának szabályozása kézzel történt. A mintát a mágneses pólusok közé olyan pozícióban rögzítettük, hogy az alkalmazott mágneses térerősség a lehető legnagyobb legyen, így biztosítva a lehető legnagyobb megnyúlást. (A gyártó közlése szerint a mágneses tér irányának a minta legnagyobb felületű lapjára merőlegesnek kell lennie.)

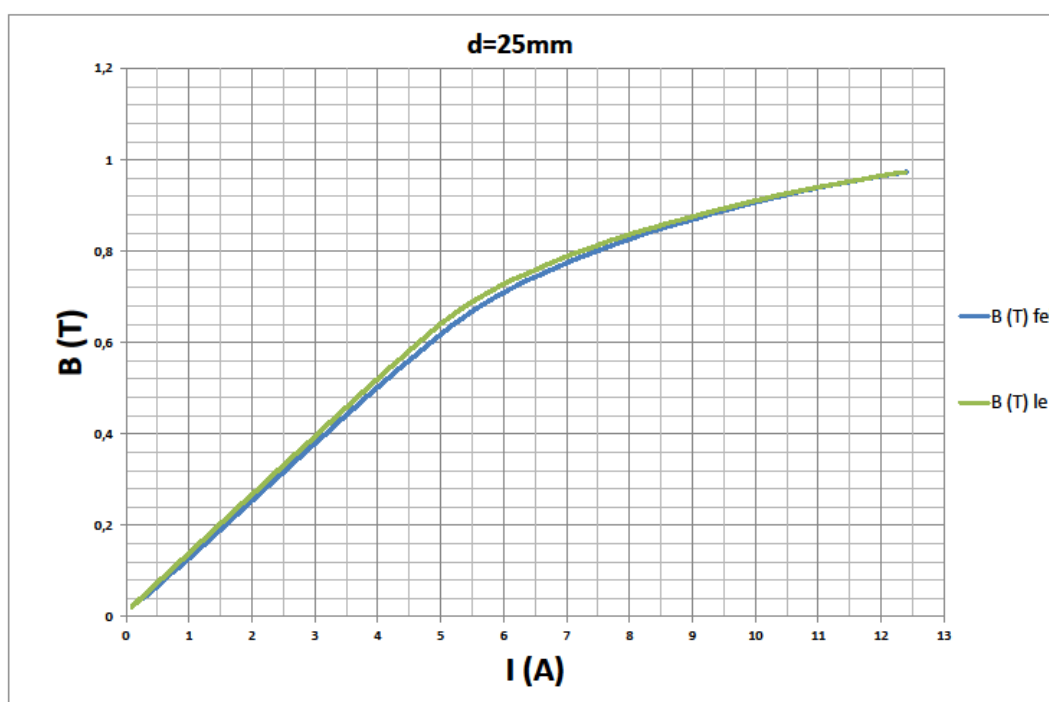
A megnyúlás értékek, az akusztikus emisszió és a mágneses zaj jelek gyűjtése külön számítógépen, de szimultán történt. A mágneses indukció pillanatnyi értékének meghatározását az időskála és a tér nagyságának változási sebességére vezettük vissza. A mágneses zaj mintavételezési sebessége 200kHz. A mágneses zaj gyűjtése egy detektortekercsen keresztül történik, melynek menetszáma 320. A tekercs oly módon van elhelyezve a mintán, hogy a szabad alakváltozást ne akadályozza. A fent ismertetett mérőberendezés sematikus blokkdiagramja a 7. ábrán látható.



7. ábra: mérési elrendezés, blokkdiagram

3.2.1. Mérési eredmények – a mágneses tér és a szuperplasztikus deformáció mérése

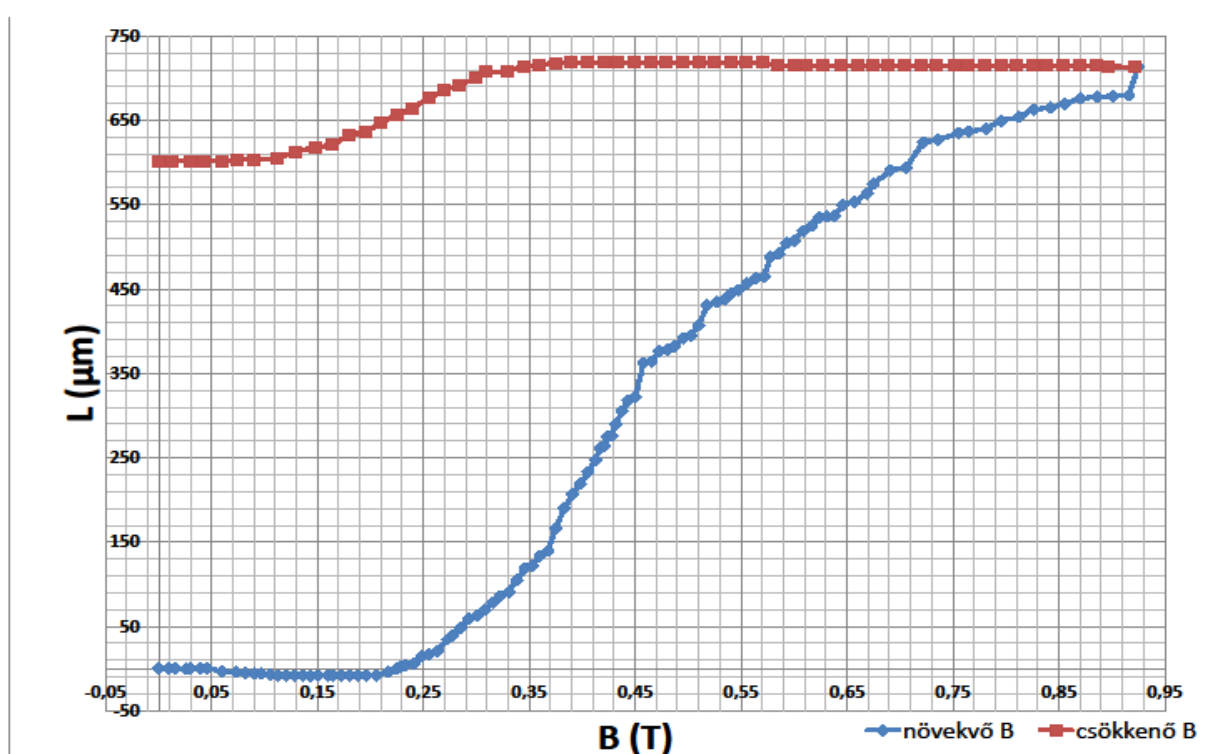
A mérési eredmények hitelesítéséhez szükséges volt a mérésnél használt elektromágnes hitelesítési görbéjének felvétele a 25 milliméteres légrés értéknél (8. ábra). A maximálisan elérhető mágneses indukció közel 0,95 Tesla. A kapott hitelesítési görbe alapján tulajdonképpen a mágneses térerősség mérése áramerősség mérésre vezethető vissza. A diagramon látható hiszterézis a mérések szempontjából elhanyagolható.



