

Miskolci Egyetem
Anyag és Vegyészmérnöki Kar
Tudományos Diákköri Tanács



Tudományos Diákköri Dolgozat

α -titán kiválási folyamatok különböző módon alakított Nb53Ti47 szupravezető anyagban

Készítette: Sziklai Benedek

BSc-s hallgató,

Fémteni, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézet

Konzulensek: **Prof. Dr. Mertinger Valéria**, egyetemi tanár, ME-FKNI

Kárpáti Viktor, tudományos segédmunkatárs, ME-FKNI

Miskolc
2023

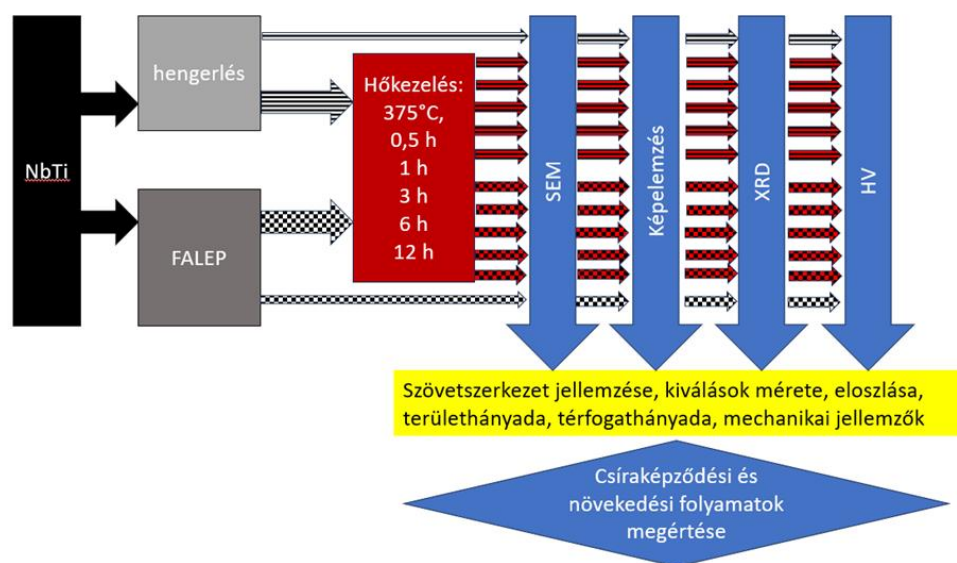
Tartalomjegyzék

1	Bevezetés.....	2
2	Irodalmi áttekintés.....	3
2.1	Szupravezetők.....	3
2.2	A Nb-Ti ötvözet	4
2.3	A kísérlet során alkalmazott hidegalakítási eljárások	5
2.4	A vizsgálat során alkalmazott finomszerkezetvizsgáló módszerek.....	8
2.4.1	Pásztázó elektronmikroszkópia (SEM)	8
2.4.2	Számítógépi képelemzés.....	8
2.4.3	Röntgendiffrakció	9
2.4.4	Keménységmérés.....	10
3	Kísérleti körülmények	11
4	Eredmények.....	14
4.1	SEM felvételek	14
4.2	Röntgendiffrakciós fázisazonosítás és a Rietveld illesztés eredményei	23
4.3	Keménységmérési eredmények.....	25
5	Összefoglalás	26
6	Köszönetnyilvánítás	27
7	További tervek	27
8	Irodalom jegyzék:	28
9	Melléklet.....	30

1 BEVEZETÉS

2019-ben a CERN (az Európai Nukleáris Kutatási Szervezet), a Wigner Fizikai Kutatóközpont és a Miskolci Egyetem közös kutatási projektet indított, melyben a Miskolci Egyetem Cu/Nb-Ti lemezes szupravezető, árnyékoló kompozit anyag előállítását vállalta. A kompozitlemezben a nióbium-titán (NbTi) szilárdoldatos ötvözet biztosítja a szupravezetést. A megfelelő szupravezető tulajdonságot a kompozit nagymértékű hidegalakítás és hőkezelés kombinációjával lehet elérni. Az alakítást követő hőkezelés célja a β -NbTi fázisból a mágneses vonalakat stabilizáló, finom és diszperz eloszlású α -titán kiválások képzése[1].

A kutatómunka során felmerült a kérdés: Intenzív képlékenyalakítási művelettel lehetne-e a huzalhoz hasonló funkcionalitással bíró, de lemezes szerkezetű NbTi alapú kompozitlemezt létrehozni? A NbTi rétegben milyen mérettű és eloszlású kiválások jelennek meg? Gyorsabb a kiválási folyamat? Jelen dolgozatban az előzetes képlékenyalakítás hatását vizsgálom az α -titán kialakulására. Hengerléssel és FALEP (Fricrion Assited lateral Extrusion Process) intenzív képlékenyalakítási eljárással alakított Nb53Ti47 anyagminőségű tömbi β -NbTi ötvözetben különböző idejű hőkezeléseket végeztünk. Az így kialakult szövetszerkezeteket a Fémteni, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézetben található 3D laboratóriumban megvizsgáltuk. Finomszerkezetvizsgáló (SEM, XRD) módszerekkel jellemeztük a létrejött kiválásokat. A kutatómunka folyamatábráját az **1. Ábra** mutatja.



1. Ábra A kutatómunka folyamatábrája

Az általam elért eredmények alapján fogjuk a kompozitlemez hőkezelési paramétereit meghatározni ezáltal a kutatómunka eredményei közvetlenül hozzájárulnak a kompozit anyag fejlesztéséhez és annak funkcionális tulajdonságainak a beállításához.

A szemeszter során ismereteket szereztem a szupravezetésről és a szupravezető NbTi ötvözeetről. Nagy élmény volt, hogy megismertem a Miskolci Egyetem 3D Laboratóriumában lévő Thermo Scientific Helios G4 PFIB-SEM berendezést. Továbbá sikerült mélyebb ismereteket szerezniem - a számomra legérdekesebb vizsgálattal - az elektron mikroszkópiával kapcsolatosan. Megismertem továbbá a különböző anyagvizsgálati módszerek elméletével és a TDK munkám során az említett vizsgálatok gyakorlati megvalósításába is betekintést nyertem és részt vettem.

2 IRODALMI ÁTTEKINTÉS

Sikerült bekapcsolódnom a Miskolci Egyetemen futó kutatási projektbe melyben, Dr. Barna Dániel tervei alapján elkészül egy új koncepciójú szeptum mágnes, mely a jövőben elkészülő FCC részecskegyorsító eleme lehet [2]. A mágnes kulcsfontosságú alkatrésze a NbTi/Cu lemezes kompozit, amely, amely nagy mágneses terek (3T) leárnyékolására képes. A mágnes működése során az említett szupravezető kompozitlemez biztosítja az apertúra kívüli részen a nagy és az apertúra belsejében a gyakorlatilag nulla mágneses térerősségű tartományt. A miskolci kutató csoport innovatív tevékenységük során létrehoztak - az eredetileg japánok által gyártott NbTi/Nb/Cu rétegrendű kompozit helyett - egy költségcsökkentett NbTi/Cu rétegrendű szupravezető lemezes kompozitot. A kutatómunka utolsó lépése - melyhez az én általam elvégzett vizsgálatok is kapcsolódnak - a kompozit szupravezető NbTi rétegében megfelelő kiválások képzése a funkcionalitás biztosítása érdekében, ezért irodalmi összefoglalómat a szupravezetők áttekintésével kezdem.

2.1 Szupravezetők

A szupravezető anyagok kutatása a XX. század elején kezdődött, ebben az időszakban állítottak elő cseppfolyós héliumot -269 °C-on. Ekkor vizsgálták először a különböző anyagok ellenállását alacsony hőmérsékleten [3]. A kísérletekből kiderült, hogy az adott anyagra jellemző hőmérséklet alatt az anyagokban lévő ellenállás megszűnt. Ezt a hőmérsékletet nevezték el kritikus hőmérsékletnek (T_c) és az ilyen anyagokat pedig szupravezetőknek. A kritikus hőmérséklet definiálására használt összefüggése **(1)** egyenlet szemlélteti, ahol H_{c1} a szupravezetőhöz tartozó kritikus mágneses tér, H_0 a nulla Kelvin fokhoz tartozó kritikus mágneses tér, a T_c a kritikus hőmérséklet a T pedig a szupravezető hőmérséklet [4].

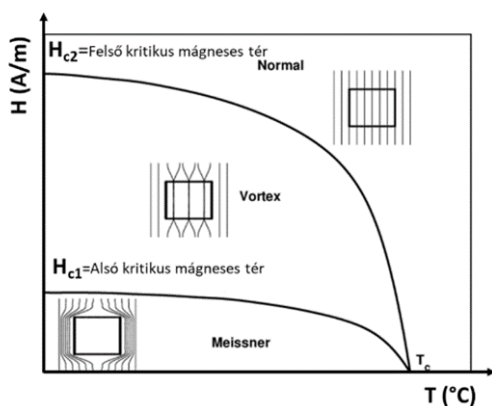
$$H_{c1} = H_0 \left(\frac{T^2}{T_c^2} \right), \quad (1)$$

A (alsó) kritikus mágneses tér alatt az I típusú szupravezető anyagokban a Meissner effektus lép fel, amely során a szupravezetők kiszorítják magukból a mágneses erővonalakat és ezáltal diamágnesesek lesznek. Ilyen anyagok az elemi fémek például: ólom, ón, higany, nióbium. A kritikus mágneses tér fölött normálvezetővé válnak [5]. A II típusú szupravezetőknél megjelenik az úgynevezett felső kritikus mágneses tér, ahol az anyag egy kevert állapotban van **(2. Ábra)**. Az anyag belsejébe tércsövek (vortexek) formájában behatolnak a mágneses erővonalak, amiket szupravezető fázis vesz körbe. A vortexek mágneses fluxusai kvantáltak és a térerősség növelésével nem a fluxus nagysága, hanem a mennyisége fog nőni. A kritikus mágneses tér fölött a II. típusú szupravezetők is normálvezetővé válnak, ilyen anyagok a különböző fémötvözetek, bizonyos kerámiák [2], [3]. A vortexek körül köráram alakul ki annak érdekében, hogy az anyag belseje diamágneses fennmaradjon. Ez a jelenség biztosítja a nagyobb mágneses térerősségben is a szupravezetést. Ha a vortexek elmozdulnak (Lorentz erő hatására) akkor új helyen fognak létrehozni köráramot, aminek következményeként kialakul egy időben és térben mozgó mágneses tér, ami elektromos teret indukál[6].

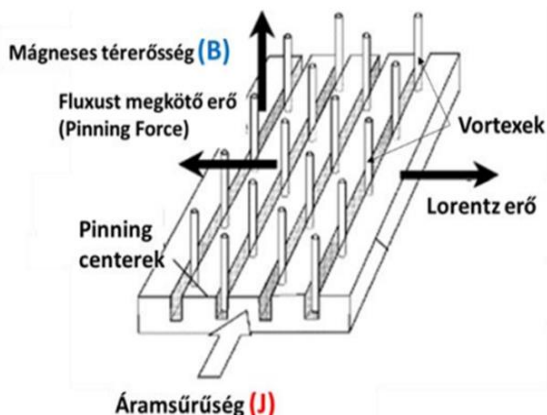
Az így kialakuló elektromos tér és áram egy effektív ellenállásnak felel meg [6], melynek hatására az anyag melegszik, ezáltal lerontja a szupravezető tulajdonságot. A vortexek mozgásának megakadályozásához egy „pinning force”-nak nevezett fluxust megkötő erő szükséges (F_p) **(3. Ábra)**. Ennek maximális értéke (F_{pmax}) adja meg, hogy mi az a maximális Lorentz erősűrűség, ahol még a vortexek nem mozdulnak el. Ennek kiszámításához a (2) egyenletet használhatjuk.

$$F_p = J_c \times B \quad (2)$$

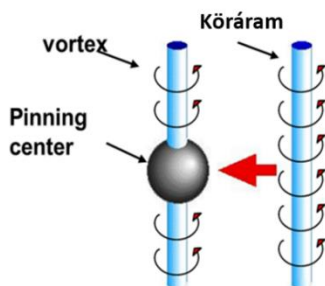
Ahol J_c a kritikus áramsűrűség. Tehát minél nagyobb a fluxust megkötő erő, annál nagyobb lesz az anyagon folyó áramsűrűség adott mágneses térerősségen. Az anyagban található úgynevezett „pinning centerek” olyan kis energiagödröket jelentek, amibe a vortexek képesek benne maradni és ezzel a helyhez kötni azokat [7]. A fizikai jelenséget a **4. Ábra** szemlélteti.



2. Ábra Felső és alsó kritikus mágneses tér II típusú szupravezetőknél [9],[3]



3. Ábra A "pinning force"- fluxust megkötő erő értelmezése [4]



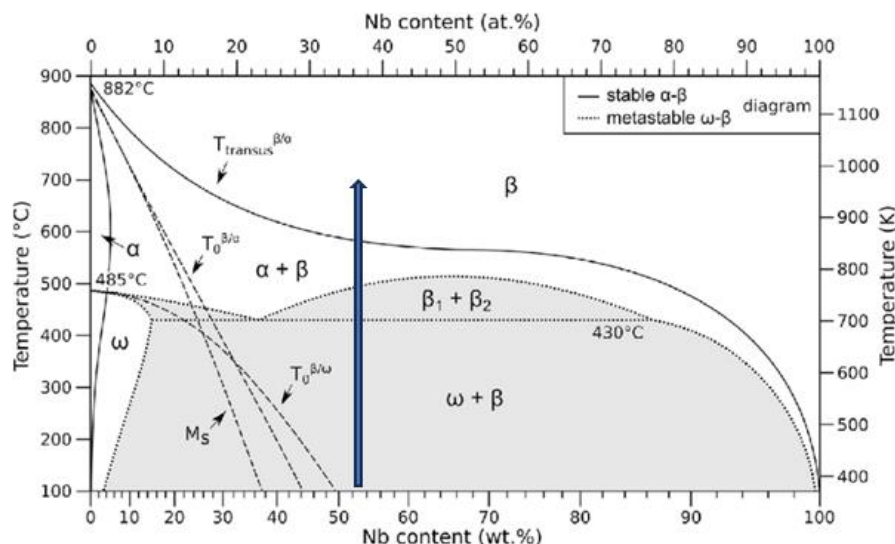
4. Ábra „Pinning centerek” modellje [4]

A Nb-Ti szupravezető esetében ezeket a „pinning centereket” a különböző rácshibák és a normálvezetőként funkcionáló α -titán kiválások adják [8].

2.2 A Nb-Ti ötvözet

Az egyik legáltalánosabban használt szupravezető anyagok közé tartozó Nb-Ti ötvözet elterjedése a XX. század közepén kezdődött meg. A Nb-Ti hasonló szupravezető ötvözeteket mágneses terek gerjesztésére használták, főleg kábelek formájában [10]–[12]. A nagy mágneses térek alkalmazása esetén nagy szilárdságú finom szupravezető szálas kompozit kábeleket alkalmaznak, melyek a jelentős mértékű termikus és elektromágneses igénybevételeket elviselik [13]. Manapság a csúcstechnológiai eszközök megépítésének és működésének elengedhetetlen része lett. Szupravezető anyagokat használnak részecskegyorsítókban például a CERN (LHC), ITER és az orvosi felhasználásban az MRI és NMR technológiában is alkalmazzák [14]. A világon gyártott szupravezetők nagy hányadát mai napig a Nb-Ti teszi ki [15]. A kétalkotós egyensúlyi és metastabilis fázisdiagramot a **5. Ábra** mutatja [16]. Az általunk használt összetételű Nb-Ti ötvözet (Nb 53%, Ti 47%) esetében, egyensúlyi állapotban a rendszer

α és β fázisokból áll. Az általunk megválasztott szilárdoldat ötvözőben telített, így az α fázis csak további hőkezelés hatására alakul ki. A hőkezelés során további nemegyensúlyi fázis is kialakulhat az ω vagy adott esetben szilárdoldat szétválás is végbe menet, mely során β_1 és β_2 fázisok jönnek létre. A különböző fázisok kémiai összetétele és rácsszerkezete is eltérő. A szupravezetés szempontjából fontos β fázis nióbiumban (Nb) gazdagabb, térben középpontos rácsú, míg az α fázis főként titánból (Ti) áll és hexagonális ráccsal rendelkezik. Ebből adódóan a két fázis fény- és elektronmikroszkópos vizsgálatok során rendszámkontraszt alapján, vagy diffrakciós módszerrel jól elkülöníthető.



5. Ábra A Nb-Ti kétalkotós fázisdiagram [16]

A nemegyensúlyi hűtéssel képződött túltelített β fázisból hevítés hatására csíráképződés és diffúzió szabályozta növekedési folyamat során alakul ki az α fázis. Izoterm körülmények között „C” görbe jelleggel. A csíráképződési helyek száma és a diffúzió sebessége fogja meghatározni, hogy az így létrejött fázis milyen méretű és számú szemcsék formájában lesz jelen. Számunkra az a kedvező, ha sok és ebből adódóan kicsi méretű α Ti kiválások jönnek létre. Ezért a csíráképző helyek számát kell növelnünk és a hőkezelés hőmérsékletét lehetőleg olyan alacsonyan tartanunk, hogy a csírák kialakulása megtörténjen, de azok gyors növekedése, durvulása már ne. Technológiai szempontból ez túlságosan sok változó, ezért valamelyiket fixálnunk kell.

Az irodalmi adatok és az előzetes kompozit előállítási kísérletek során kiválasztottunk egy optimálisnak tűnő hőkezelési hőmérsékletet, a 375°-ot [17]–[19]. A kiválási csíráképző helyek számának növelésére pedig a hideg képlékenyalakítást fogjuk alkalmazni.

2.3 A kísérlet során alkalmazott hidegalakítási eljárások

Mivel lemeztermékre van szükségünk az új mágnes pajzsához, ezért a hideghengerlés alkalmazása kézenfekvő. A szupravezető Nb-Ti alapú kompozitkábelek esetén a dróthúzási technológiából kifolyólag nagyságrendekkel nagyobb hidegalakítási mértéket, így optimálisabb méretű, eloszlású kiválásokat lehet biztosítani, mint hengerléssel. Intézetünkben a Metz (Franciaország) kutatócsoporttal kialakult együttműködés keretében épül egy új képlékenyalakító eszköz a „miniFALEP”, mely szintén lemeztermék előállítására képes, nagy hidegalakítási mérték alkalmazásával. Jelen kutatómunkában azt szeretném összehasonlítani, hogy a FALEP eljárással alkalmazott hidegalakítás mennyiben biztosít kedvezőbb körülményeket a hőkezelés során létrejövő kiválások számára, mint a hideghengerlés.