8. ábra Hitelesítési görbe

A 9. ábrán a minta alakváltozását tüntettem fel növekvő és csökkenő mágneses indukció esetén. A diagram alapján kiválóan megfigyelhető a szuperplasztikus viselkedés: a mágnesesen indukált hosszváltozás igen erős hiszterézis jelenséget mutat. A minta ~3%-os (602 μm nagyságú) maradó alakváltozást szenved viszonylag kis mágneses tér esetén. Látható

továbbá az is, hogy növekvő mágneses térerősség esetén a hosszváltozás igen nagymértékű és – ahogyan azt az ikerhatár mozgások mechanizmusából kifolyólag vártuk - szakaszos, ugrásokban valósul meg. Csökkenő térerősség esetén a hosszváltozás sokkal kisebb mértékű. Ennek szemléletes magyarázata, hogy a magnetostrikciós feszültség által hajtott ikerhatár mozgás miatt a megfelelő orientációjú martenzit kristályok a felmágnesezés során már mind elérték maximális térfogathányadukat, és visszarendezésükhöz külső mechanikai nyomófeszültségre lenne szükség. (A mérés során a mintát csak a mérőóra tapintócsúcsának rugóereje terhelte, amely láthatóan nem elég a teljes visszarendezéshez.)

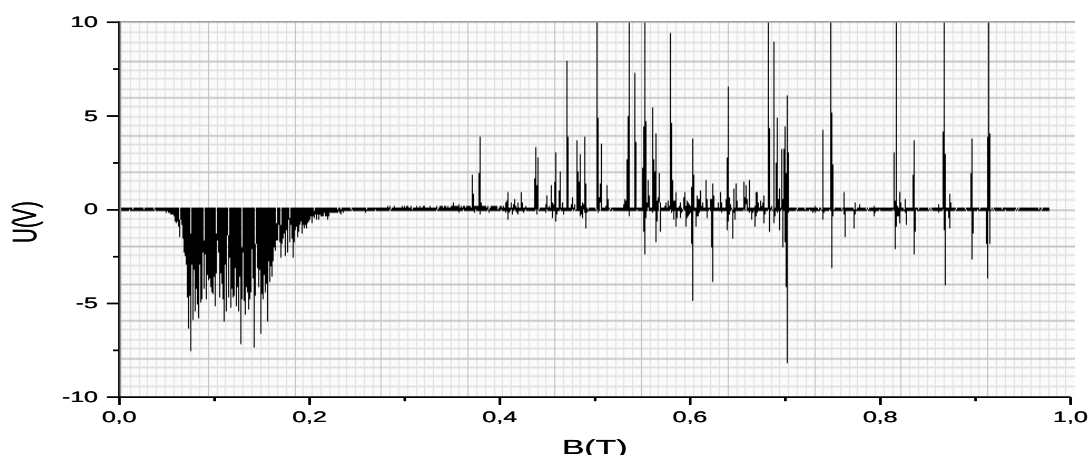


9. ábra: megnyúlás a mágneses tér függvényében

3.2.2. Mérési eredmények - zajmérések

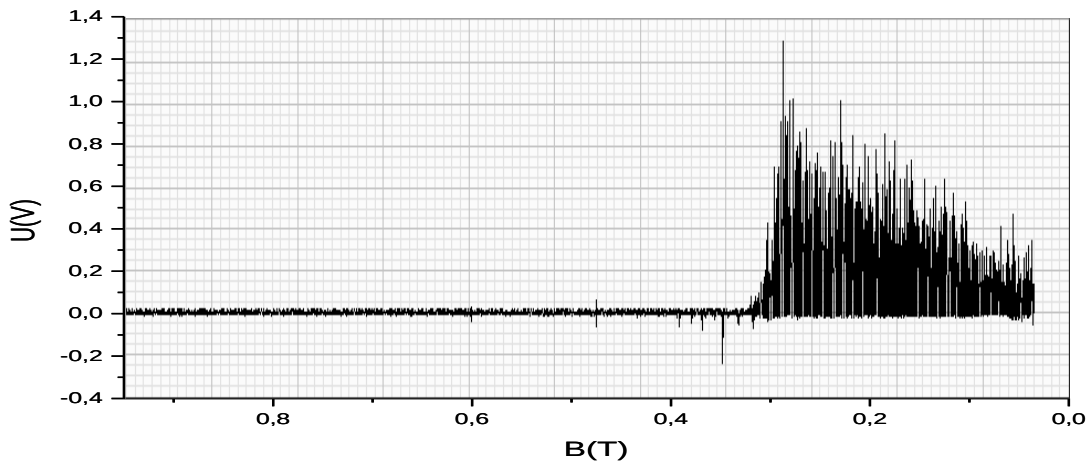
A Ni_2MnGa alakmemória ötvözetet az előzőekben ismertetett mérési körülmények mellett, szobahőmérsékleten vizsgáltam.

A mágneses zaj mérésének során a statisztika kiértékelése a rögzített adatokból offline módon történt. A 10. ábrán nullától a maximálisan elérhető mágneses térerősségig terjedő tartományban felvett zaj ábrázolását láthatjuk a mérési idő függvényében. Az ábra alapján jól megkülönböztethető a kis mágneses indukciónál jelentkező Barkhausen zaj (unipoláris, azaz csak azonos előjelű, sűrű beütésű, nagy zajintenzitás) és a nagyobb mágneses indukciónál fellépő mágneses zaj (enyhén bipoláris, azaz pozitív és negatív tartományban egyaránt, ugrásszerűen jelentkező zaj).



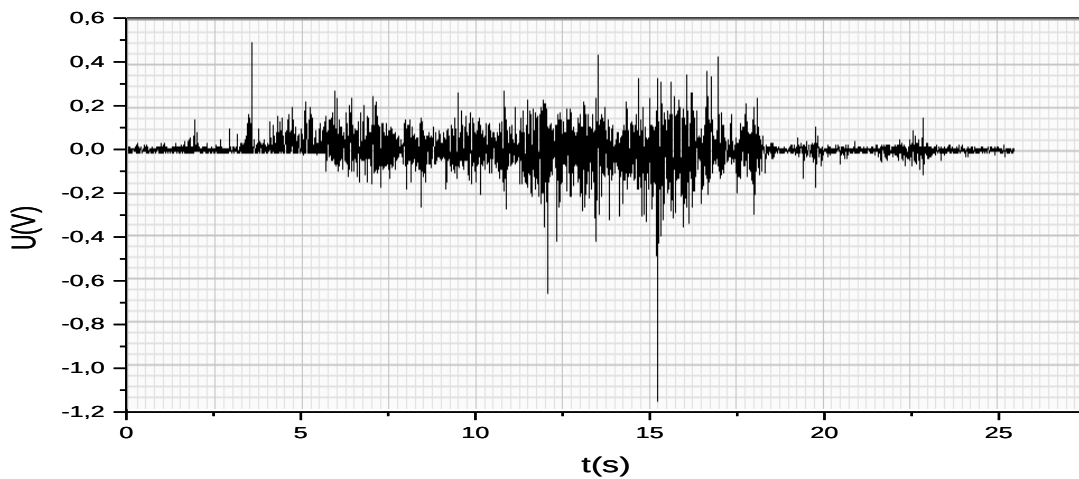
10. ábra: mágneses zaj a $0 < B < B_{\max}$ tartományban, növekvő B esetén

A 11. ábrán látható mágneses zaj felvételekor a maximális értéktől való indulás után folytonosan csökkentettük a mágneses térerősséget nullára. Itt szintén megfigyelhető a Barkhausen zaj, ellentétes polaritással, mint az előző esetben, továbbá megfigyelhető az egyéb jellegű mágneses zajjelenségek hiánya, mert ebben az esetben nem történt ikerhatár mozgás.



11. ábra: mágneses zaj a $B_{\max} > B > 0$ tartományban, csökkenő B mellett

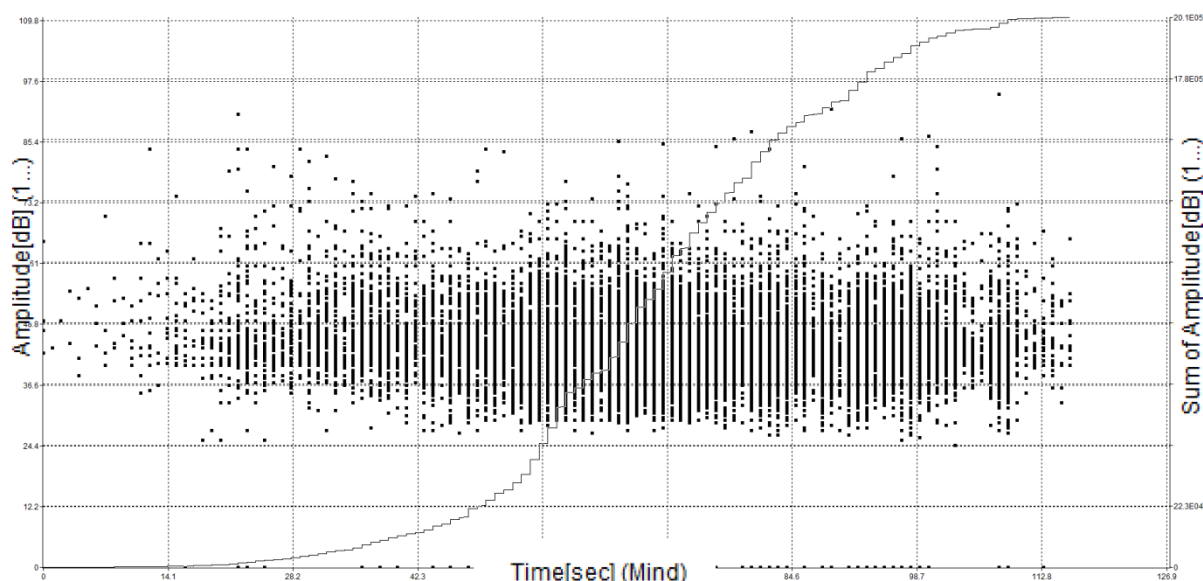
A minta megnyúlása a maximális mágneses térerősség értéknél maximális, majd a térerősség csökkenésével a hossz egy adott értéknél már nem csökken tovább, azaz a minta maradó alakváltozást szenved. (ld. 9. ábra). Ahhoz, hogy újra kezdeti állapotba vigyük, a mintát fel kell melegíteni, vagy pedig mechanikai deformációval kényszeríteni az eredeti hossz elérésére. Jelen vizsgálatok során mi az utóbbi módszert választottuk. A mechanikai deformáció közben igen aktív mágneses zajtevékenység figyelhető meg (12. ábra). A deformáció zérus külső mágneses tér mellett történt.



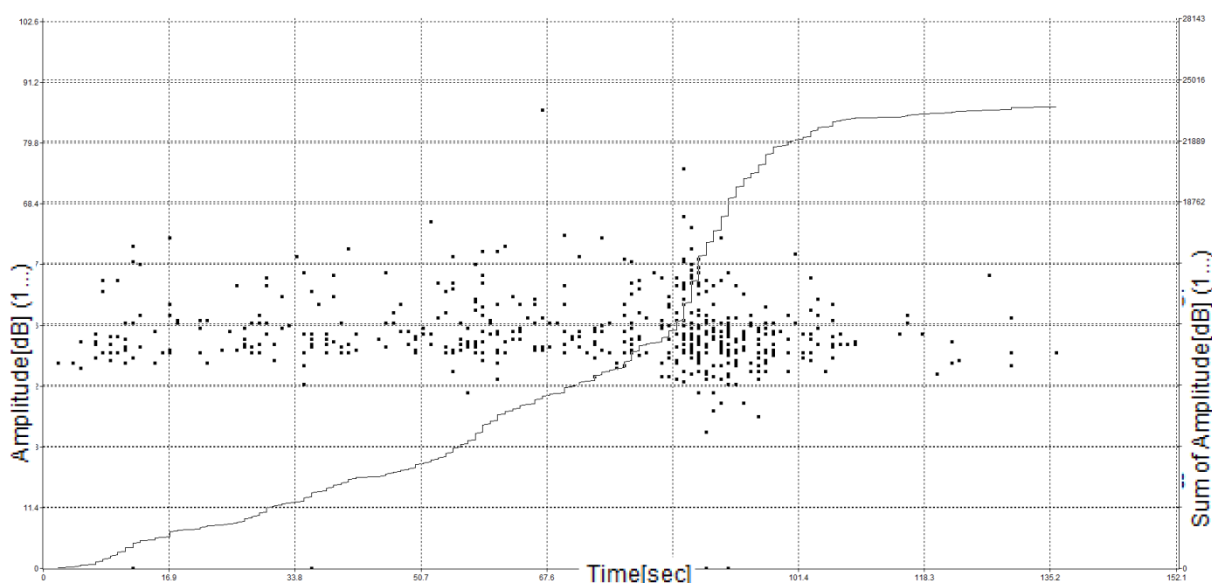
12. ábra: $B = 0$ T mellett vizsgált mágneses zajtevékenység mechanikai deformáció hatására történő visszaalakításkor ($d\varepsilon/dt \cong 1.2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$)

A martenzitvariánsok külső mágneses tér hatására történő átrendeződése nem csupán mágneses zajtevékenységgel, hanem akusztikus emisszióval is jár. A 13. ábrán a $0 < B < B_{\max}$

tartományban jelentkező akusztikus emissziót ábrázoltuk növekvő mágneses térerősség esetén, míg tettük ezt a 14. ábrán ugyanezen tartományban, csökkenő térerősség mellett.