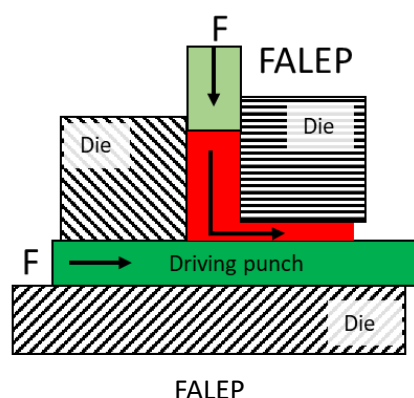
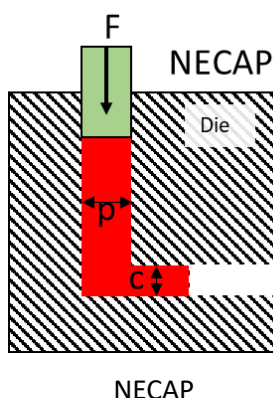
Hideghengerlés során az úgynevezett hengerrést (az alakító hengerek távolságát) szűrőként állítva az áthaladó anyag vastagsága csökken, hossza pedig növekszik. Lemezttermékek hengerlésénél a szélesedés mértéke általában elhanyagolható mértékű. Hideghengerlés során az újrakristályosodás nem történik meg, így a képlékeny alakváltozás hatása az anyagban megmarad. A hidegalakítás következménye a szemcsék megnyúlása és a szemcséken belüli rácshibák mennyiségének megnövekedése. A folyamat során különösen a diszlokációk számának a megsokszorozódása ezáltal a keményedés jelensége, illetve a szilárdság növekedése mutatkozik. Ennek a kitüntetett irányú alakváltozásnak a következménye lesz a kristálytani anizotrópia, a textúra kialakulása is. A rácshibákkal terhelt részek kitüntetett helyei lesznek az új kiválások kialakulásának, mint potenciális csíráképző helyek. Hengerlés során az alakítás mértékének kifejezésére többféle mérőszám is létezik. Az egyik általános alakítást jelző mérőszám ε (%) vastagságra vonatkoztatott százalékban kifejezett alakváltozás **(3)**, ez a mérőszám kifejezi, hogy a teljes folyamat során mekkora volt a teljes vastagságcsökkenés. A másik mérőszám **(4)** a φ (-) a folyamatos vastagság változásra vonatkoztatott valódi vagy logaritmikus alakváltozás, mely dimenzió mentes szám.

$$\varepsilon = \frac{\Delta h}{h_0} 100, \quad \% \quad (3)$$

$$\varphi = \ln \frac{h_0}{h}, \quad (-) \quad (4)$$

ahol a Δh a vastagság csökkenés, a h_0 az eredeti vastagság a h pedig az aktuális vastagság

A hengerlés ismert és elterjedt képlékenyalakító eljárás az iparban. Ezzel szemben a FALEP eljárás egy kimondottan kísérleti intenzív képlékenyalakítási módszer. Az eljárás elvét japán kutatók 1995-ben publikálták [20], de az eljárás gyakorlati megvalósítása egyedül a metzi egyetem LEM3 laboratóriumában létezik [21]. A módszer hasonlít a szintén gyakran alkalmazott könyöksajtolás[22] (ECAP: Equal Channel Angular Pressing) azon módosulatához amikor a kimenő csatorna kisebb méretű, mint a bemenő csatorna (NECAP- Non-Equal Channel Angular Pressing [23]) azzal a különbséggel, hogy itt a horizontális (driving punch) szerszám is mozog, ezáltal nagy nyíró igénybevételt fejt ki, és így egyetlen alakítási lépésben az anyagban is nagymértékű a nyírás. A kétféle eljárás szemantik összehasonlítását az **6. Ábra** mutatja, piros rész jelzi az alakított anyagot. A Metzben működő FALEP berendezésről készült saját fotót szintén az **6. Ábra** mutatja.



FALEP a LEM 3 laboratóriumban

6. Ábra Intenzív képlékenyalakító eljárások

A FALEP eljárásnál az alakítás mértékének kifejezésére bevezettek egy új, tiszta nyírást feltételező mérőszámot (γ) melyet az **(5)** egyenlet szemléltet [21],

$$\gamma = p/c + c/p \quad (5)$$

ahol p a bemenő és c a kimenő vastagság. Ebben az esetben egy 20 mm kiinduló vastagságú és 2 mm kijövő vastagságú minta $\gamma = 10.1$ -es nyíró alakváltozást kapott.

Amennyiben szeretnénk szemléltetni a hengerlés és az intenzív képlékenyalakítás közötti jelentős eltérést, szükséges bemutatni, hogy mennyivel nagyobb alakváltozás érhető el a munkadarabban az utóbbi módszerrel. A munkadarab h_0 kezdeti vastagságából kiindulva és a hengerelt lemez h vastagságához érve a hengerléssel az alábbi egyenértékű alakváltozás – amely a térfogatállandóságot és a Huber-Mises-Hencky alakváltozási tenzor nyírási komponenseinek figyelembe veszi, e (-) a következő **(6)**:

$$e = \left(\frac{2}{\sqrt{3}} \right) \cdot \ln \left(\frac{h_0}{h} \right) \quad (6)$$

míg a FALEP eljárás esetében, tiszta nyírást feltételezve az ekvivalens alakváltozás az alábbi összefüggéssel írható le **(7)**:

$$e = \left(\frac{\frac{h_0}{h} + \frac{h}{h_0}}{\sqrt{3}} \right) \quad (7)$$

Az intenzív képlékenyalakítási eljárások során az ultrafinom szemcsés szerkezetet eléréséhez kb. $e=6$ egyenértékű alakváltozás szükséges, amit, ha redukcióra, azaz h_0/h -ra átszámolunk, FALEP esetén 10-es értéket kapunk. Hengerlés esetén az ultrafinom szemcsés szerkezet 30-as redukció esetén sem érhető el, ilyen nagymértékű alakváltozás eléréséhez 181-es mértékű redukcióra lenne szükség.

A bevezetett mérőszámok **(3-4 és 6-7)** és alakítási technológiák összehasonlítására bemutatok egy konkrét példát. A hagyományos alakváltozási mérőszámok redukcióra vonatkoztatott mérőszámok, így a h_0 és h megadásával nem tudunk különbséget tenni a deformáció mértékére **(3)** és **(4)**, viszont az egyenértékű alakváltozás formuláit alkalmazva már igen **(6)**, **(7)**. Tegyük fel, hogy a kiinduló lemez vastagságunk $h_0=20$ mm és a végvastagságunk $h=2$ mm. Az egyik esetben a végvastagságot hengerléssel érjük el, a másik esetben FALEP alkalmazásával.

1. Táblázat Alakító eljárások összehasonlítása, alakváltozási mérőszámokkal

Alakító eljárás	h_0 (mm)	h (mm)	ε (%)	φ (-)	h_0/h	e (-)
Hengerlés	20	2	90	2.30	10	2.66
FALEP	20	2	90	2.30	10	10.06

A 1. Táblázat. alapján megfigyelhető, hogy bár mindkét esetben 90%-os alakváltozásról, vagy 10-es redukcióról beszélünk, valójában egyenértékű alakváltozás tekintetében jelentős (3.78-szeres) különbség van az alakváltozás méretében az adott technológiák között.

2.4 A vizsgálat során alkalmazott finomszerkezetvizsgáló módszerek

2.4.1 Pásztázó elektronmikroszkópia (SEM)

SEM vizsgálat során a minta felületét egy fókuszált elektronnyalábbal pásztázzuk. Az elektronnyaláb kölcsönhatásba lép a vizsgált anyag atomjaival, melynek eredményeként a vizsgált anyag felületéről képet alkothatunk vagy akár kémiai összetételét is meghatározhatjuk, ha a kölcsönhatásból kapott karakterisztikus röntgen jelet hullámhossz, vagy ami a gyakoribb energia szerint szétválogatjuk. A képképzéshez az elektronnyaláb és a vizsgált anyag kölcsönhatásából keletkezett szekunder vagy visszaszórt elektronokat használhatjuk fel. A dolgozat elkészítése során visszaszórt elektronmikroszkópi felvételeket készítettem a saját mintáimról. A visszaszóródás mértéke a kölcsönhatásban résztvevő anyag rendszámától függ. Minél nagyobb a rendszám, a visszaszórt intenzitás annál nagyobb lesz, így a nagyobb rendszámú részek világosabbak lesznek a monitoron, vagyis rendszámkontrasztot fogunk kapni. A szekunder elektronok kisebb energiájú elektronok, és a detektorba jutásuk ezért függ a helyzetüktől más néven a minta topográfiájától. Ezért ezek alkalmasak lesznek topográfiai kontraszt létrehozására [24]. A modern mikroszkópok még számos egyéb kölcsönhatási formát is kihasználnak, mint például a visszaszórt elektronok diffrakciója (EBSD). Vagy ami még érdekesebb a mikroszkópban nem csak elektron, de ion nyaláb is lehetséges, mint ahogy az általunk használt mikroszkópban is Xe nyaláb is van, de ezen alkalmazásokat jelen kutatómunkában nem használtam így ezek ismertetésétől eltekintek.

2.4.2 Számítógépi képelemzés

A számítógépi képfeldolgozás során a képek olyan típusú átalakítását végezzük el, amikor a lényeges információkat a lényegtelenektől különválasztjuk. Ezt követően az így nyert képeket számszerűen jellemezzük. A klasszikus számítógépi képelemzés a következő lépésekből áll [25]:

1. **A képek rögzítése:** Jelen kutatómunkában elektronmikroszkópos felvételeket készítettünk. Az így kapott képet különböző szűrkeségi szintek alkotják, esetemben ez az érték 256.
2. **Szegmentálás:** Más néven detektálás, amely során kijelöljük azokat a részeket, amelyeket figyelembe kívánunk venni és a többi részt elhanyagoljuk. Három eset lehetséges, egy adott szűrkeségi szint alatt vagy szint felett megtartani a képpontokat, vagy két érték közé esőket megtartani. A detektálást követően már nincsenek szűrkeségi szintek, az egyes képpontok 0 vagy 1 értéket vesznek fel, a szerint, hogy megtartani vagy elvetni akarjuk őket. Itt számos műveleti eljárás segítheti ezt a folyamatot, ami jelentősen függ a képelemzést végző személy szubjektivitásától.
3. **Bináris képek átalakítása:** Ebben a lépésben szintén a hibákat próbáljuk kiküszöbölni különböző eljárásokkal.
4. **Mérés végrehajtása:** A mérések a vizsgálat jellegéből adódóan nagyon sokfélék lehetnek. A leggyakoribb objektumok jellemző méretének és alakjellemzőinek a meghatározása, mint például a hossza, a befoglaló mérete, a legnagyobb átmérője (Feret átmérő), a területe, a terület az aránya stb.
5. **Eredmények értékelése:** A sztereológia tudományának az alapja, hogy a két dimenzióban meghatározott paraméterek hogyan jellemzik az objektumot három dimenzióban. A számítógépi képelemzést felhasználó barát szoftverek segítik, kiértékeléseim során szintén egy ilyen - CProb elnevezésű - szoftverrel dolgoztam [26].

2.4.3 Röntgendiffrakció

Röntgendiffrakciós vizsgálat során a karakterisztikus röntgennyaláb és a vizsgált anyag között fellépő kölcsönhatások közül a szóródást használjuk ki, melynek alapegyenlete **(8)** Bragg nevéhez fűződik, miszerint:

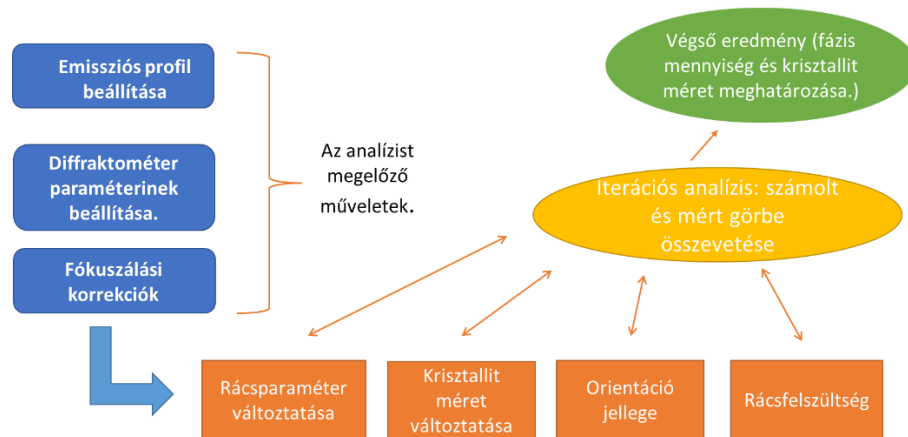
$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (8)$$

ahol n pozitív egész szám, λ - a beeső karakterisztikus röntgen nyaláb hullámhossza, d a vizsgált kristályos fázis valamely (hkl) Miller index síksorozatának a rácstávolsága, θ - a röntgennyaláb beesési szöge.

A röntgendiffrakciós vizsgálat során változtatjuk a θ beesési szöget és mindeközben detektáljuk a diffraktált jelet. A kapott jel vagy más néven az interferencia függvény egy adott kristályos fázis névjegye. A névjegy legfőbb jellemzői a diffraktált maximumok helye a térben, a kapott jel intenzitása, a kapott jel intenzitás aránya a többi jelhez képest. Az interferencia függvény alakja szintén nagyon sok fázisjellemző információt hordoz. A szélesedés mértéke függ a berendezés paraméterétől és a vizsgált anyagunk rácsának tökéletességétől. Minél több rácshibát tartalmaz a vizsgált fázis, az interferencia függvény lesz annál szélesebb. Ebből következik a röntgendiffrakció nagyon nagy előnye, hogy ha detektálni tudjuk az interferencia függvényben bekövetkező változásokat akkor következtetni tudunk az vizsgált mintánkban bekövetkező változásokra. A röntgendiffrakciót ezért a következő problémákra szoktuk alkalmazni:

- minőségi fázisanalízis- mikor az ismeretlen fázisösszetevőket határozzuk meg,
- mennyi fázisanalízis- amikor ismerjük az összetevőket csak a mennyiségüket nem
- kristálytani textúra-amikor a kristallitok véletlenszerűtől való eltérését mérjük meg
- maradó feszültség vizsgálat- amikor valamely külső hatás megszűnése után maradt rácstorzulásokat határozzuk meg.
- profil analízis- amikor a rácshibák szemcseméret hatásait vizsgáljuk.

Mivel a fent leírt jelenségeknek az interferencia függvényre kifejtett hatását jól ismert összefüggések adják meg, ezért kézenfekvő, hogy egy adott hatás alatt lévő kristályos fázis interferencia függvénye ki is számolható. Ezen az elven alapul az ún. Rietveld analízis, melynek lényege, hogy egy ismert fázis keverékre, matematikailag előállítjuk az interferencia függvényt és azt összevetjük a mért eredményekkel. A számítás során a matematikai függvény paramétereit, addig változtatjuk míg a legjobb egyezést érjük el a mért görbével. A legjobb illesztés során alkalmazott paraméterek számos információt tartalmaznak a fázisok kristálytani jellemzőiről, de amit a jelen kutatás keretében alkalmaztunk, tartalmazzák a fázisarányt is. Meg kell jegyezni, hogy a jó illesztés eléréséhez nagyon sok tapasztalatra van szükség, mivel sok paraméter változtatható és azok változtatása egymásra is hat. A kutatómunka során alkalmazott Rietveld analízis menetét a **7. Ábra** mutatja [27].



7. Ábra A Rietveld analízis menete [27]

2.4.4 Keménységmérés

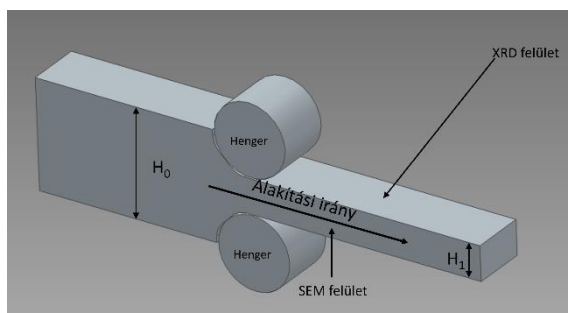
Egy szövetszerkezetben bekövetkező változásokra a keménységi mérőszámok nagyon érzékenyen reagálnak. Sokfajta keménység vizsgálat létezik, mindegyike valamilyen nagy keménységű szerszám benyomódása ellen kifejtett hatást jellemez. Keménység méréskor fontos a jól megválasztott terhelő erő, a terhelő szerszám alakja, mérete anyaga. Jelen kutatómunkában a Vickers módszert választottuk, ahol a terhelő szerszám egy szabványos gyémánt gúla. A keménységi mérőszám a terhelő erő és a gúla által létrehozott nyom felületének hányadosa.

3 KÍSÉRLETI KÖRÜLMÉNYEK

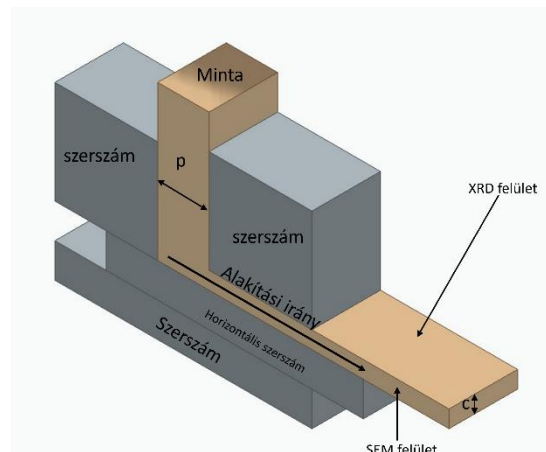
A kutatómunkám során szerettem volna megvizsgálni, hogy milyen hatással vannak az egyes alakítási eljárások a kiválásképződésre. A kísérleti munkám folyamán ezért két Nb-Ti mintát alakítottam, egyik esetben hengerléssel, míg másik esetben FALEP berendezéssel, intenzíven képlékenyen alakítással értem el a végvastagságot. Mindkét esetben a vastagságcsökkenés tekintetében $\epsilon=90\%$ -os hidegalakítást végeztem és az alakításokat követően mindkét módszerrel alakított mintát megegyező (hőmérséklet, hőntartási idő) pereméterekkel hőkezelttem.