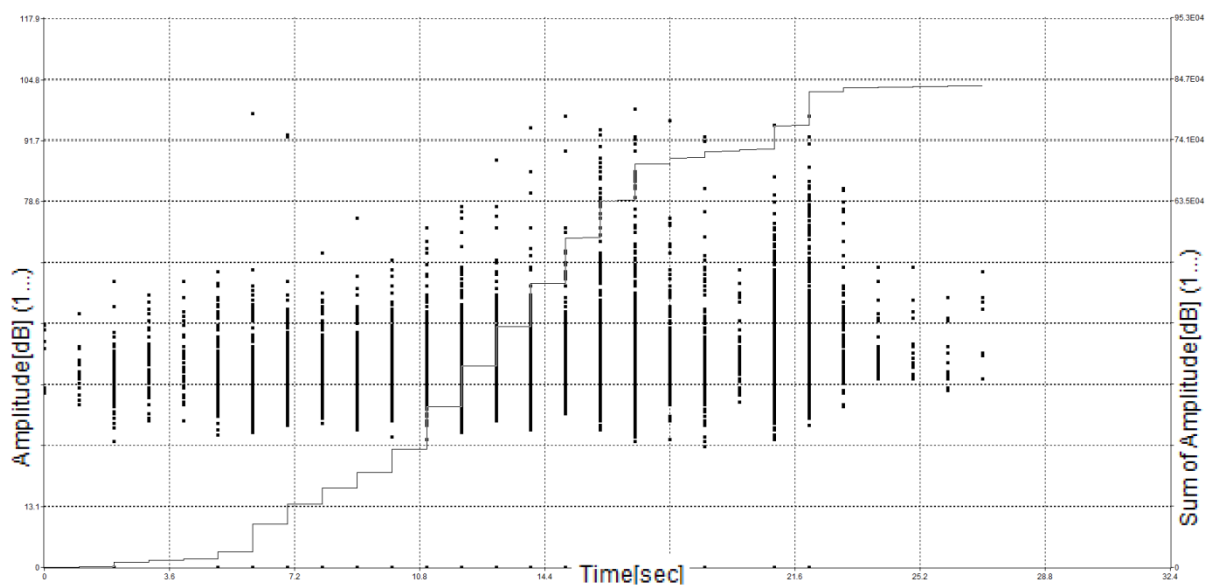
13. ábra: akusztikus emisszió a $0 < B < B_{\text{mac}}$ tartományban növekvő B esetén ($\text{dB}/\text{dt} \cong 7 \times 10^{-3} \text{ Ts}^{-1}$)



14. ábra: akusztikus emisszió a $0 < B < B_{\text{max}}$ tartományban csökkenő B esetén ($\text{dB}/\text{dt} \cong -8 \times 10^{-3} \text{ Ts}^{-1}$)

A fenti ábrákon jól látszik, hogy az akusztikus emisszió (csakúgy, mint ahogyan azt a mágneses zaj esetében megállapítottuk) növekvő mágneses indukció mellett intenzívebb, mint csökkenő mágneses indukció esetén.

A maradó alakváltozást szenvedett mintát nulla mágneses térben mechanikai deformációval eredeti hosszának felvételére kényszerítve szintén tapasztalunk akusztikus emissziót.



15. ábra: B=0T mellett vizsgált akusztikus zajtevékenység mechanikai deformáció hatására
 $(d\varepsilon/dt \cong 1.2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1})$

A következő ábrákon a mágneses zaj, az akusztikus emisszió, és a megnyúlás közötti kapcsolatot vizsgáljuk.

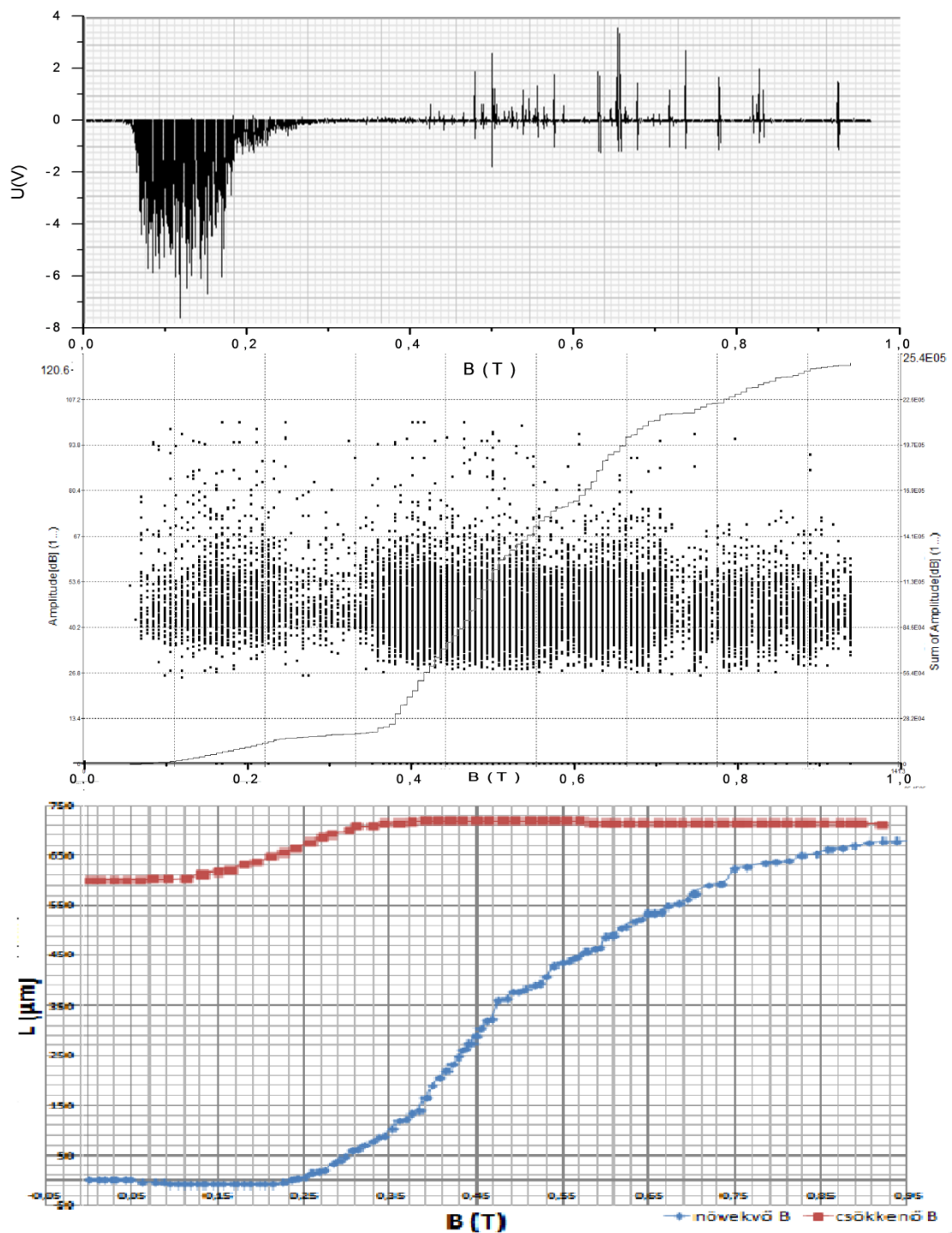
A 16. ábra felső két grafikonján a növekvő mágneses indukció mellett jelentkező mágneses zajt (fent) és az akusztikus emissziót (középen) láthatjuk, melyek rögzítése szimultán történt. A legalsó (már korábban bemutatott) ábra a hosszváltozás mágneses tértől való függését mutatja be, és az alakváltozás aktuális tartományának demonstrációjára szolgál. A diagramok vízszintes tengelye közös és a mágneses indukciót ábrázoltuk rajta, ezáltal szemléletessé téve az esetleges kapcsolatok felfedezését a megnyúlás és a zajadatok között.

A 17. ábra hasonló módon és céllal készült: a legfelső grafikon a mágneses zajt, a középső az akusztikus emissziót ábrázolja, csökkenő mágneses térerősség mellett; a legalsó diagram pedig itt is a hosszváltozás mágneses tértől való függését mutatja be.

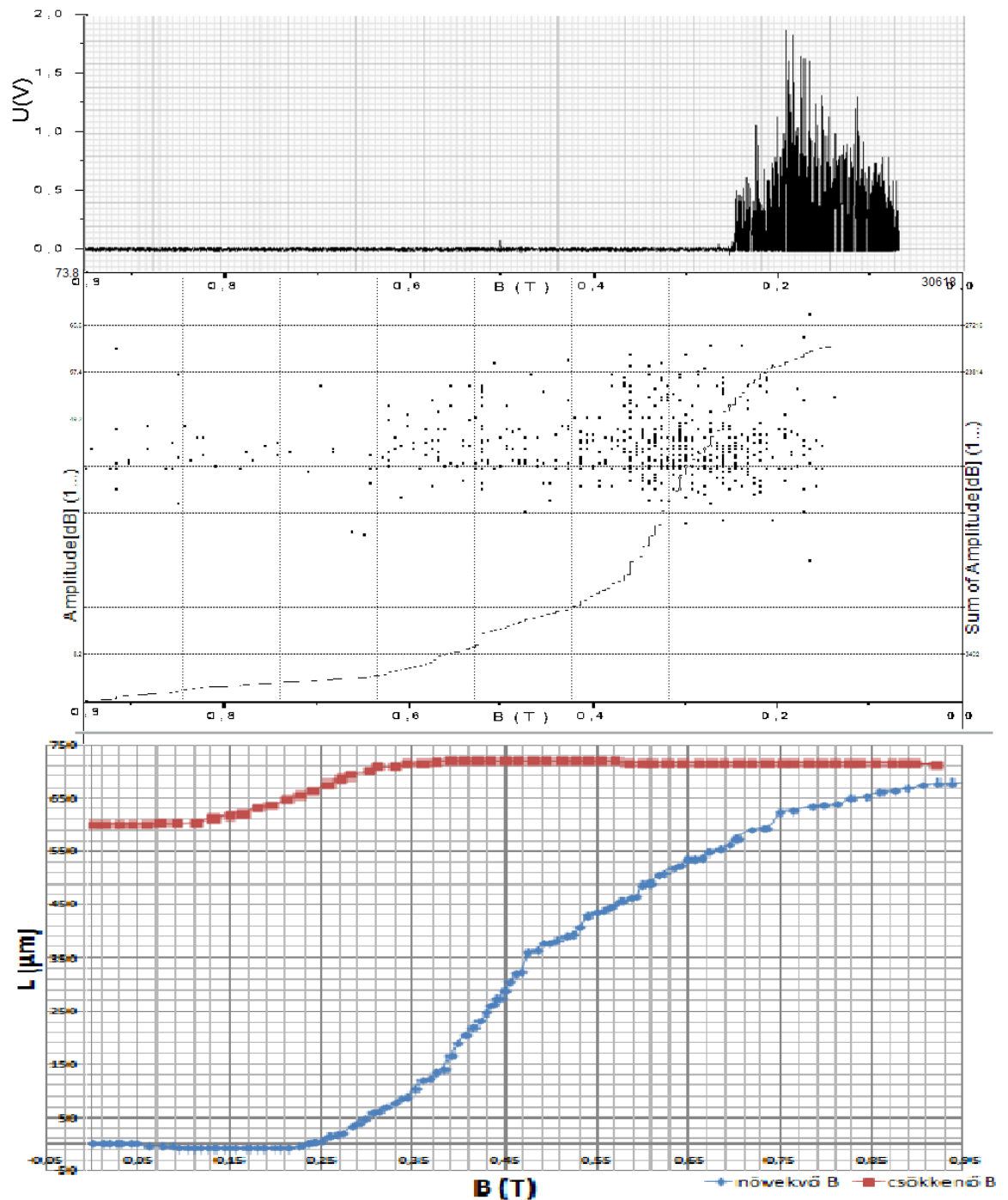
A diagramok alapján jól látszik, hogy a zajtevékenység a nagy mértékű alakváltozás esetén a legintenzívebb mind az akusztikus, mind a mágneses jeleket vizsgálva. Továbbá megfigyelhető, hogy akusztikus zaj az alakváltozás olyan tartományában is észlelhető, amelyiknél mágneses zaj nem. Kis mágneses indukció esetén a Barkhausen zaj dominál, ugyanebben a tartományban erős akusztikus emisszió figyelhető meg, melynek eredete természetesen nem az ikerhatárok mozgása: a doménfalak mágneses tér keltette átrendeződése során is van akusztikus emisszió.

A 16. ábrán az akusztikus emissziót a mágneses zajjal kvalitatívan összehasonlítva elmondható, hogy mindkét típusú zajtevékenység nagy intenzitást mutat az intenzív alakváltozás alatt, ugyanakkor az intenzitás minimális az alakváltozást beindító mágneses térerősség környezetében.