A kísérletek során 20 mm vastagságú Nb-Ti ötvözetet hidegen hengereltünk, több szúrásban 2 mm végvastagságig az Intézetünkben működő Von Roll hengerállványon. A hengerlés során $\epsilon=90\%$ -os vastagság csökkenést értem el, ami ekvivalens alakváltozás tekintetében $e=2.66$ volt. A reverzáló hengerlés során 220 mm átmérőjű munkahengereket használtunk duó üzemmódban, a hengerlési sebesség 30 m/perc volt.

Szintén 20 mm kiinduló vastagságú Nb-Ti ötvözetből a Metzben lévő FALEP berendezésben egy lépésben 2 mm végvastagságú lemezt állítottunk elő, ami redukciót tekintve ugyan $\epsilon=90\%$ -os vastagságcsökkenés tekintetében alakváltozást jelent, de az elméleti áttekintésben bemutatottak alapján az ekvivalens alakváltozásban $e=10$ -es értéket értem így el. Az alakító módszerek sematikus rajzát **8. Ábra** mutatja. Az árában az XRD és SEM vizsgálatok mérési felületei feltüntetésre kerültek. Az alakított lemezekről készült makró felvételeket a **9. Ábra** mutatja.

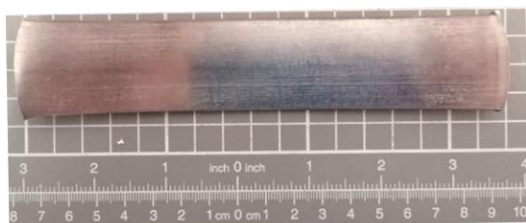


Hengerlés

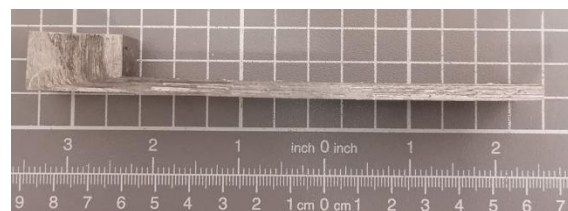


FALEP

8. Ábra A Hengerlés és FALEP sematikus ábrája a vizsgált felületekkel



Hengerelt lemez

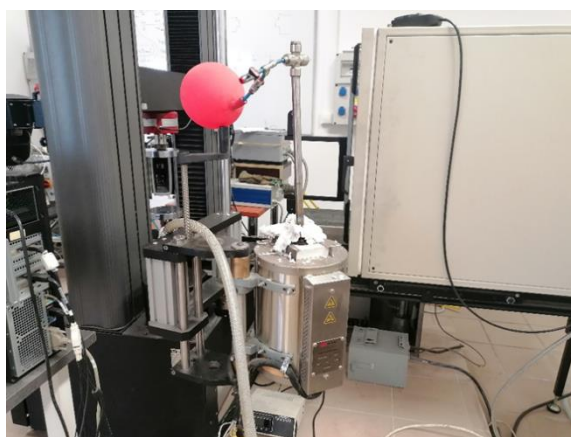


FALEP lemez

9. Ábra A különböző módon alakított lemezek

Az eltérő módszerekkel alakított lemezekből próbatesteket vágunk ki, majd a próbatesteket a Fémteni, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézetben található, saját építésű, védőgázos hőkezelő

rendszerben, 375°C-on, különböző ideig hőkezeltük. A mintadarabokat egy zárható acélcsőbe helyeztük, a rendszert vákuum alá helyeztük, majd többszöri argon gázzal történő öblítést követően feltöltöttük az argon védőgázzal. A lezárt csövet egy ellenállásfűtésű kemencébe helyeztük, ahol a hevítéseket elvégeztük. Ezt a folyamatot azért kellett megtenni, hogy a minta ne oxidálódjon el. Az argon atmoszférát a hőkezelés ideje alatt végig fenntartottuk, a nyomás változását egy lufi kompenzálta. A hőkezelési idő végén az acél kapszulát a kemencéből kivettük és a darabokat levegőn hűtöttük. Minden esetben 375°C-on 0.5, 1, 3, 6 és 12 órás hőntartást alkalmaztam. A vizsgálati összeállítást a **9. Ábra** mutatja. A próbatestek jelölését a **2. Táblázat** mutatja, a hengerelt minták „H” jelöléssel, míg a FALEP-pel alakított minta „F” jelöléssel láttam el, a betűk utáni számértékek a hőntartás idejét jelölik (H0-H12 és F0-F12).



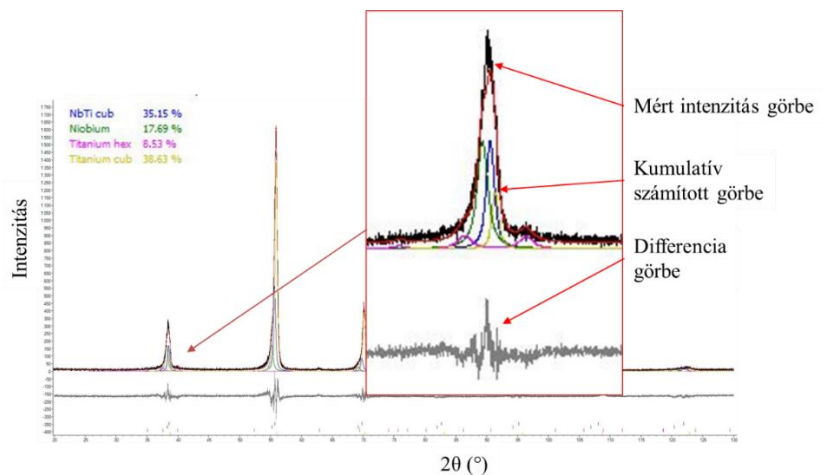
10. Ábra A hőkezeléshez használt saját építésű berendezés

2. Táblázat Az alkalmazott mintajelölések

Alakítás típusa	FALEP	Hengerlés
Százalékos vastagság csökkenés	90%	90%
Ekvivalens alakváltozás	10.06	2.66
Hőkezelés hőmérséklete	375°C	375°C
Hőkezelési idő	FALEP minták jelölése	Hengerelt minták jelölése
0 óra	F0	H0
0.5 óra	F0.5	H0.5
1 óra	F1	H1
3 óra	F3	H3
6 óra	F5	H5
12 óra	F12	H12

A hőkezelést követően a mintákat előkészítettük a különböző vizsgálatokra. Az XRD vizsgálat során minden minta egy síkköszörűs egyengetésen esett át. Mindegyik minta alakítási irányban, nagyobb felülettel felfelé (8. Ábra) műgyantába ágyaztuk be. A röntgendiffrakciós felvételeket a 3D Laboratóriumban található Bruker D8 Advance típusú berendezéssel, Cu K α sugárzással (40 kV és 40 mA generátor beállítással) végeztük, Göbel tükör alkalmazásával 30-130°(2 θ) között, 0.005 °(2 θ) lépésközzel és 0.20s gyűjtési idővel, Bragg-Bretano geometriában.

A felvétel elkészítése után a fázisazonosítás a Bruker EVA 5.0 szoftverrel és PDF2 adatbázis használatával történt, a Rietveld analízis Bruker TOPAS 6.0 szoftver segítségével hajtottuk végre. Példaként látható egy diffraktogrammon (**11. Ábra**) a mért (fekete színű) a kumulatív számított (piros színű) és a differencia görbe (szürke színű) látható. A kumulatív görbe a kiválasztott fázisok, különböző színű görbék összegeként áll elő.

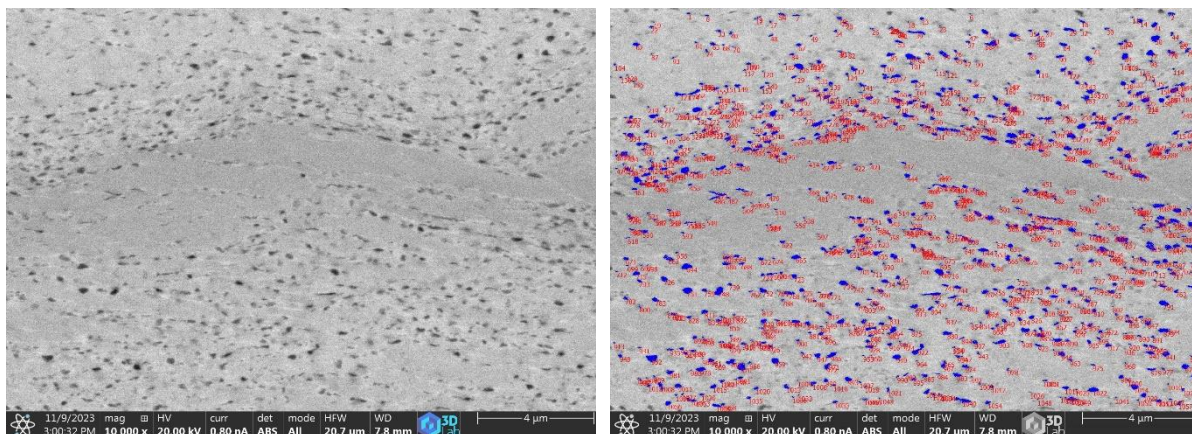


11. Ábra A Rietveld analízis eredményének egy példán keresztüli bemutatása. Mért görbét fekete színnel, a kumulatív számított görbét piros színnel, ami az egyes fázisok saját görbéiből (kék, zöld, lila, sárga) tevődik össze és a szürke differencia görbét szemlélteti

A röntgendiffrakciós vizsgálatról visszakapott mintákat kivettük a gyantából, majd újra beágyaztuk a 8. Ábra szerinti oldallal, a SEM vizsgálathoz a korábbiaknak megfelelő módon. Az XRD vizsgálatok után a mintákat hengerlési iránnyal párhuzamosan kettévágtam, hogy az alakítási iránynak megfelelő felvételeket tudjunk készíteni. A mintákat kézi csiszolással négy fokozatú csiszolópapíron csiszoltuk majd políroztuk, kémiai maratást nem alkalmaztunk.

A SEM vizsgálatot a 3D laboratóriumban található Thermo Scientific Helios G4 PFIB-SEM elektronmikroszkópon végeztük. Minden hosszmetzeti mintán a vastagság függvényében 3-3-3-felvételt készítettünk, a minta tetejéről, középről és az aljáról különböző nagyításokban. A gyorsító feszültség minden esetben 20 kV volt. A felvételek visszaszórt elektron detektor (ABS) használatával történtek. Ezen kívül a mintákról készült elemtérkép is 10.000x-es nagyításban.

A SEM felvételeket ezt követően CProb szoftver segítségével kvantitatív módon is kiértékeltem. A kiértékelés menetét mutatja a **12. Ábra**. A kiértékelést a 10000x-es nagyítású felvételeken készítettük végeztem, mivel ebben a nagyításban képes még a program a megfelelő objektumokat megfelelően felismerni. Első lépésként a mérőkeret kijelölése és a skálázás végeztem el, ami jelen esetben a 37 nm egyenlő egyképponttal. A megfelelő szűrkeségi szint beállítása után a mátrix (NbTi szilárdoldat) és a második fázis (α -Ti kiválások) területe elkülöníthetővé vált. Az így elkülönített második fázis pontjait felcímkéztem. A program a felcímkézett adatok és a mérőkeret felhasználásával számol területhányadot és Feret átmérőt, mint a legnagyobb átmérőt. A program sajátossága, hogy a 4 képpontnál kisebb szegmentált területet nem tudja értelmezni. A mérés során használt 0-255-ös szűrkeségi skálán minden esetben 148-es szűrkeségi szintet alkalmaztam. A területhányad meghatározása során a végső területhányad értéket a minták tetejénél, közepénél és aljánál készült felvételek kiértékelését követően a három eredmény átlagaként adtam meg.



SEM kép

szegmentált kép a mért objektumokkal jelölve
„felcímkézve”

12. Ábra A számítógépi képelemzés két jellemző felvétele a CProb szoftverrel

A keménységvizsgálatot a hosszszetszeti csiszolatokon végeztem, szintén az intézetben, Instron Tukon 2100 B típusú keménységmérő berendezéssel. A vizsgálat során az alkalmazott terhelőerő 0.1 kg volt, a terhelés ideje 10 másodperc. A mérés során minden csiszolaton random 10 mérést végeztem, a mérést követően az eredményeket átlagoltam.

4 EREDMÉNYEK

4.1 SEM felvételek

Minden mintáról készítettünk sem felvételeket különböző helyről, különböző nagyításban. A különböző nagyítású képeknek eltérő az információ tartalma. Vizsgáltuk a kiválások megjelenési helyét, eloszlását, méretét, alakját. Egy átfogó képet mutatnak a FALEP és a hengerelt különböző állapotú minták hosszszetszetének széleiről és közepéről készült felvételeket 10 000 szerez nagyításban az **1. Melléklet-12. Mellékletek**. Minden egyes pozícióban 3 db felvétel készült. Az α Ti kiválások a SEM felvételeken sötétebb színnel (fekete objektumok) jelennek meg. A kiinduló minta minden esetben kiválás mentesnek tekinthető ebben a felbontásban. A jelentősebb eredményeket itt a dolgozattörzs részében kiemelem.

A **13. Ábra** egy-egy példát mutat SEM képen történt méret meghatározása során. A legrövidebb idejű hőkezelés hatására megjelenő kiválások mérete jellemzően 100-200 nm-es tartományba esnek, vagyis nagyon aprók.

A **14. Ábra** a hengerelt, míg a **15. Ábra** a FELEP minta közepéről készült felvételeket mutatja a hőkezelési idő növekedése függvényében. Jól megfigyelhető, hogy a kiválások mindkét alakítási esetén már a 0,5 órás hőkezelés hatására megjelennek. Az is egyértelműen látszik, hogy a hőkezelési idő növekedésével a kiválások mennyisége és méretük a hőntartási idő emelésével folyamatosan nő.

A pásztázó elektronmikroszkópi vizsgálatok során megfigyeltük, hogy egy adott állapot esetében a kiválások megjelenése a hosszszetszet mentén nem homogén. Hengerelt mintánál jellemzően a közép pozícióban kevesebb volt a kiválások mennyisége, mint a lemez tetején és alján. Ezt a jelenséget feltehetően a hengerlés sajátosságából fakadó felületi nyíró igénybevétel okozza. A FALEP mintánál

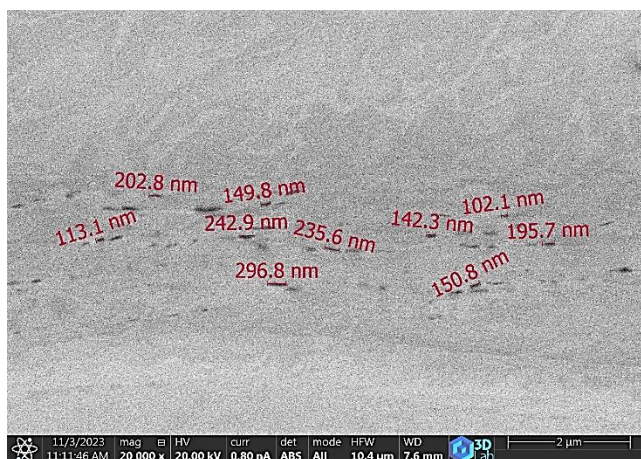
viszont a lemez alján volt jellemzően a legtöbb kiválás, mivel az alakítás során a lemez aljában történik a legnagyobb nyírás. Erre mutatnak példát a 6 órát hőkezelt minták, melyet a **16. Ábra** szemléltet.

Amikor a kiválások kisebb mennyiségben vannak jelen szembetűnő, hogy azok az alakítás irányával párhuzamos sávokban helyezkednek el. A kiválás nélküli alapanyag is - a visszaszórt elektronmikroszkópi felvételen - különböző színárnyalatú sávok szerkezetet mutat. Ennek a megfejtésére elemterképezést végeztünk egy ilyen zóna környezetében. Az eredményt a **17. Ábra** mutatja, a titán megjelenését a kék szín jelzi. Megállapítható egyértelműen, hogy a mintákban titán dúsulási zónák jelentek meg, melyek a kiválások megjelenését segítik. A kiválások a dúsulási helyektől függetlenül is megjelennek, gyakran a sorokba rendeződve. Ez a jelenség bizonyára nem független az anyagban létrejövő alakítási és nyírési sávoktól. A kiválások alakja gyakran az alakítás irányában nyújtott (ellipszoid alakú) úgy, hogy a kiválások már alakítást követően jöttek létre. Ez alapján egyértelmű, hogy az alakított szerkezet jellege (elnyújtott szemcsék és hármaspontok) határozza meg a kiválások morfológiáját is. A nyújtott morfológiájú kiválások főleg a hengerelt darab esetén jellemzőbbek. A FALEP minta esetében a kiválások inkább poligonálisak, erre mutat példát 20000x-es nagyítású felvétel, melyet a **18. Ábra** mutat.

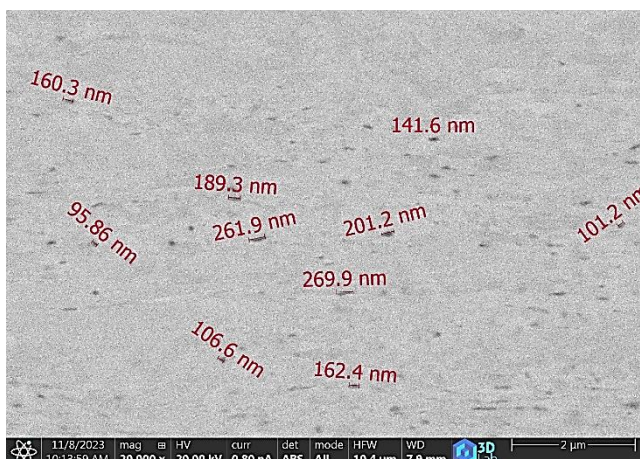
A felvételek áttanulmányozása során számos megfigyelést tettem, ám ezek inkább a kiválások morfológiára és a mennyiségük alakulásának jellegére utaló megállapítások. Most vizsgáljuk meg, hogy a szemünk által nyert benyomásokat a számszerű mérési eredmények igazolják-e?

A **19. Ábra** a FALEP, míg **20. Ábra** a hengerelt mintákon mért α -Ti területhányad értékeket mutatja a mintán belüli hely és a hőkezelési idő függvényében. A **21. Ábra** az egyes minták átlagértékeit mutatja és a kétféle alakítás hatását figyelhetjük meg a hőkezelési idő függvényében. A **22. Ábra** az időfüggés függvénykapcsolatát mutatja, ami szerint mindkét mintasorozat másodfokú polinommal illeszthető. A számszerű eredmények megerősítik a mennyiségi mikroszkópi megfigyeléseket. A FALEP minták esetében a minta alján mindig a legtöbb kiválás van jelen, míg a hengerelt mintánál, egy kivétellel középen a legkevesebb. A kiválások mennyisége a hőkezelési idővel nő, a függés másodfokú parabolikus mindkét alakítás esetében. A legtöbb kiválás a 6 órát hőkezelt minta esetében mértünk. Meglepő eredmény volt, hogy a FALEP mintában a kiválások mennyisége majd a 3x-osa volt a hengerelt mintáénak. Ezzel igazolható, hogy az intenzíven képlékenyalakított minta esetén jóval több csíráképző hely jött létre, a rendszer tárolt energiája nagyobb volt.

A kiválások méretének változását mind a mintán belüli hely (**23. Ábra**, **24. Ábra**), mind az alakítás jellege szerint vizsgáltam (**25. Ábra**). Megállapíthatjuk, hogy a hőkezelési idővel a kiválások átlagos mérete nő, mindkét alakítási módszerrel alakított mintában. A mintán belüli hely a méretre lényeges hatást nem gyakorol, továbbá méretre az alakítás jellege szintén nincs domináns hatással. A kiválások hisztogramját is megvizsgáltuk a 6 és 12 órát hőkezelt minták esetében, mindkét alakításnál (**26. Ábra**). Ebben a tartományban nem tudtunk különbséget megállapítani. A kiválások mérete jellemzően a 150-300 nm-es tartományba esik mind a négy minta esetében.

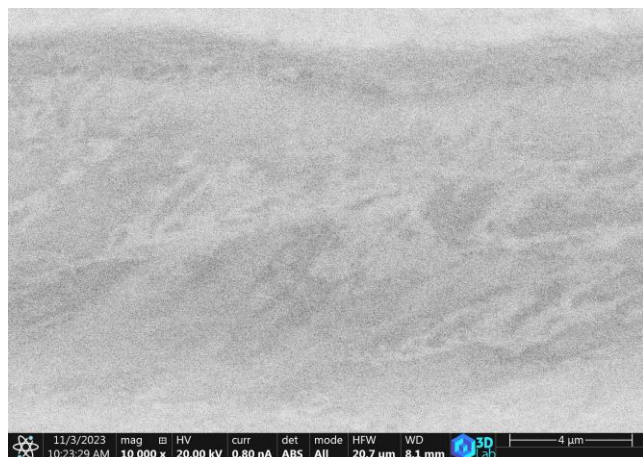


Hengerelt 0,5 órát hőkezelt minta SEM képe a kiválások méretével

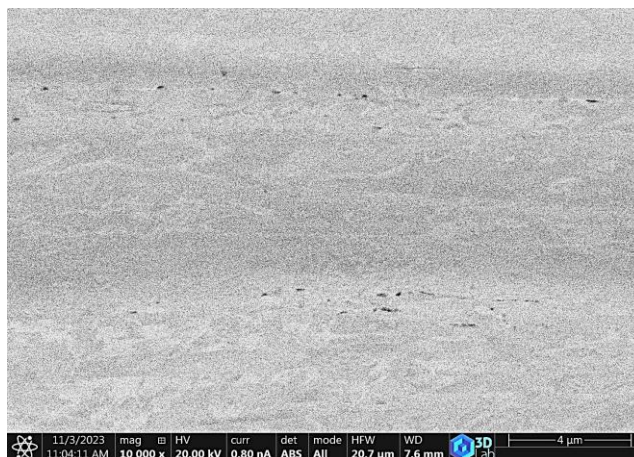


FALEP 0,5 órát hőkezelt minta SEM képe a kiválások méretével

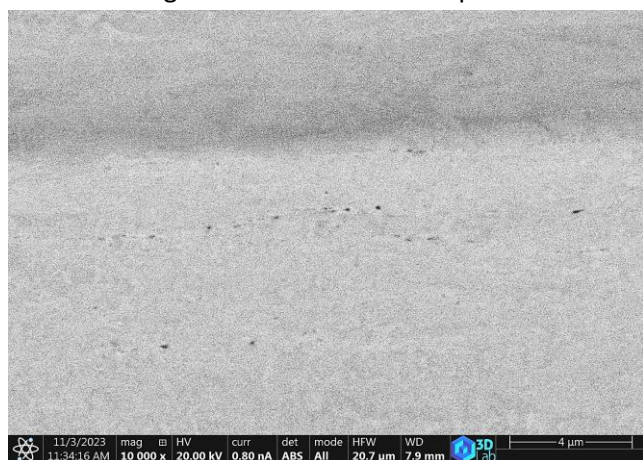
13. Ábra A hengerelt és FALEP minta 0.5 óra hőkezelést követő hosszmetsetéről, közép helyen készült SEM felvételek



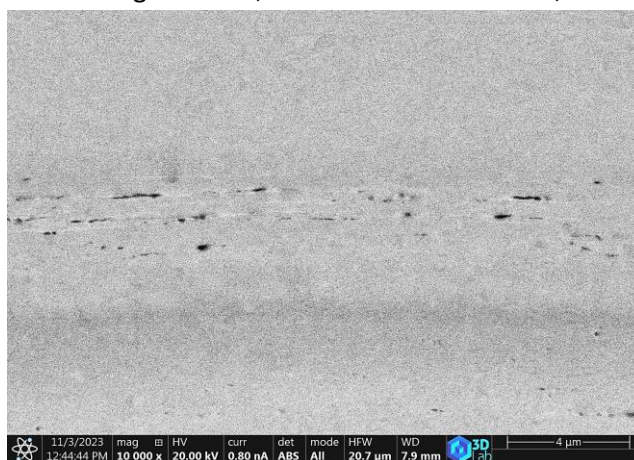
Hengerelt minta kiinduló állapot H0



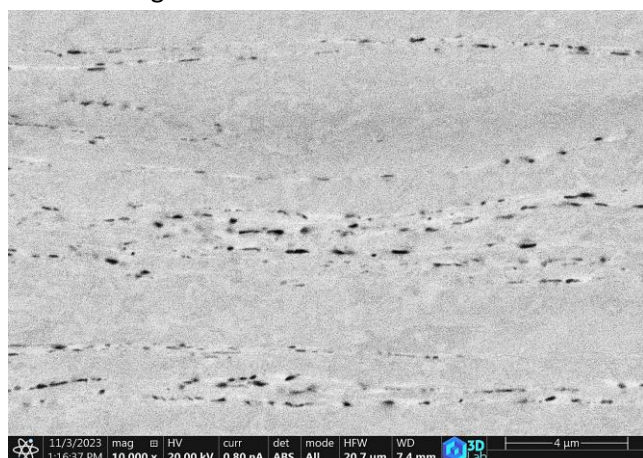
Hengerelt és 0,5 órát hőkezelt minta H0,5



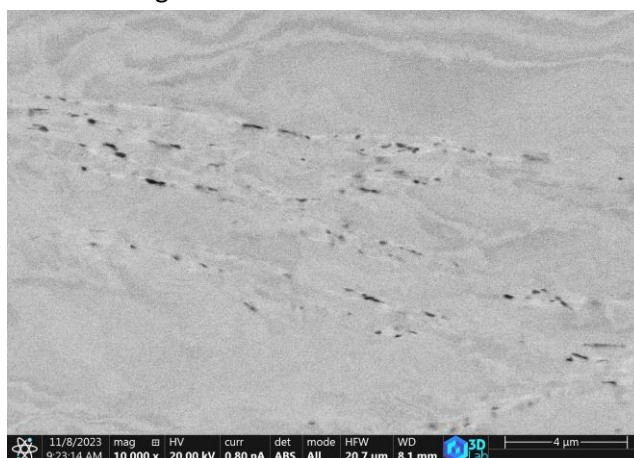
Hengerelt és 1 órát hőkezelt minta H1



Hengerelt és 3 órát hőkezelt minta H3

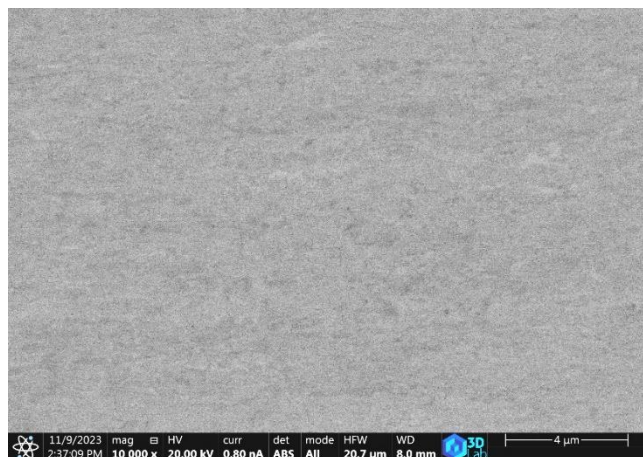


Hengerelt és 6 órát hőkezelt minta H6

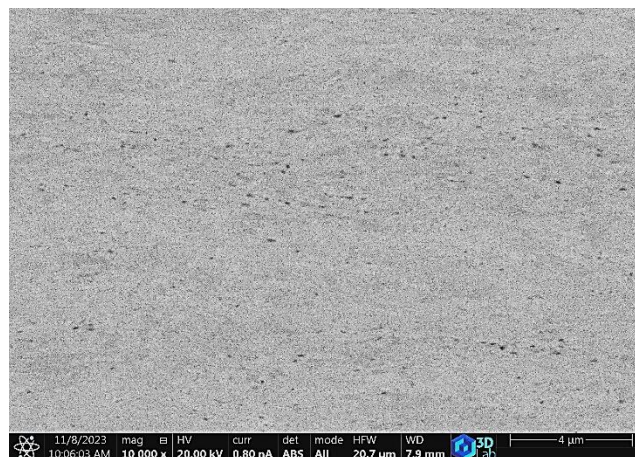


Hengerelt és 12 órát hőkezelt minta H12

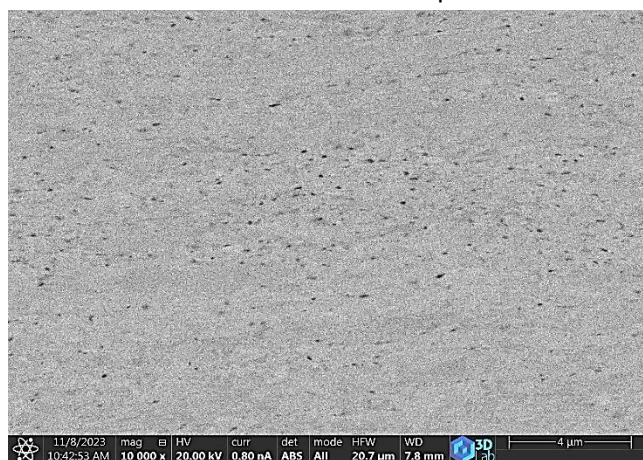
14. Ábra A hengerelt minta kiinduló és hőkezelt állapotú mintáinak hosszmetseteről, közép helyen készült SEM felvételek



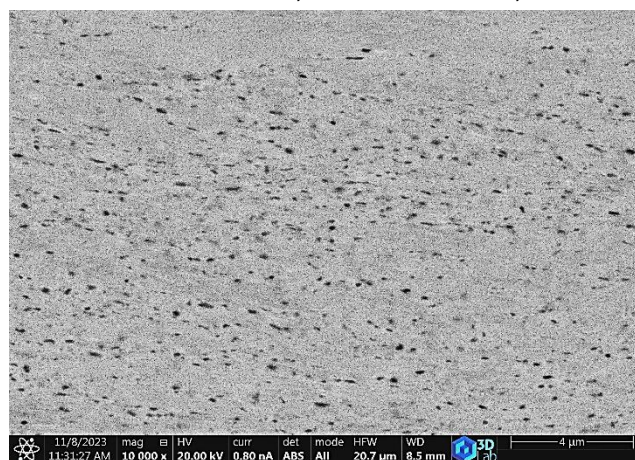
FALEP minta kiinduló állapot F0



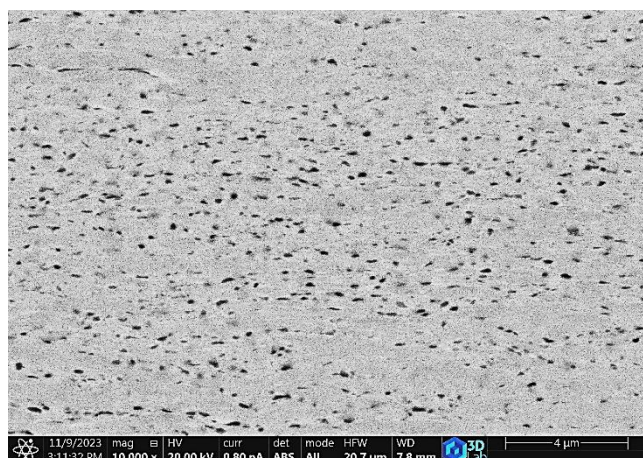
FALEP minta 0,5 órát hőkezelt F0,5



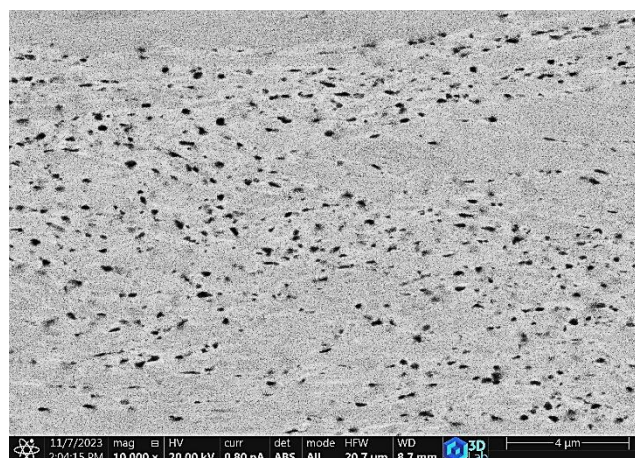
FALEP minta 1 órát hőkezelt F1



FALEP minta 3 órát hőkezelt F3

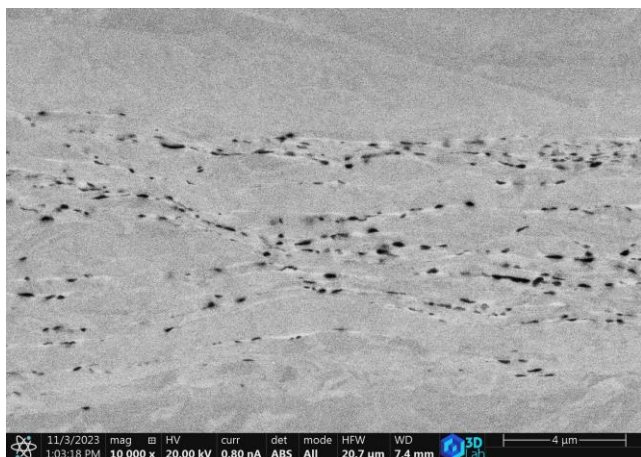


FALEP minta 6 órát hőkezelt F6

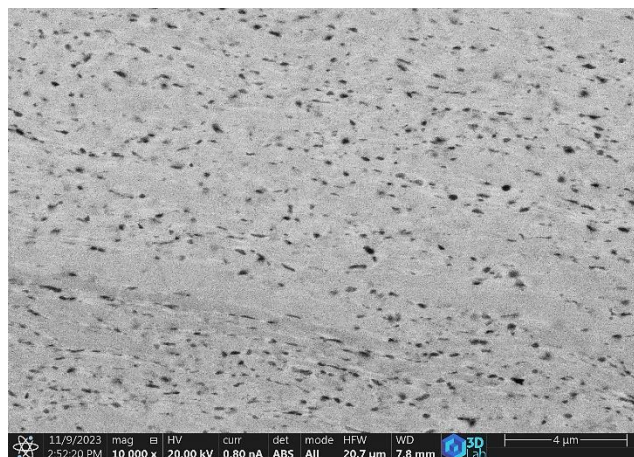


FALEP minta 12 órát hőkezelt F12

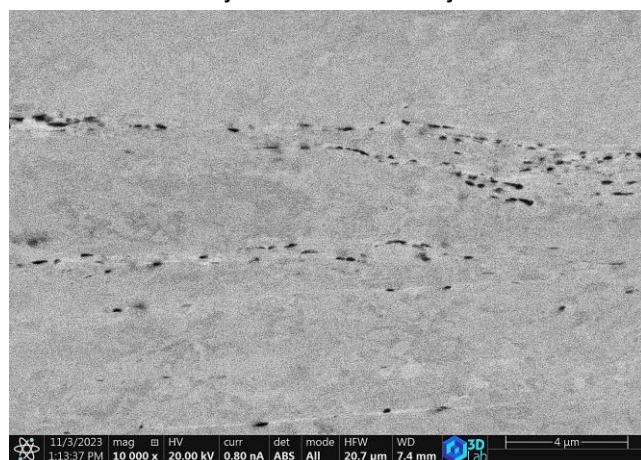
15. Ábra FALEP minta kiinduló és hőkezelt állapotú mintáinak hosszmeteszetről, közép helyen készült SEM felvételek