Fontos még megemlíteni, hogy tisztán láthatóan a Barkhausen zajhoz tartozó mágneses indukció tartományban alakváltozás nincs.



16. ábra: zajaktivitás növekvő B mellett



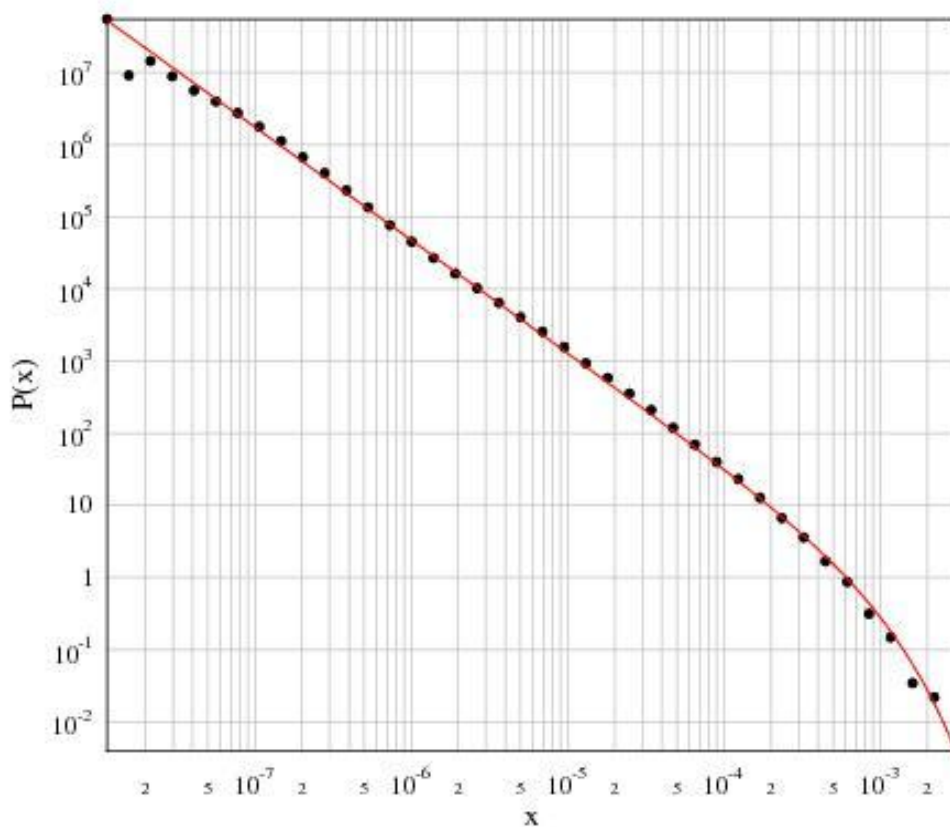
17. ábra: zajaktivitás csökkenő B mellett

A mágneses zaj jól láthatóan két, az alkalmazott mágneses indukció által is jól definiált tartományra osztható: a Barkhausen zaj tartományára és a hosszváltozással – így az ikerhatár mozgással - kapcsolatos mágneses zajéra.

A mágneses zaj energiájának valószínűségi eloszlása a 2.3.-ban leírtaknak megfelelően

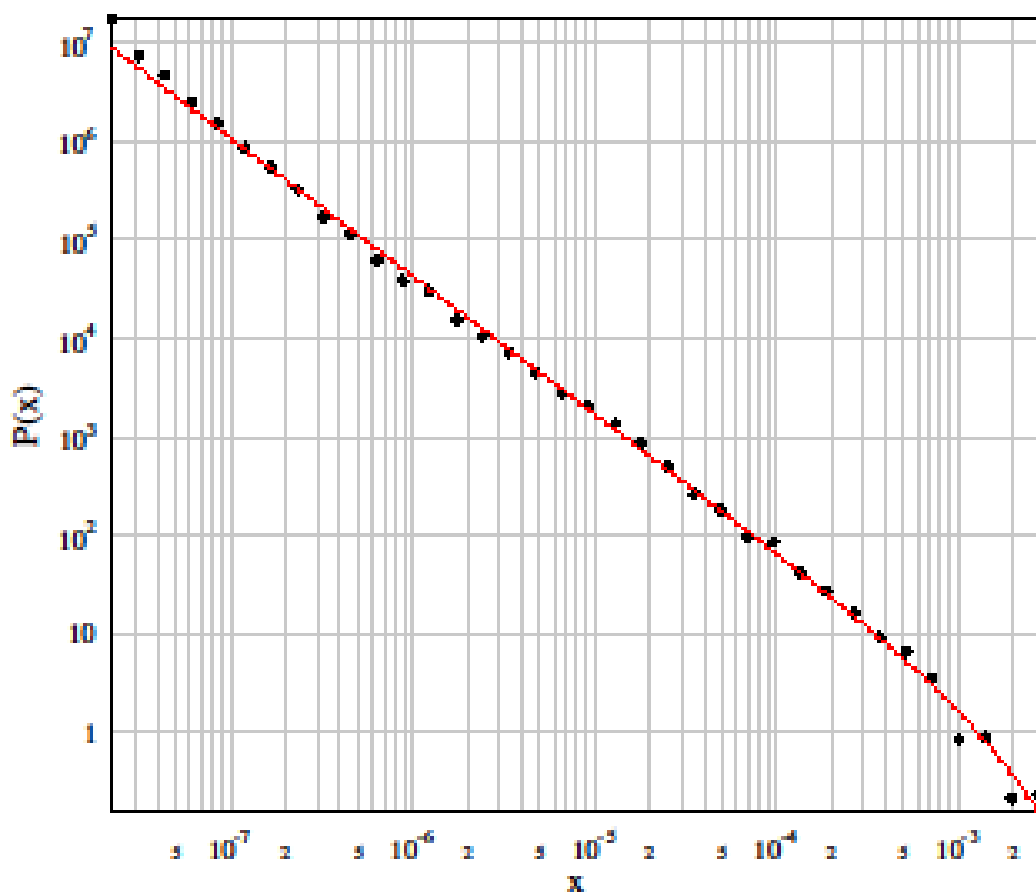
$$P(x) \cong x^{-\varepsilon} * \exp\left\{-\frac{x}{x_c}\right\}$$

alakban adható meg. A 18. ábra az energia valószínűségi eloszlását mutatja kis mágneses tér esetén, a 19. ábra pedig nagyobb mágneses tér esetén. Mindkét diagram 10-10 mérési sorozat együttes eredményét mutatja.