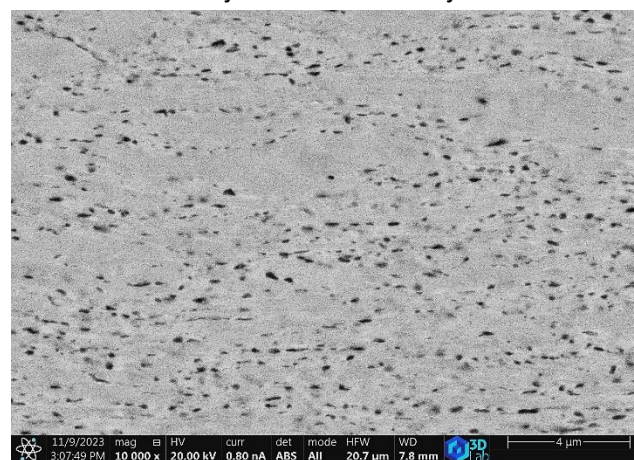
H6 jelölésű minta teteje



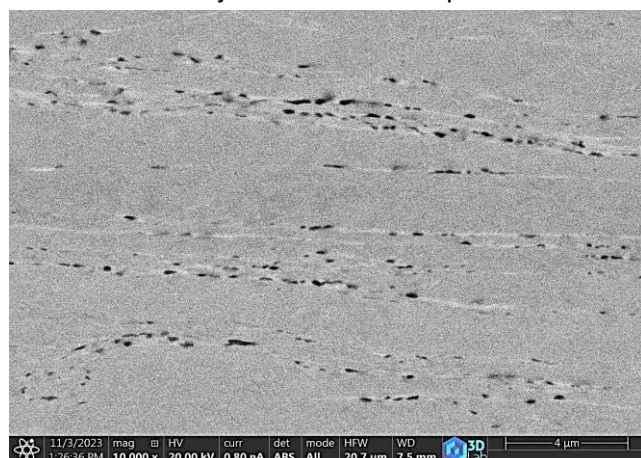
F6 jelölésű minta teteje



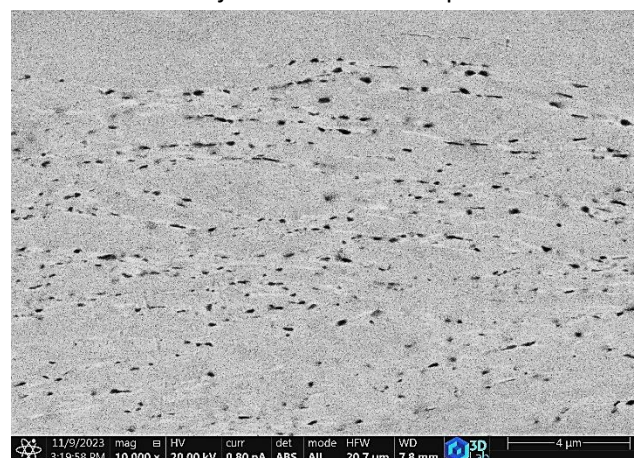
H6 jelölésű minta közepe



F6 jelölésű minta közepe



H6 jelölésű minta alja

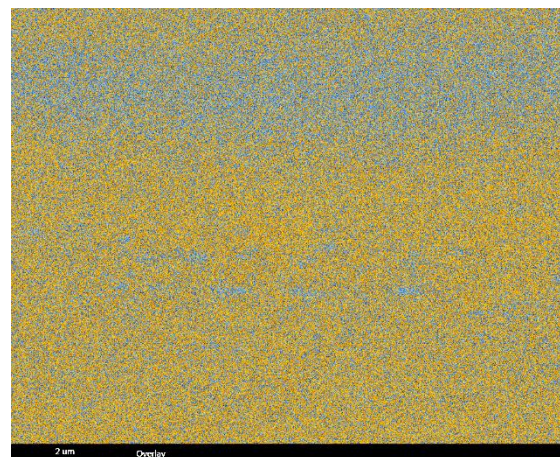


F6 jelölésű minta alja

16. Ábra FALEP (F6) és hengerelt (H6) minták 6 órás hőkezelését követő SEM felvételei a minták hosszmeteszeteinek függvényében

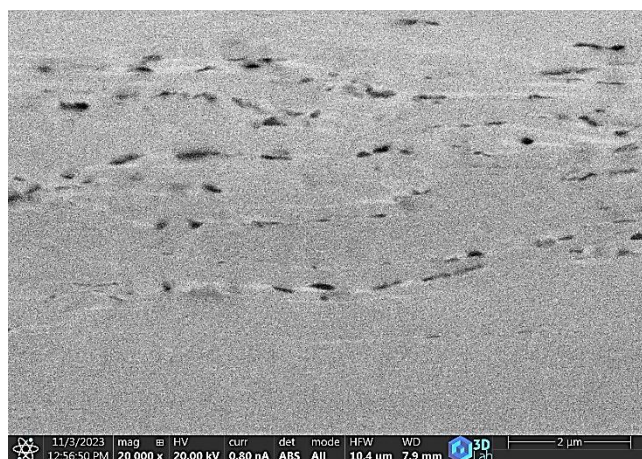


SEM kép H6 közepe

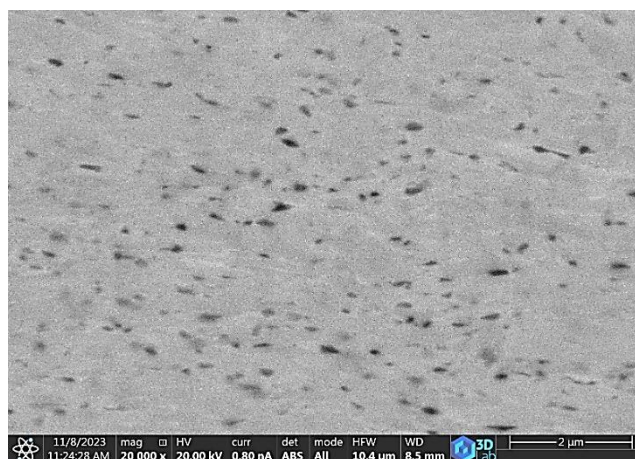


elemtérkép és SEM kép, kék Ti, sárga Nb

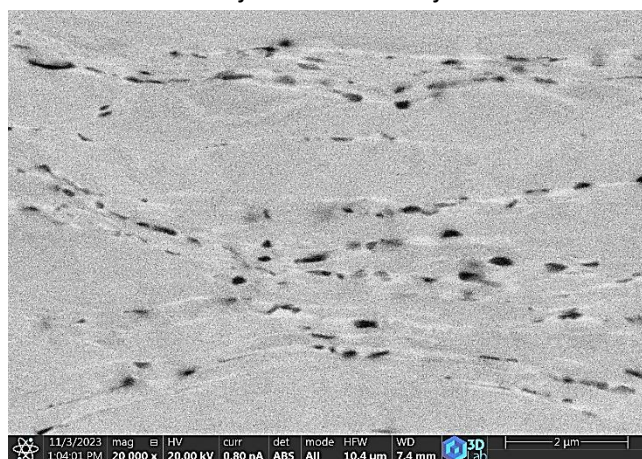
17. Ábra SEM és elemtérkép eredmények a sávos szerkezet feltárására



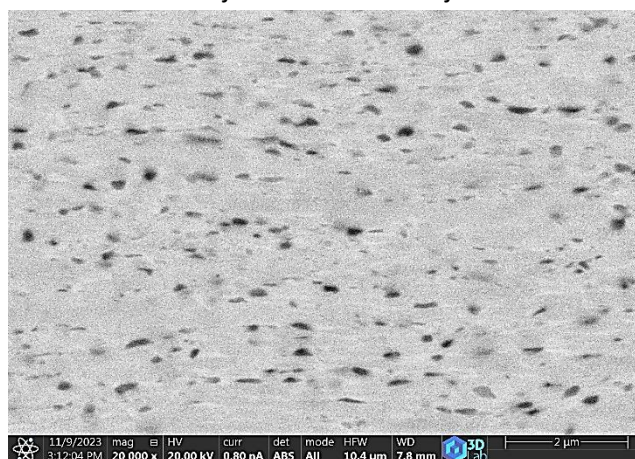
H3 jelölésű minta alja



F3 jelölésű minta teteje

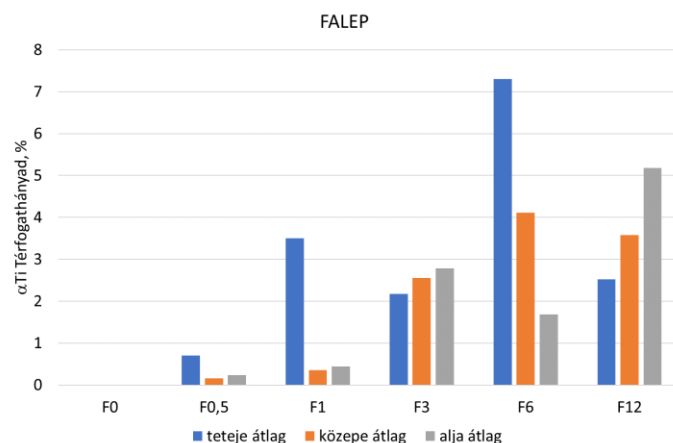


H6 jelölésű minta teteje

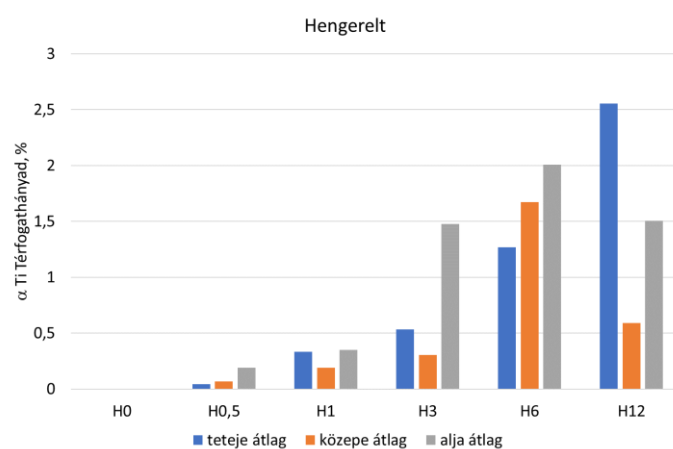


F6 jelölésű minta közepe

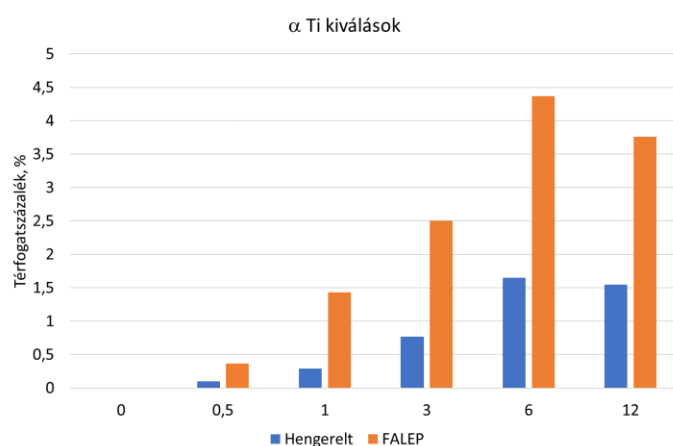
18. Ábra A kiválások morfológiájának összehasonlítása SEM felvételeken



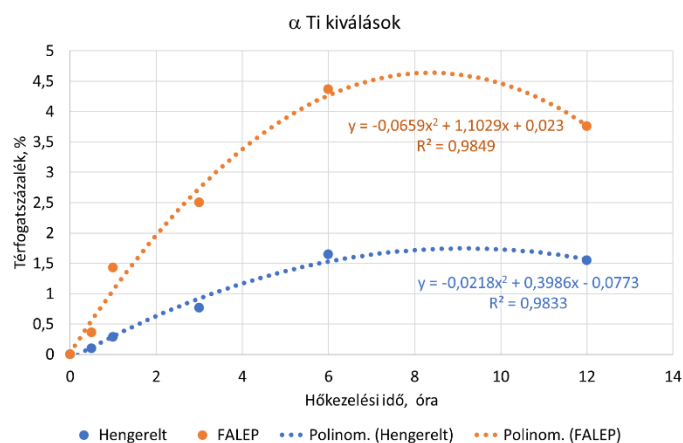
19. Ábra A kiválások képelemzéssel meghatározott mennyiségi eloszlása a FALEP minták esetében a hőkezelési idő és a hosszsz metszeti hely szerint



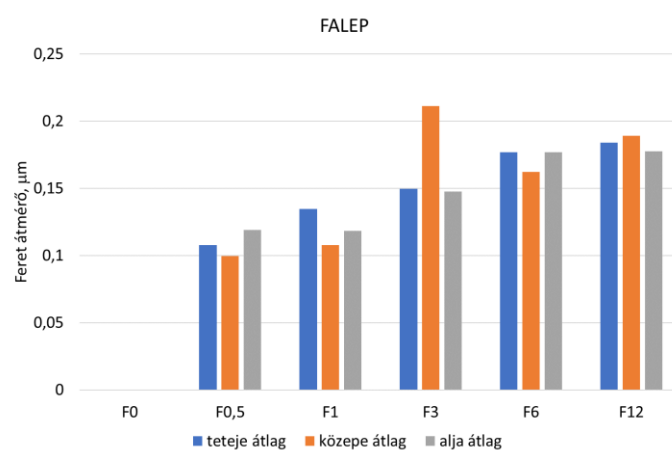
20. Ábra A kiválások képelemzéssel meghatározott mennyiségi eloszlása a hengerelt minták esetében a hőkezelési idő és a hosszsz metszeti hely szerint



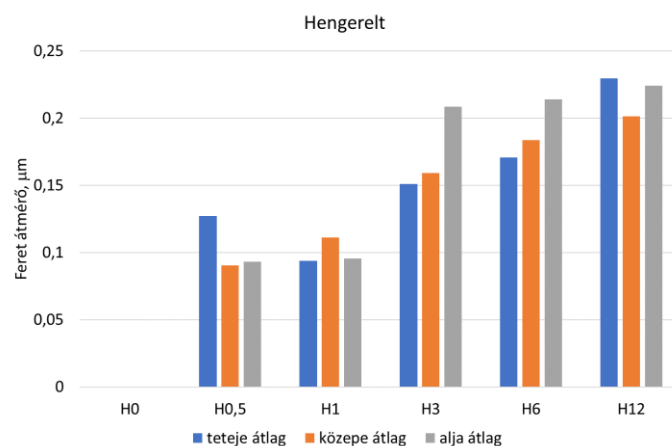
21. Ábra A kiválások képelemzéssel meghatározott mennyiségi eloszlása az alakítás jellege és a hőkezelési idő (óra) függvényében



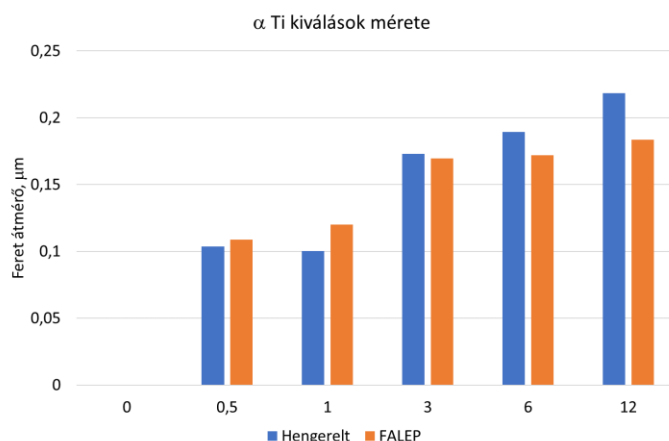
22. Ábra A kiválások képelemzéssel meghatározott mennyiségi eloszlásának függvénykapcsolata az alakítás jellege és a hőkezelési idő függvényében



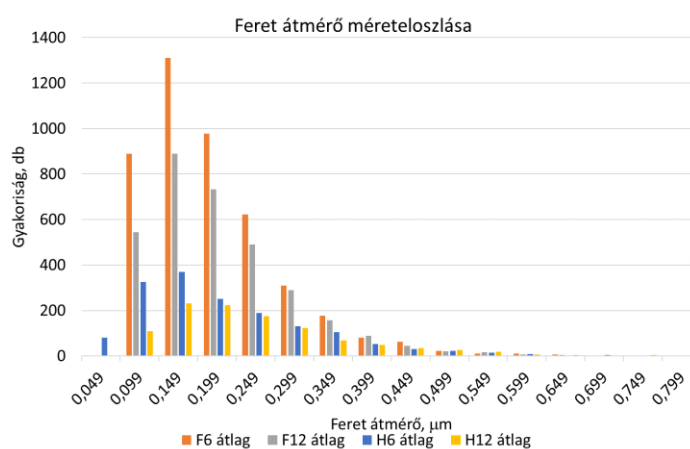
23. Ábra A kiválások képelemzéssel meghatározott mérete a FALEP minták esetében a hőkezelési idő és a hosszszetszeti hely szerint



24. Ábra A kiválások képelemzéssel meghatározott mérete a hengerelt minták esetében a hőkezelési idő és a hosszszetszeti hely szerint



25. Ábra A kiválások képelemzéssel meghatározott mérete az alakítás jellege és a hőkezelési idő (óra) függvényében

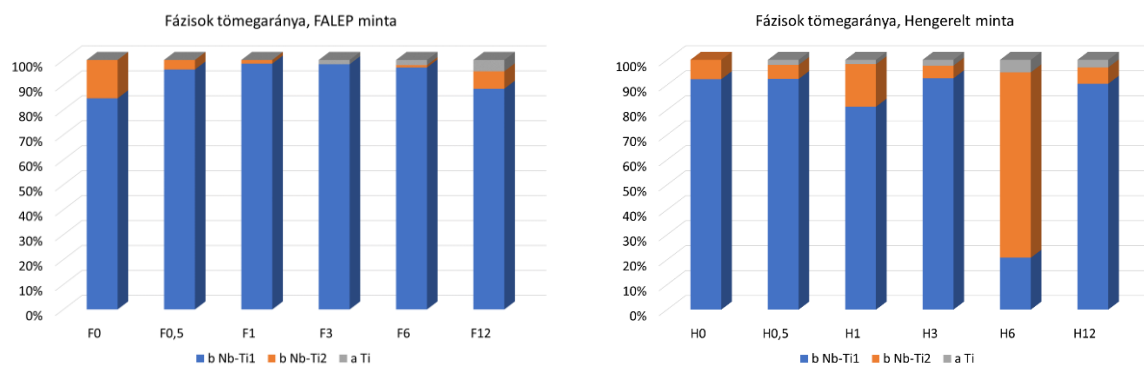


26. Ábra A kiválások képelemzéssel meghatározott méret hisztogramja az alakítás jellege szerint a 6 és 12 órát hőkezelt minták esetében

4.2 Röntgendiffrakciós fázisazonosítás és a Rietveld illesztés eredményei

A Rietveld analízist - ahogy a fentiekben leírtam - ugyanezekben mintákban, csak másik metszetein végeztük el. Az elemzés során azt tapasztaltuk, hogy a tökéletes illesztés sok esetben akkor volt elérhető, ha a β (Nb-Ti) mátrixra kétféle fázist feltételeztünk. Ennek az oka az erős hidegalakításból adódó kristálytani textúra. Ebben az esetben a kitüntetett orientációk korrekcióját nem tudjuk egy fázissal elvégezni. A két fázis között a rácsparaméterben, kristallit méretben és a kitüntetett orientációban van különbség. Az alakítási folyamatok eredményeként két frakció NbTi fázis alakul ki az anyagban. Az elemzés eredményét a **27. Ábra** és a **3. Táblázat** mutatja. A FALEP mintában csak 3 óra után volt mérhető mennyiségű α Ti kiválás szemben a hengerelt mintával, ahol már a fél órás hőkezelés eredménye is kimutatható volt. Ez az anomália feltehetően a mintaelőkészítés és a mérési hely megválasztása miatt történt. A Rietveld illesztéssel történő mennyiségi fázismeghatározás során a hengerelt mintában a 6 órás hőntartás után, míg a FALEP mintákban viszont a legtöbb kiválást a 12 órát hőkezelt minta mutatta. A Rietveld illesztés alátámasztja azt a trendet, hogy a kiválások mennyisége nő

a hőkezelési idő növelésével a mintákban. Fontos megjegyezni, hogy röntgendiffrakciós vizsgálatok során a vizsgálati hely heterogén minta esetén meghatározó, ugyanis a minta felületéhez közeli térfogatából kapunk csak információt, így az eredmények a kiválások változásának jellegét mutatják csupán jelen esetben.



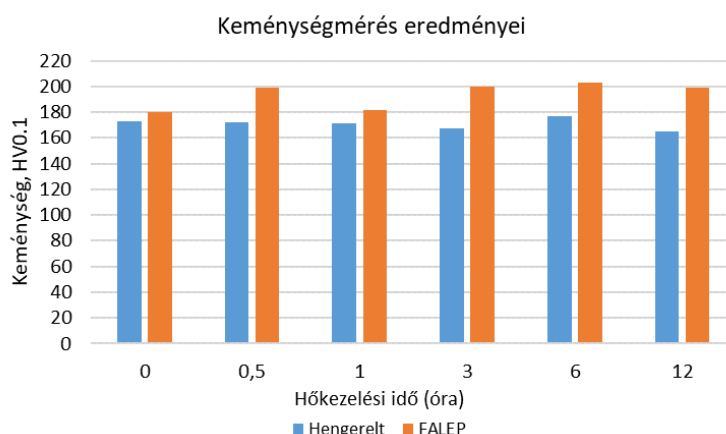
27. Ábra XRD és Rietveld módszer alapján meghatározott fázisarányok

3. Táblázat XRD- vel meghatározott fázisarányok

FALEP, w%				Hengerelt, w%			
	β (Nb-Ti)1	β (Nb-Ti)2	α Ti		β (Nb-Ti)1	β (Nb-Ti)2	α Ti
F0	84,63	15,37	0,00	H0	92,23	7,77	0,00
F0,5	96,19	3,81	0,00	H0,5	92,36	5,64	2,00
F1	98,54	1,46	0,00	H1	81,26	17,01	1,73
F3	98,29	0,00	1,71	H3	92,62	5,06	2,32
F6	97,00	0,93	2,07	H6	20,78	74,23	4,99
F12	88,47	6,99	4,54	H12	90,43	6,55	3,02

4.3 Keménységmérési eredmények

A keménységmérés eredményeit a **28. Ábra** és a **4. Táblázat** szemlélteti. A mérés során a mintha hosszszetszeti csiszolatán összesen tíz random helyet választottam ki, majd a kapott eredményeket átlagoltam. A Vickers típusú keménység mérés során 100 g terhelőerőt alkalmaztam 10 másodpercig. A Hengerelt minták esetén a keménységérték 164 HV és 176 HV között, míg a FALEP minták esetén 180 HV és 202 HV között változik. Összességében megállapítható, hogy a hengerelt minták esetén a keménységérték a hőkezelési idő nevelésével kismértékben csökken, míg a FALEP minták esetén a keménységértékek jelentősen nem változnak. Megállapítható továbbá, hogy a FALEP mintákon mért keménység értékek 10-30 HV értékkel nagyobbak, mint a hengerelt minták esetén.



28. Ábra A hengerelt és FALEP mintákon mért HV0.1 Vickers keménység átlagértékeinek bemutatása

4. Táblázat Vickers keménységmérés során meghatározott átlag keménységértékek

FALEP, HV0.1		Hengerelt, HV0.1	
F0	180	H0	172
F0,5	199	H0,5	172
F1	181	H1	171
F3	199	H3	167
F6	202	H6	176
F12	199	H12	164

5 ÖSSZEFOGLALÁS

A TDK dolgozat készítése során bevezetést nyertem a szupravezetők nagyon érdekes világába. Megismerkedtem a röntgendiffrakciós mennyiségi fázisanalízis Rietveld módszerével. Nagy élmény volt számomra, hogy igazán közel kerülhettem a nagyfelbontású pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálati eljáráshoz. Új ismeretek voltak számomra a képelemzés nyújtotta lehetőségek is és az intenzív képlékenyalakítási eljárások, mint például a FALEP. Ezen kívül betekintést nyertem a Miskolci Egyetem 3Dlabortóriumának működésébe.

A kutatómunka során hengerléssel és FALEP eljárással hidegen alakítottunk Nb53Ti47 szupravezető ötvözetet. A vastagság csökkenésre vonatkoztatott alakváltozás a két eljárásnál azonos, viszont az ekvivalens alakváltozás a FALEP mintánál több mint háromszoros volt. Az alakítást követően 375°C-on 0,5; 1; 3; 6; 12 órás hőkezeléseket végeztünk argon atmoszférában. A hőkezelések hatására a kezdetben egyfázisú ötvözetben különböző mennyiségű és méretű α Ti kiválások jöttek létre, melyek az alkalmazás szempontjából meghatározók. A kiválásokat elektronmikroszkópiával, röntgendiffrakcióval és képelemzéssel, a mechanikai tulajdonságot pedig keménységvizsgálattal jellemeztük. A kutatás eredményeként a következő megállapításokat tehetjük:

- A kiválások mennyisége a hőkezelési idő 6 óráig történő növekedésével növekszik. A képelemzés rámutatott arra is, hogy a hosszabb idő alkalmazásánál már a kiválások méretének a növekedése is történik.
- Nagyon fontos eredmény volt, hogy a FALEP alakítás hatására az intenzív képlékenyalakításból adódóan sokkal több (közel háromszoros) kiválás jelent meg. Ez köszönhető annak, hogy ennél az alakítási eljárásnál a vastagság csökkenés tiszta nyírással valósul meg, ami rendkívüli módon növeli a rácshibák számát, amelyek potenciális csíráképző helyek. Ezzel nem csak a felhasználás számára érhető el előnyösebb tulajdonság, de ezzel közvetetten bizonyítottuk a FALEP eljárás drasztikus különbségét a hengerléshez képest.
- A Rietveld analízisből származó eredmények jellegében hasonló, de mennyiségi adataiban meglepően eltérőek a képelemzésből származó eredményekkel. Ez sajnos a vizsgálat korlátja, a kiválások inhomogén volta miatt van. A jövőben a SEM eredmények kvantitatív kiértékelését megbízhatóbbnak tartjuk, mint a Rietveld elemzést.
- Megállapítottam, hogy a lemez keménységét csak kis mértékben befolyásolja a kiválások mennyisége és az alakítás jellege.

6 KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS

Köszönettel tartozom konzulenseimnek Prof. Dr. Mertinger Valériának, és Kárpáti Viktornak a dolgozat elkészítésében nyújtott segítségükért, és iránymutatásaikért. Köszönöm Sepsi Máténak a FALEP minta elkészítésében nyújtott segítségét. A hengerlésben Dr. Szabó Gábor és Puskás Csaba, a hőkezelésekben Dr. Mikó Tamás volt a segítségemre. A röntgendiffrakciós vizsgálatokat Dr. Kristály Ferenc segítette. A Rietveld illesztés rejtelseibe Dr. Nagy Erzsébet vezetett be. Köszönetet mondok Dr. Koncz-Horváth Dánielnek a pásztázó elektronmikroszkópi vizsgálatokért, Márkus Zoltánnénak a mintaelőkészítésben, Bodnárné Nyári Napsugárnak pedig a keménységmérésben nyújtott segítségéért.

7 TOVÁBBI TERVEK

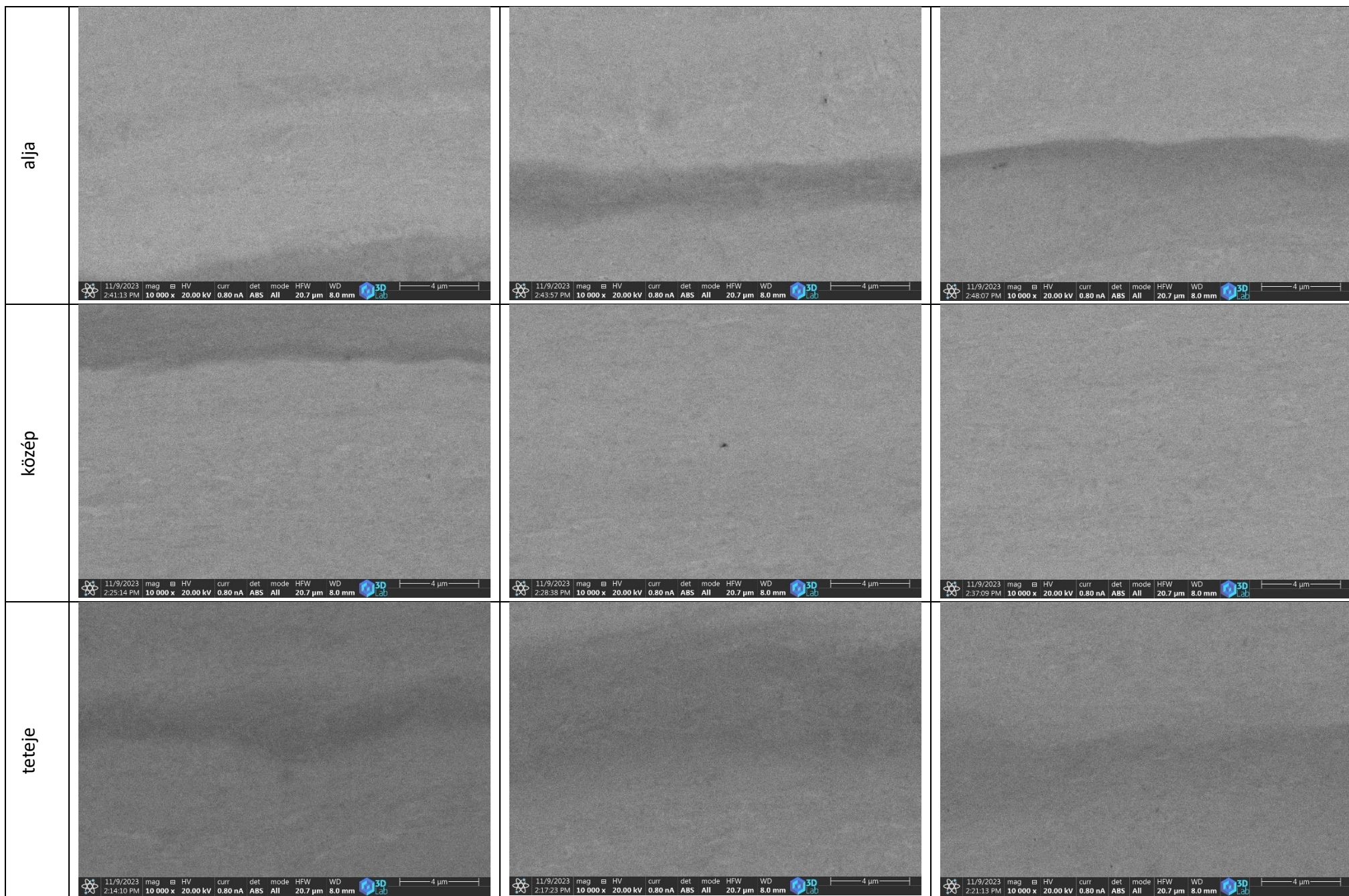
A továbbiakban szeretném a kísérleteimet folytatni és megvizsgálni a kiválási mechanizmusokat 24 és 48 órás hőntartás esetén, mindkét módszerrel alakított mintán. Szeretném megvizsgálni, hogy mi történik a kiválásokkal abban az esetben, ha a szerkezetet nagymértékben tovább alakítom hengerléssel és FALEP módszerrel, újból hőkezelem. További célom egy olyan NbTi/Cu lemezes kompozit előállítása és hőkezelése a FALEP berendezéssel, amely nagy mágneses terek leárnyékolására alkalmas.

8 IRODALOM JEGYZÉK:

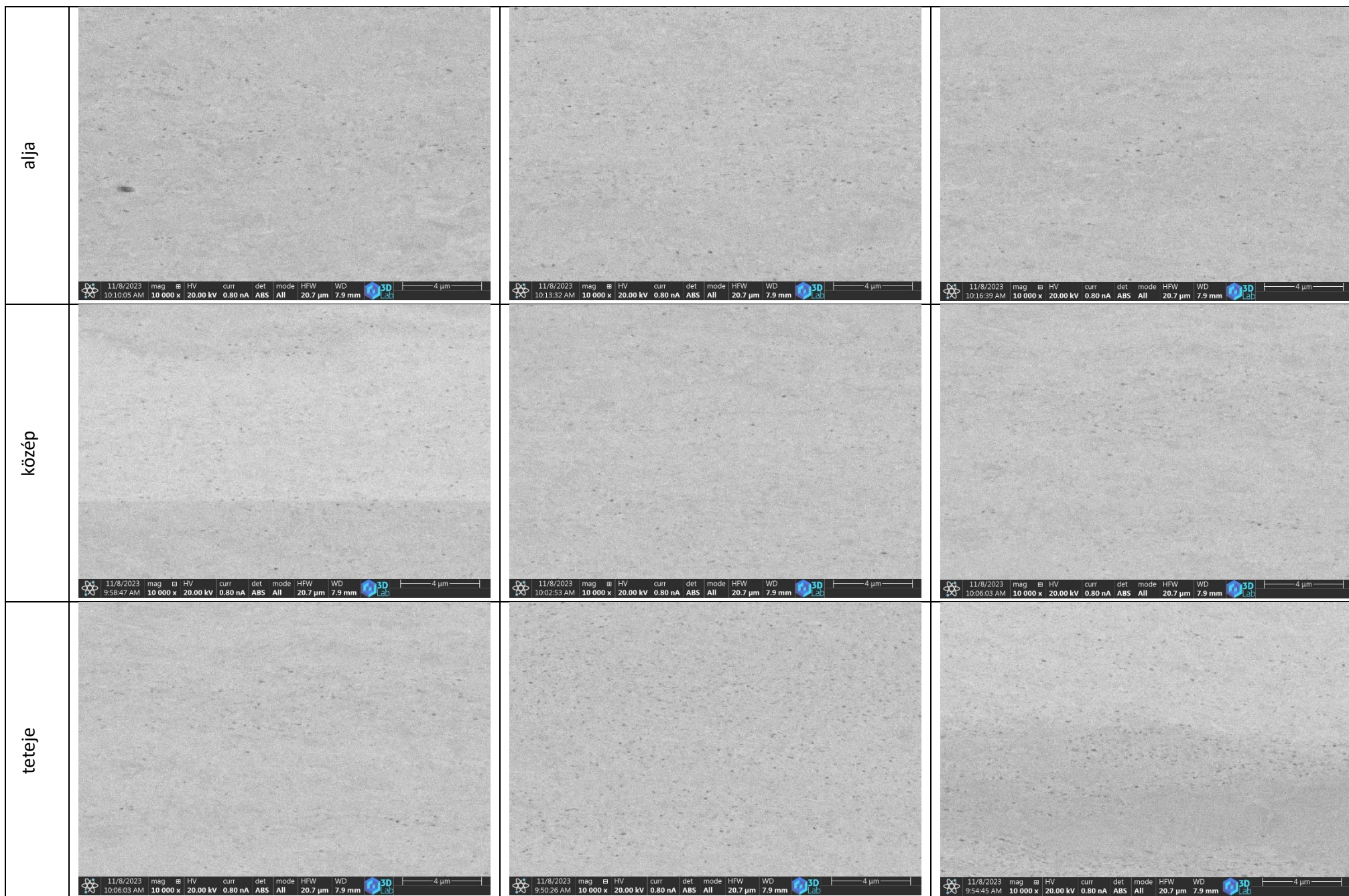
- [1] D. C. Larbalestier, „Niobium-Titanium Superconducting Materials”, in *Superconductor Materials Science: Metallurgy, Fabrication, and Applications*, S. Foner és B. B. Schwartz, Szerk., in NATO Advanced Study Institutes Series. , Boston, MA: Springer US, 1981, o. 133–199. doi: 10.1007/978-1-4757-0037-4_3.
- [2] D. Barna és mtsai., „NbTi/Nb/Cu Multilayer Shield for the Superconducting Shield (SuShi) Septum”, *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, köt. 29, sz. 1, o. 1–8, jan. 2019, doi: 10.1109/TASC.2018.2872860.
- [3] D. van Delft és P. Kes, „The discovery of superconductivity”, *Phys. Today*, köt. 63, sz. 9, o. 38–43, szept. 2010, doi: 10.1063/1.3490499.
- [4] Krisztián B., „SZUPRAVEZETÉS ALAPJAI ÉS ALKALMAZÁSA SUPERCONDUCTION FUNDS AND APPLICATION”.
- [5] H. Nordborg és H. G. Kaper, „The frozen-field approximation and the Ginzburg-Landau equations of superconductivity”, in *Practical Asymptotics*, H. K. Kuiken, Szerk., Dordrecht: Springer Netherlands, 2001, o. 221–240. doi: 10.1007/978-94-010-0698-9_12.
- [6] N. Harada, H. Yamada, K. Sugai, I. Munechika, M. Tsuda, és T. Hamajima, „Flux pinning property of artificial pinning center introduced by microfabrication”, *Phys. C Supercond.*, köt. 392–396, o. 1043–1047, okt. 2003, doi: 10.1016/S0921-4534(03)01181-X.
- [7] V. Bartůňek, J. Luxa, D. Sedmidubský, T. Hlášek, és O. Jankovský, „Microscale and nanoscale pinning centres in single-domain REBCO superconductors”, *J. Mater. Chem. C*, köt. 7, sz. 42, o. 13010–13019, 2019, doi: 10.1039/C9TC01455A.
- [8] K. Matsumoto, „Flux Pinning Engineering for Applications of High-Tc Superconductors”, előadás en, Dena’ina Civic and Convention Center, Anchorage, Alaska, USA, 2013. június 17. [Online]. Elérhető: https://indico.cern.ch/event/255141/contributions/1583555/attachments/446817/619627/ICMC_2013_plenary_matsumoto.pdf
- [9] Krisztián B., „SZUPRAVEZETÉS ALAPJAI ÉS ALKALMAZÁSA SUPERCONDUCTION FUNDS AND APPLICATION”.
- [10] D. C. Larbalestier és P. J. Lee, „New developments in niobium titanium superconductors”, in *Proceedings Particle Accelerator Conference*, Dallas, TX, USA: IEEE, 1995, o. 1276–1281. doi: 10.1109/PAC.1995.505199.
- [11] J. Tang, „Design Concept for a Future Super Proton-Proton Collider”, *Front. Phys.*, köt. 10, o. 828878, márc. 2022, doi: 10.3389/fphy.2022.828878.
- [12] P. J. Lee és D. C. Larbalestier, „Niobium-Titanium Superconducting Wires: Nanostructures by Extrusion and Wire Drawing”, *Wire J. Int.* 36261-66, o. 8, 2003.
- [13] D. Larbalestier, A. Gurevich, D. M. Feldmann, és A. Polyanskii, „High-Tc superconducting materials for electric power applications”, *Mater. Sustain. ENERGY*, köt. 414, o. 10, 2001.
- [14] N. Banno, K. Kobayashi, A. Uchida, és H. Kitaguchi, „High-temperature-tolerable superconducting Nb-alloy and its application to Pb- and Cd-free superconducting joints between NbTi and Nb3Sn wires”, *J. Mater. Sci.*, köt. 56, sz. 36, o. 20197–20207, 2021, doi: 10.1007/s10853-021-06585-8.
- [15] D. Uglietti, „A review of commercial high temperature superconducting materials for large magnets: from wires and tapes to cables and conductors”, *Supercond. Sci. Technol.*, köt. 32, sz. 5, o. 053001, máj. 2019, doi: 10.1088/1361-6668/ab06a2.
- [16] M. Bönisch és mtsai., „Thermal stability and latent heat of Nb-rich martensitic Ti-Nb alloys”, *J. Alloys Compd.*, köt. 697, o. 300–309, márc. 2017, doi: 10.1016/j.jallcom.2016.12.108.
- [17] H. Otsuka és I. Itoh, „Magnetic shielding from alternating magnetic field by NbTi/Nb/Cu superconducting multilayer composite cylinder”, *J. Appl. Phys.*, köt. 75, sz. 10, o. 6966–6968, máj. 1994, doi: 10.1063/1.356767.
- [18] I. Itoh, T. Sasaki, S. Minamino, és T. Shimizu, „Magnetic shielding properties of NbTi/Nb/Cu multilayer composite tubes”, *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, köt. 3, sz. 1, o. 177–180, márc. 1993, doi: 10.1109/77.233699.