18. ábra: mágneses zajenergia valószínűségi eloszlásfüggvénye a Barkhausen tartományban;

$$P(x) = 1,93 * 10^{-5} x^{-1,565} * \exp\left\{-\frac{x}{8,10 * 10^{-4}}\right\}$$



19. ábra: mágneses zajenergia valószínűségi eloszlásfüggvénye az alakváltozás közben,

$$P(x) = 1,73 * 10^{-4} x^{-1,398} * \exp\left\{-\frac{x}{1,92 * 10^{-3}}\right\}$$

A mérési pontok log-log ábrázolásban elég jól illeszkednek egy egyenesre a nagy mágneses indukció esetén is, tehát a hatványfüggvénnyel való leírás helytálló.

mágneses indukció tartomány	ε
0-0,225 T (Barkhausen zaj)	$1,57 \pm 0.05$
0,225 T- 0,94 T (íkerhatár mozgás zaja)	$1,40 \pm 0.05$

Az eredményeket a következő mérésekkel lehet összevetni:

- a) Barkhausen zaj energia kitevőjére martenzites állapotban [11]-ben 1.76 ± 0.05 adódott. A kis eltérést okozhatja, hogy ott más összetételű mintán ($\text{Ni}_{55}\text{Mn}_{20}\text{Ga}_{25}$) mértek.
- b) [5]-ben, ciklikus deformációval kiváltott ikermozgás mágneses zajának energia kitevőjére az kapták, hogy az függött a külső (állandó) mágneses tértől és 1.78-ról 1.44-re csökkent növekvő térrel ugyanilyen mintán. A nagyobb térnél kapott kitevő közelítőleg egyezik az általam kapott értékkel.

4. Összefoglalás

Martenzit állapotban lévő Ni_2MnGa alakmemória ötvözetben a külső mágneses tér változása szakaszos, ugrásszerű mágneses ikerfal mozgást eredményez, amely az erős magnetoelasztikus csatolás miatt hosszváltozáshoz vezet. A mérések során tapasztalt intenzív akusztikus és mágneses zajtevékenység egyértelmű bizonyítéka az ikerhatárok, ill. a mágneses doménfalak szaggatott mozgásának. Tudomásom szerint ilyen – mágnes térrel kiváltott ikerhatár mozgás zajára vonatkozó - mérést még nem publikáltak az irodalomban. Ezen folyamatok mechanizmusának megismerése kulcskérdés a nagyteljesítményű mágneses alakmemória effektus mélyebb megértéséhez.

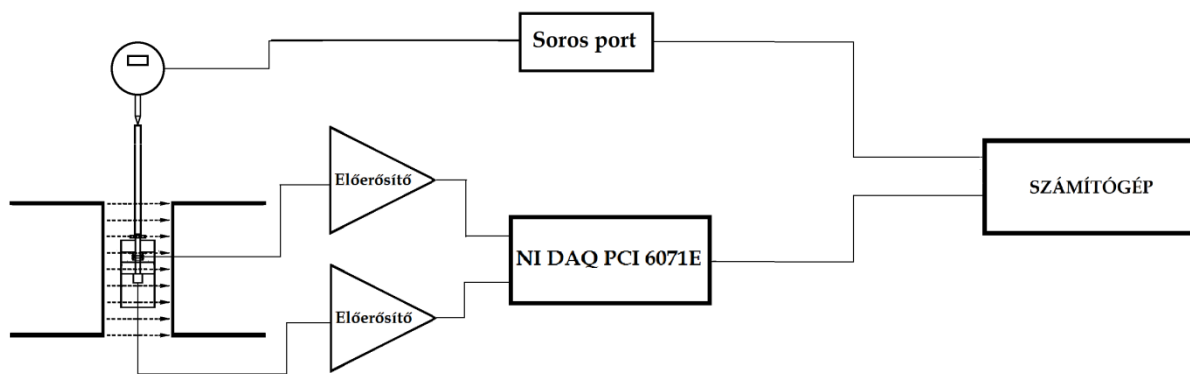
A vizsgált alakmemória ötvözet superplasztikus tulajdonságot mutat, mintegy ~3%-os maradó hosszváltozással.

Az alakváltozás csupán a mágneses indukció egy küszöbértéke felett indul meg növekvő térben, míg csökkenő mágneses térerősség esetén egy, az előzőtől különböző küszöbérték alatt következik be.

Az akusztikus és mágneses zajtevékenység a hosszváltozással járó mágneses indukció tartományban a legintenzívebb.

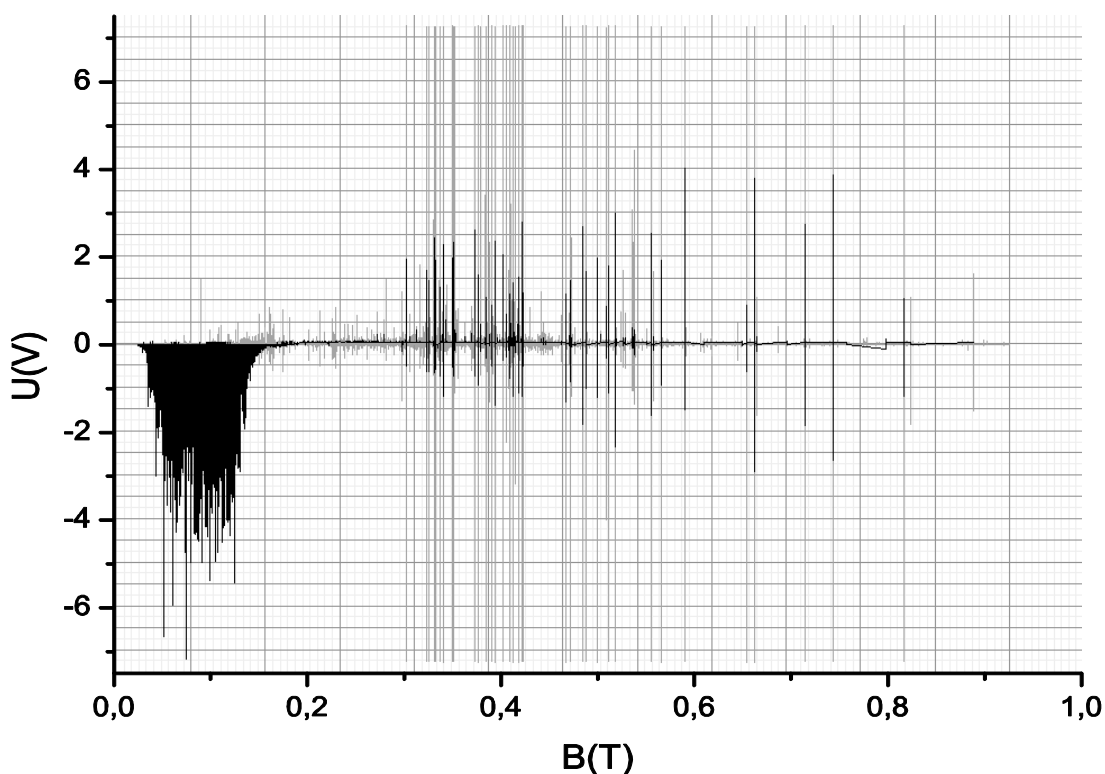
A mágneses zaj statisztikai analízise során azt az eredményt kaptuk, hogy a zaj energia eloszlása hatványfüggvénnyel jól leírható, az irodalomban publikált eredményekkel jó egyezést mutat.