- [19] H. Otsuka, M. Sugiyama, I. Itoh, és M. Sawamura, „Critical current density and microstructure of Nb Ti/Nb/Cu superconducting multilayer sheet”, *Cryogenics*, köt. 38, sz. 3, o. 309–317, márc. 1998, doi: 10.1016/S0011-2275(97)00160-4.
- [20] T. Nakamura, M. Hiraiwa, H. Imaizumi, és Y. Tomizawa, „Development of Friction-Assisted Extrusion Process for Producing Thin Metal Strips”, *JSME Int. J. Ser C Dyn. Control Robot. Des. Manuf.*, köt. 38, sz. 1, o. 143–148, 1995, doi: 10.1299/jsmec1993.38.143.
- [21] V. Q. Vu, L. S. Toth, Y. Beygelzimer, és Y. Zhao, „Microstructure, Texture and Mechanical Properties in Aluminum Produced by Friction-Assisted Lateral Extrusion”, *Materials*, köt. 14, sz. 9, o. 2465, máj. 2021, doi: 10.3390/ma14092465.
- [22] A. I. Alateyah és mtsai., „Optimizing the ECAP processing parameters of pure Cu through experimental, finite element, and response surface approaches”, *Rev. Adv. Mater. Sci.*, köt. 62, sz. 1, o. 20220297, jan. 2023, doi: 10.1515/rams-2022-0297.
- [23] H. Khanlari és M. Honarpisheh, „Investigation of Microstructure, Mechanical Properties and Residual Stress in Non-equal-Channel Angular Pressing of 6061 Aluminum Alloy”, *Trans. Indian Inst. Met.*, köt. 73, sz. 5, o. 1109–1121, máj. 2020, doi: 10.1007/s12666-020-01945-5.
- [24] Pozsgai Imre, A pásztázó elektronmikroszkópia és az elektronsugaras mikroanalízis alapjai, 1995. kiad. Budapest: Elte Eötvös Kiadó Kft.
- [25] Z. Gácsi, *Sztereológia és képelemzés*, 2001. kiad. Miskolc: Well_Press Stúdió, 2001. [Online]. Elérhető:
https://bookline.hu/product/home.action?_v=Gacsi_Sarkozi_Reti_Sztereologia_es&type=20&id=68792
- [26] Z. Gácsi, „Számítógépi képelemzés”, Miskolc, 2011.
- [27] K. Kecskeméti, „Nb53Ti47 szupravezető ötvözet termomechanikus kezelése”. 2021.

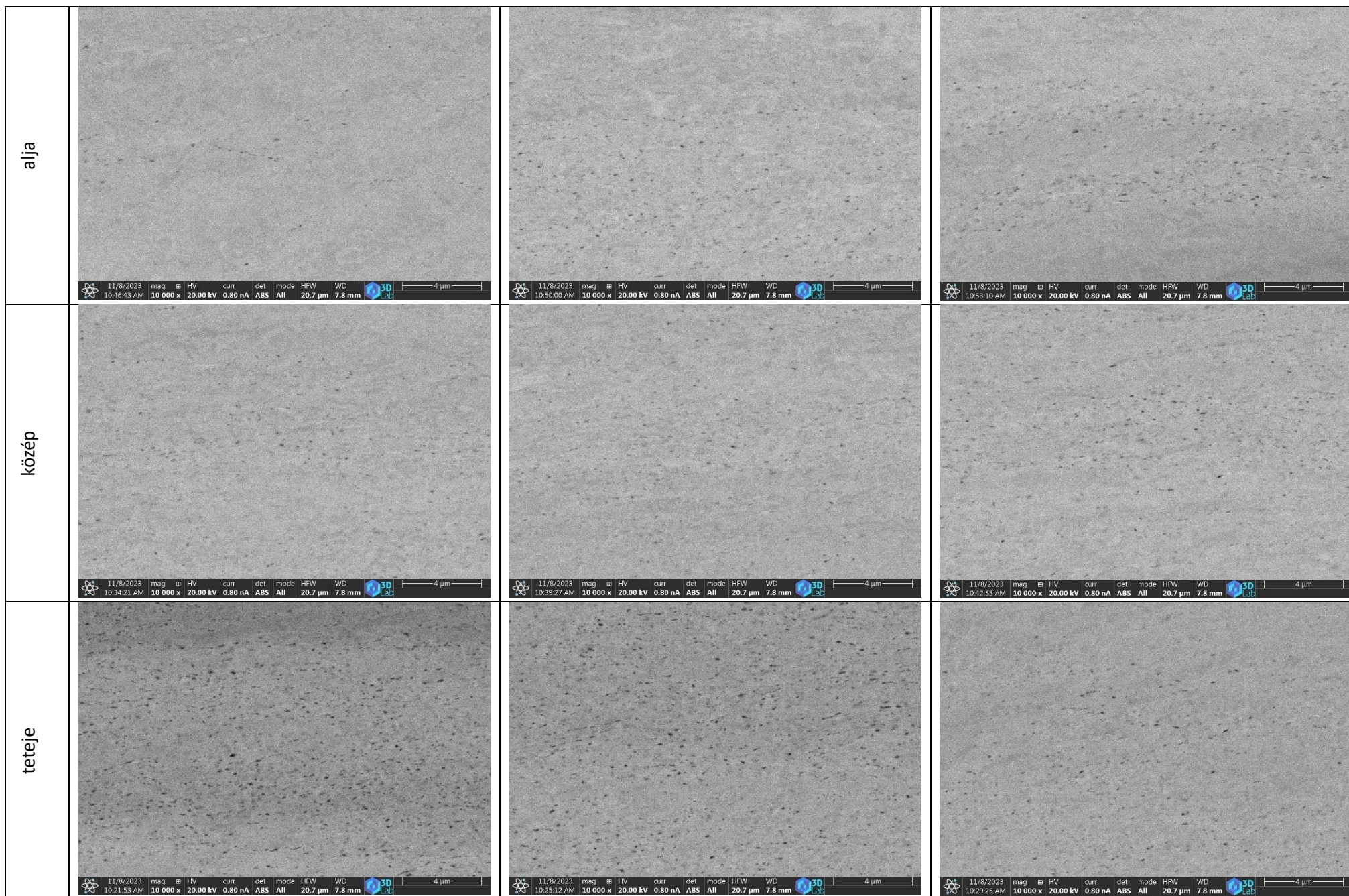
9 MELLÉKLET



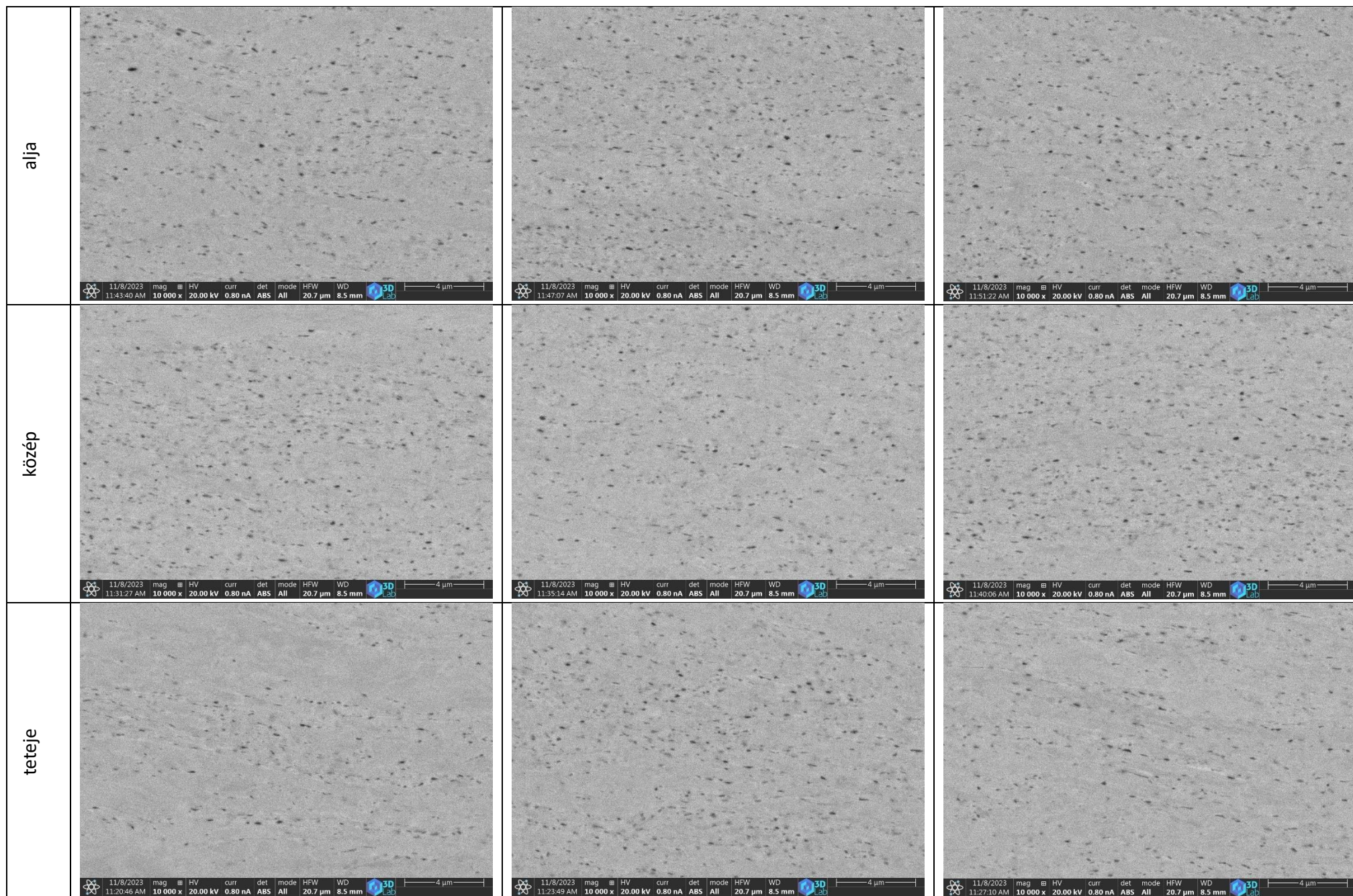
1. Melléklet FALEP minta SEM felvétele- kiinduló állapot F0



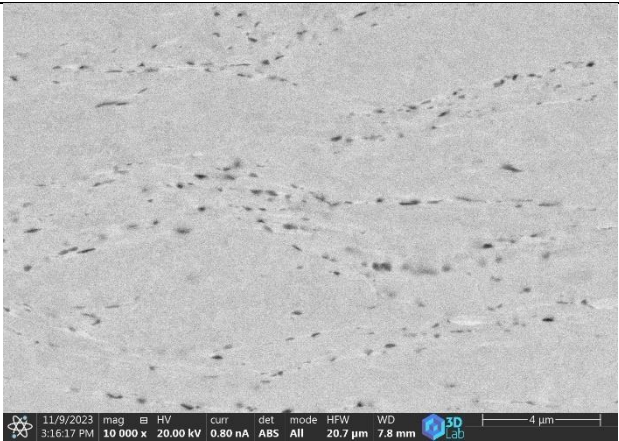
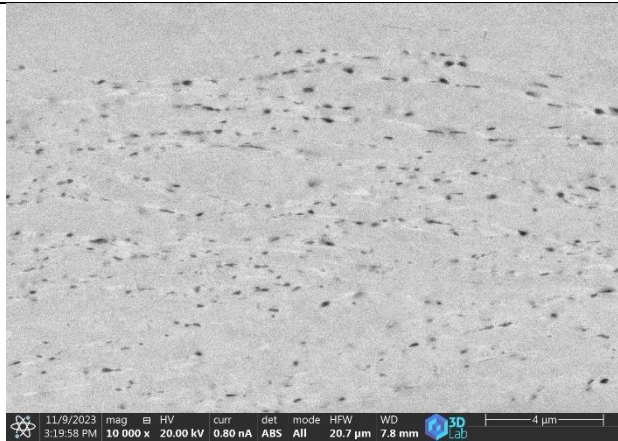
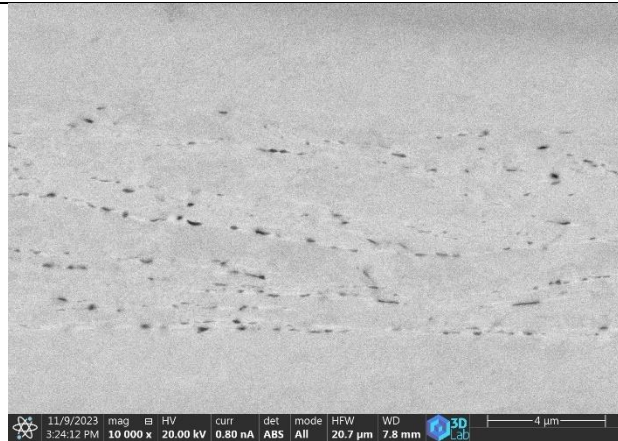
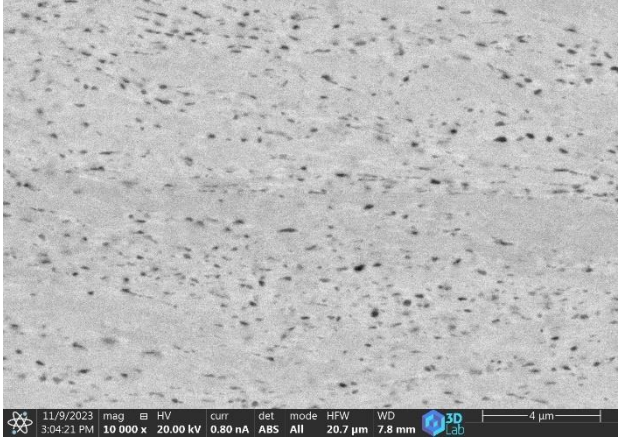
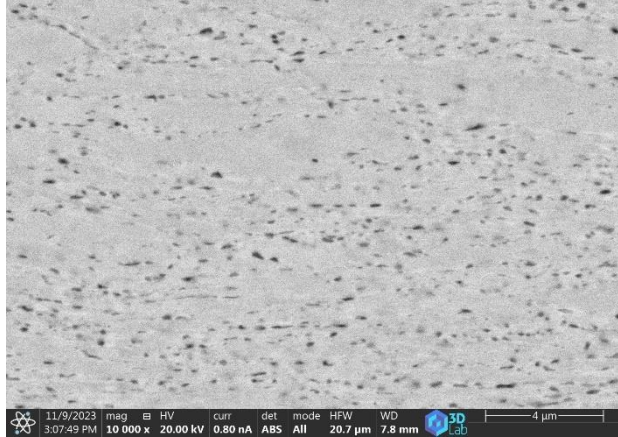
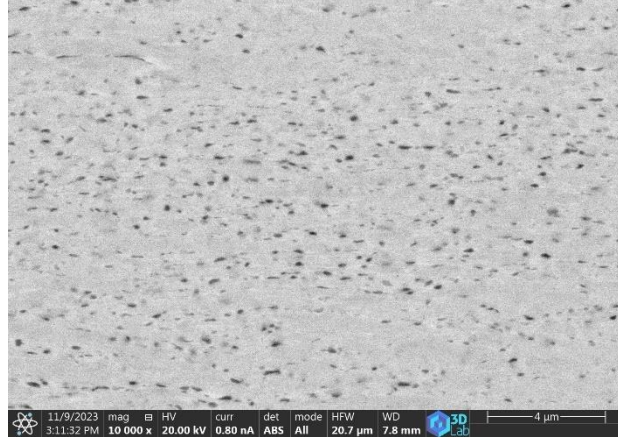
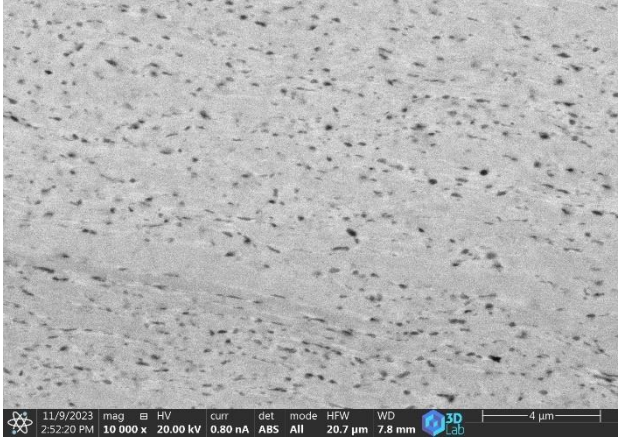
2. Melléklet FALEP minta SEM felvétele- 0,5 órát hőkezelt állapot F0,5