A jövőre vonatkozólag szeretnénk megvalósítani az egy eszközzel történő adatgyűjtést. Az elképzelés sematikus blokkdiagramja a 20. ábrán látható.



20. ábra: a tervezett mérőberendezés sematikus blokkdiagramja

Jelenleg a fejlesztések révén már sikerült egy eszközt használva felvennünk a mágneses és akusztikus jeleket, egy ilyen mérés eredményét láthatjuk a 21. ábrán. A mérési tartomány megválasztása szűk tartományba történt azért, hogy a mágneses jeleket megfelelő érzékenységgel tudjuk detektálni. Sajnos azonban az akusztikus emissziós jelek nagysága ezen a tartományon túlmutat, ezért ezek ábrázolása még fejlesztést igényel. A 21. ábrán látható eredmények viszont összhangban vannak az eddigi elképzeléssel, miszerint az akusztikus és mágneses zajtevékenység között erős kapcsolat feltételezhető.



21. ábra Egy eszközzel felvett akusztikus (sötétszürkével jelölt) és mágneses (feketével jelölt) zajtevékenység

A fentiekén felül célunk a mágneses térerősség, valamint a mágnesezési ciklus végén történő mechanikai deformáció szabályozásának teljes automatizálása.

Az akusztikus emissziós jelek és a mágneses emissziós jelek kvalitatív összehasonlításán túl, az akusztikus emissziós jeleknek - a mágneses jelekhez hasonlóan elvégzett - pontos statisztikai analízisét is tervezem végrehajtani, ami a kvantitatív összehasonlítást is lehetővé teszi majd.

5. Felhasznált irodalom

- [1] O. Heczko, N. Scheerbaum, O. Gutfleisch, “Magnetic shape memory phenomena,” in *Nanoscale Magnetic Materials and Applications*, (J.P. Liu, et al. (Eds.)), Springer Science, 2009, pp. 399–439.
- [2] B. Krevet et al., *Smart Materials And Structures*, vol. 21, p. 094013, 2012.
- [3] K. Ullakko, L. Wendell, A. Smith, et al., *Smart Mat. Struct.*, vol. 21, p. 115020, 2012.
- [4] A. Sozinov, A. A. Likhachev, N. Lanska, et al., *Applied Physics Letters*, vol. 80, pp. 1746-1748, 2002.
- [5] L. Daróczy, Sz. Gyöngyösi, L. Tóth, S. Szabó, D.L. Beke: Jerky magnetic noises generated by cyclic deformation of martensite in Ni₂MnGa single crystalline shape memory alloys, beküldve az *Appl Phys. Letters*-hez
- [6] L. Straka, V. Novak, M. Landa, O. Heczko, *Mat. Sci. and Eng. A*374 (2004) 263-269
- [7] E.K.H. Salje, Lecture at ISOMAT-2014, Bilbao
- [8] Z. Balogh, L. Daróczy, L. Harasztosi, D. L. Beke, T.A. Lograsso and D. L. Schlagel, *Materials Transactions*, Vol. 47, No. 3 (2006) pp. 631 to 634
- [9] B. Ludwig, Ch. Strothkaemper, U. Klermradt, X. Moya, L. Manosa, E. Vives, A. Planes, *Appl. Phys. Letters*, Vol.94 (2009) 121901-1-3.
- [10] László Z. Tóth, Sándor Szabó, Lajos Daróczy, Dezső L. Beke: Calorimetric and acoustic emission study of martensitic transformation in single crystalline Ni₂MnGa alloys, *Phys. Rev. B* elfogadva
- [11] S. Kaufmann, U. K. Rößler, O. Heczko, M. Wuttig, J. Buschbeck, L. Schultz, S. Fähler; *Phys. Rev. Lett.* 104; pp.145702-1 – 4; 2010.
- [12] A.G. Khachaturyan, S.M. Shapiro, S. Semenovskaya, *Phys. Rev. B*, vol 43, No.13, pp. 10832-10843, 1991.
- [13] L.Daróczy, A. Bükki-Deme, Z.Balogh, L. Harasztosi, Z. Erdélyi, D.L. Beke, *Proceedings of the International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies*, December 3-5, 2007 Tsukuba Jap. (Ed. S. Miyazaki), ASM International, Materials Park. 2008, pp. 607 to 614.

6. Köszönetnyilvánítás

Köszönöm témavezetőimnek, Dr. Beke Dezsőnek és Dr. Daróczi Lajosnak a munka során nyújtott nélkülözhetetlen segítséget mind a felkészülés, mind a mérések terén, köszönöm tanácsaikat, támogatásukat.

Köszönöm Tóth Lászlónak a mérések során nyújtott segítségét.

Köszönöm Dr. Bükki-Deme Andrásnak, hogy lehetővé tette a mérési adatok gyors kiértékelését.

1. Függelék

A témavezetőtől kapott saját kutatási feladat tételes bemutatása

Feladatom martenzites állapotú Ni_2MnGa egykristály ötvözetben külső mágneses térerősség változásának hatására bekövetkező martenzitvariánsok átrendeződése során fellépő alakváltozás és az ezt kísérő mágneses és akusztikus zajjelenségek vizsgálata volt.

A mérési feladat elvégzéséhez új mérőeszköz tervezésére és kivitelezésére volt szükség, melyet témavezetőm, Dr. Daróczy Lajos segítségével hajtottunk végre.

A külső mágneses teret biztosító elektromágnes kalibrációja is szükséges volt ahhoz, hogy a mérési eredmények megfelelő pontosságúak legyenek.

Nagyon fontos volt a mérés szempontjából a minta előkészítése. A már megfelelő méretű mintán oly módon kellett elhelyezni a mágneses zajok érzékelésére szolgáló detektortekercset, hogy az az alakváltozást ne akadályozza, ezért azt egy, a mintán könnyen mozgó, de szoros hüvelyre helyeztem fel.

A mérések során szimultán kerültek rögzítésre a megnyúlás adatok, a mágneses zaj és az akusztikus emissziós jelek. A megnyúlás és a mágneses zaj mérésére saját programot írtam.

A mérési adatokat a kutatócsoport egy korábbi tagja (Dr. Bükki-Deme András) által írt programmal értékeltem ki.