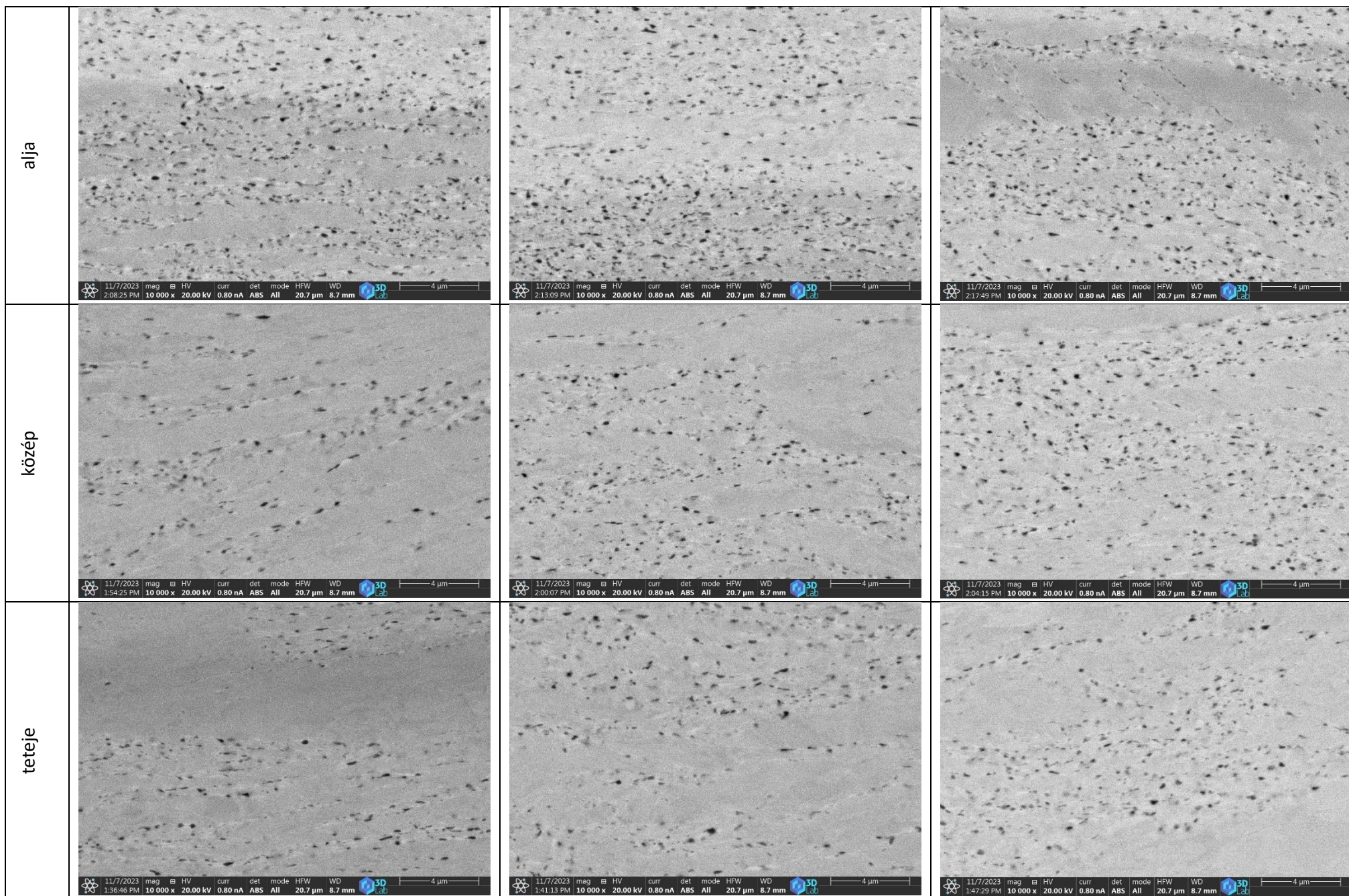
3. Melléklet FALEP minta SEM felvétele- 1 órát hőkezelt állapot F1



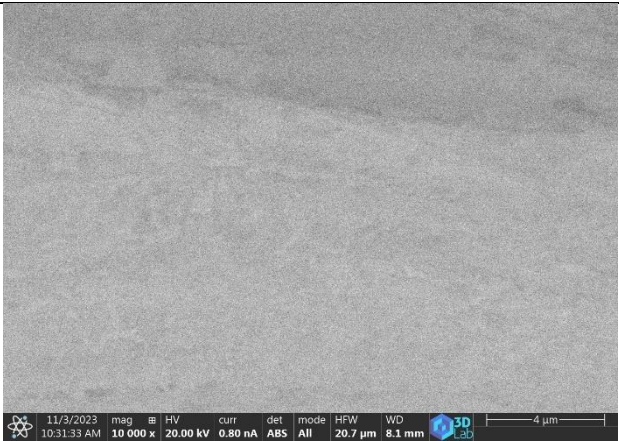
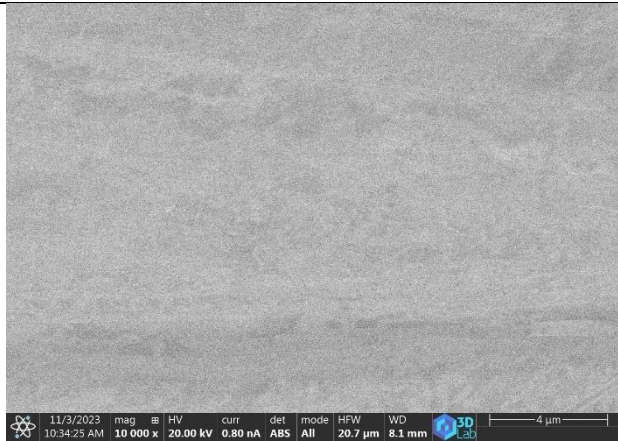
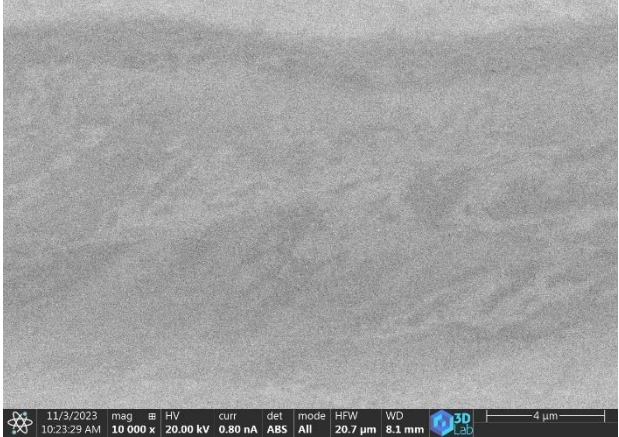
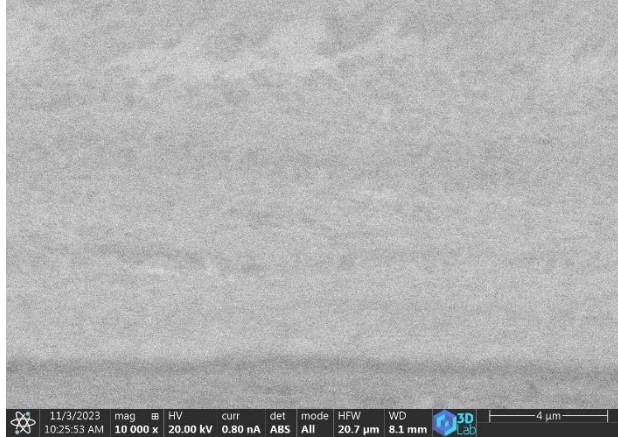
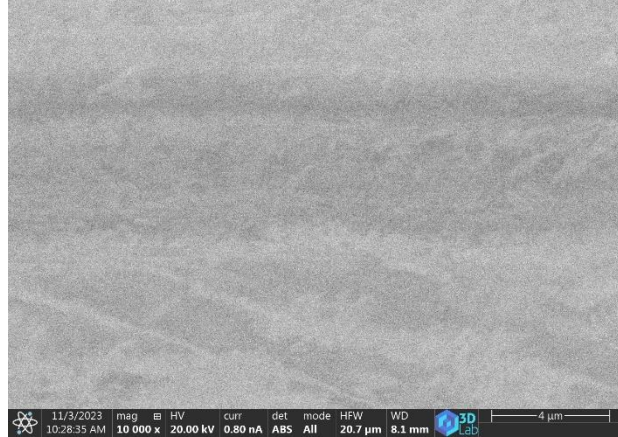
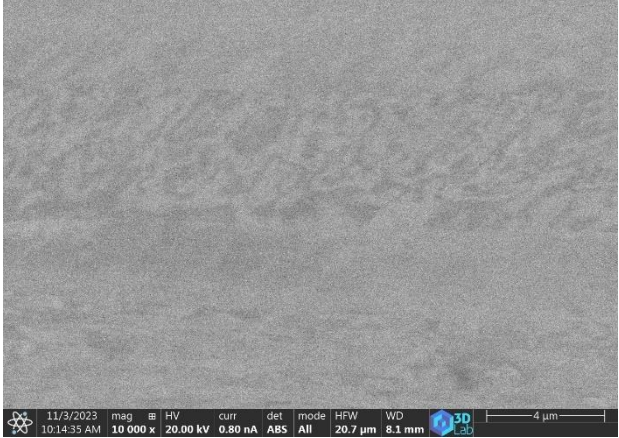
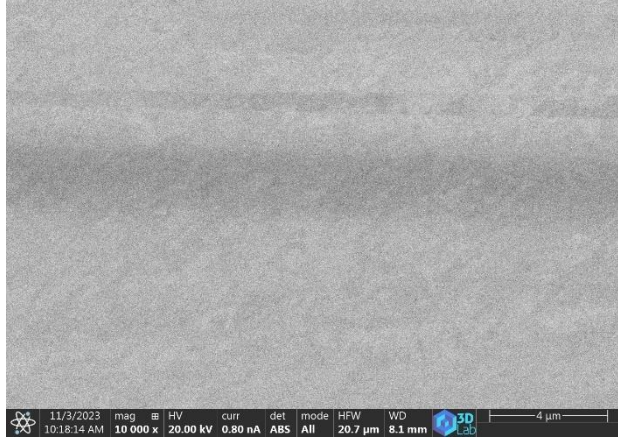
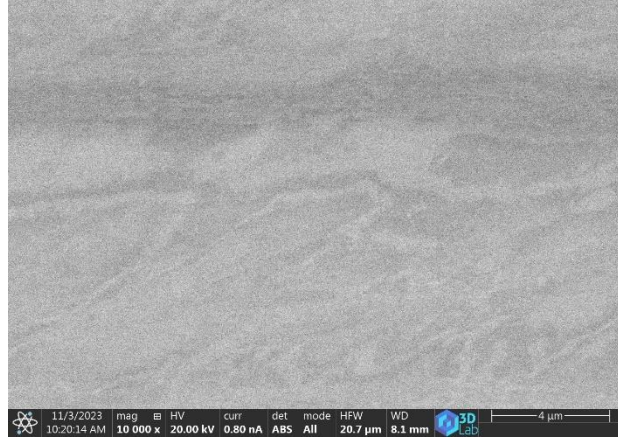
4. Melléklet FALEP minta SEM felvétele- 3 órát hőkezelt állapot F3

alja			
közép			
teteje			

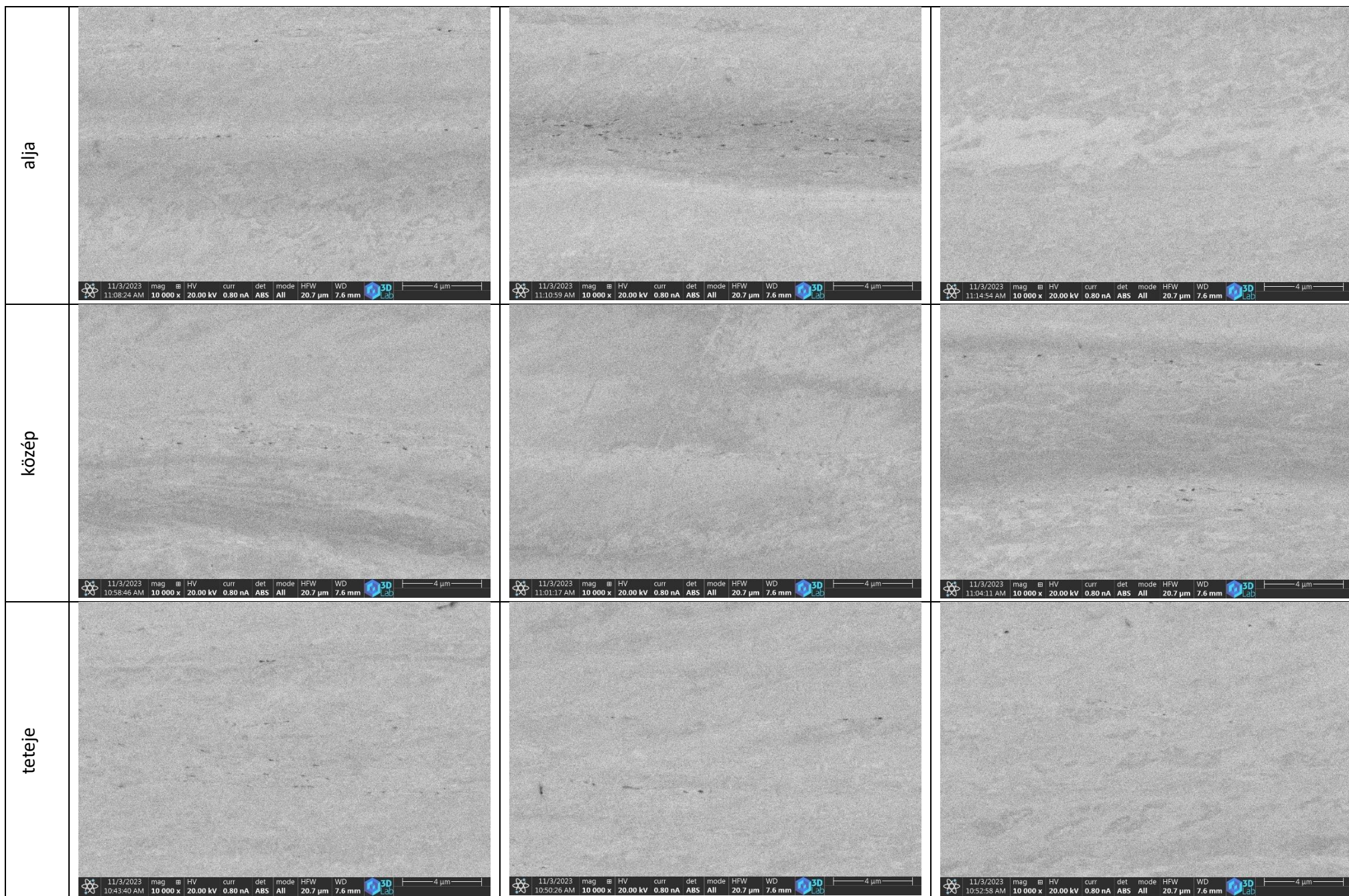
5. Melléklet FALEP minta SEM felvétele- 6 órát hőkezelt állapot F6



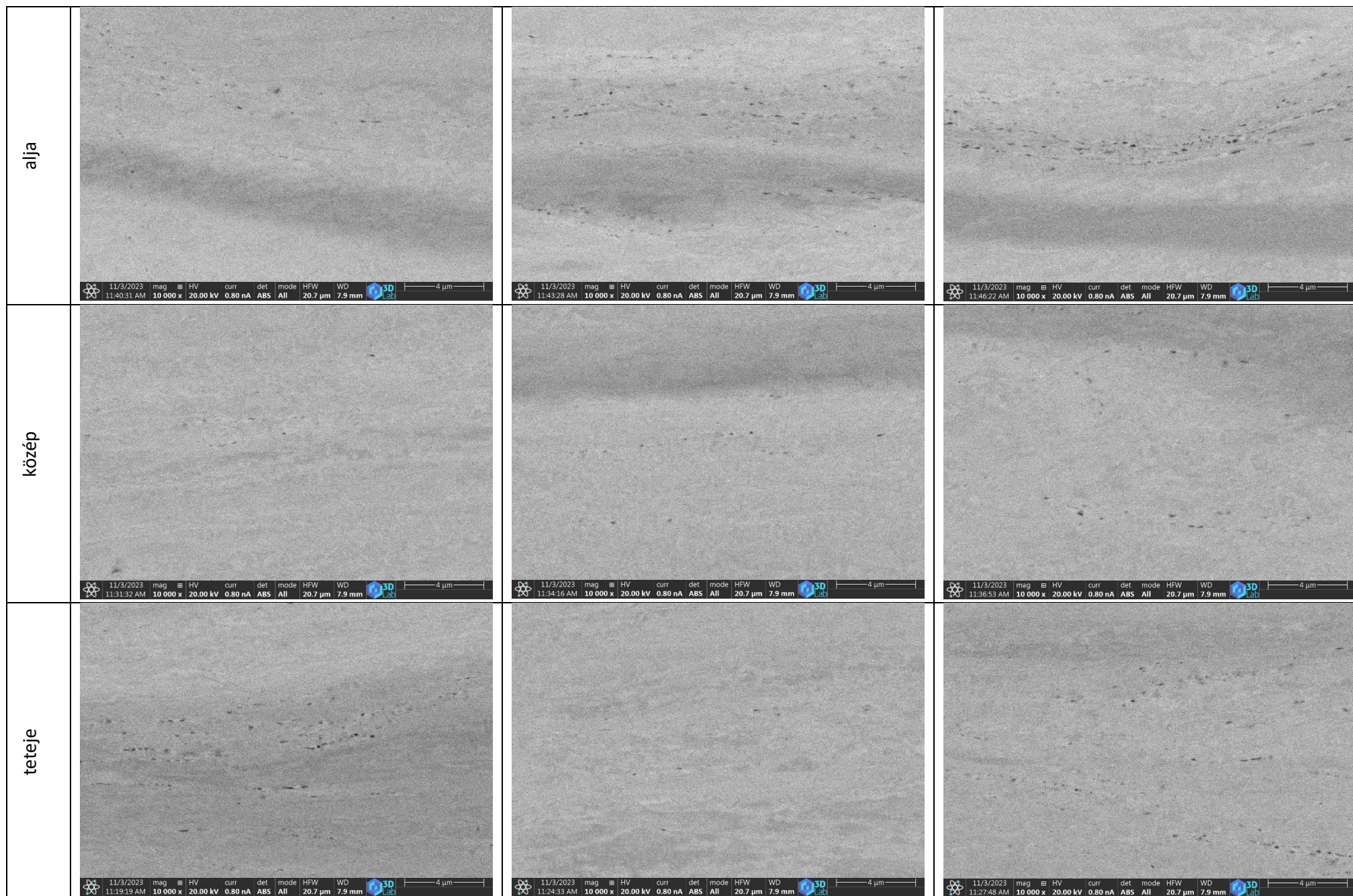
6. Melléklet FALEP minta SEM felvétele- 12 órát hőkezelt állapot F12

alja			
közép			
teteje			

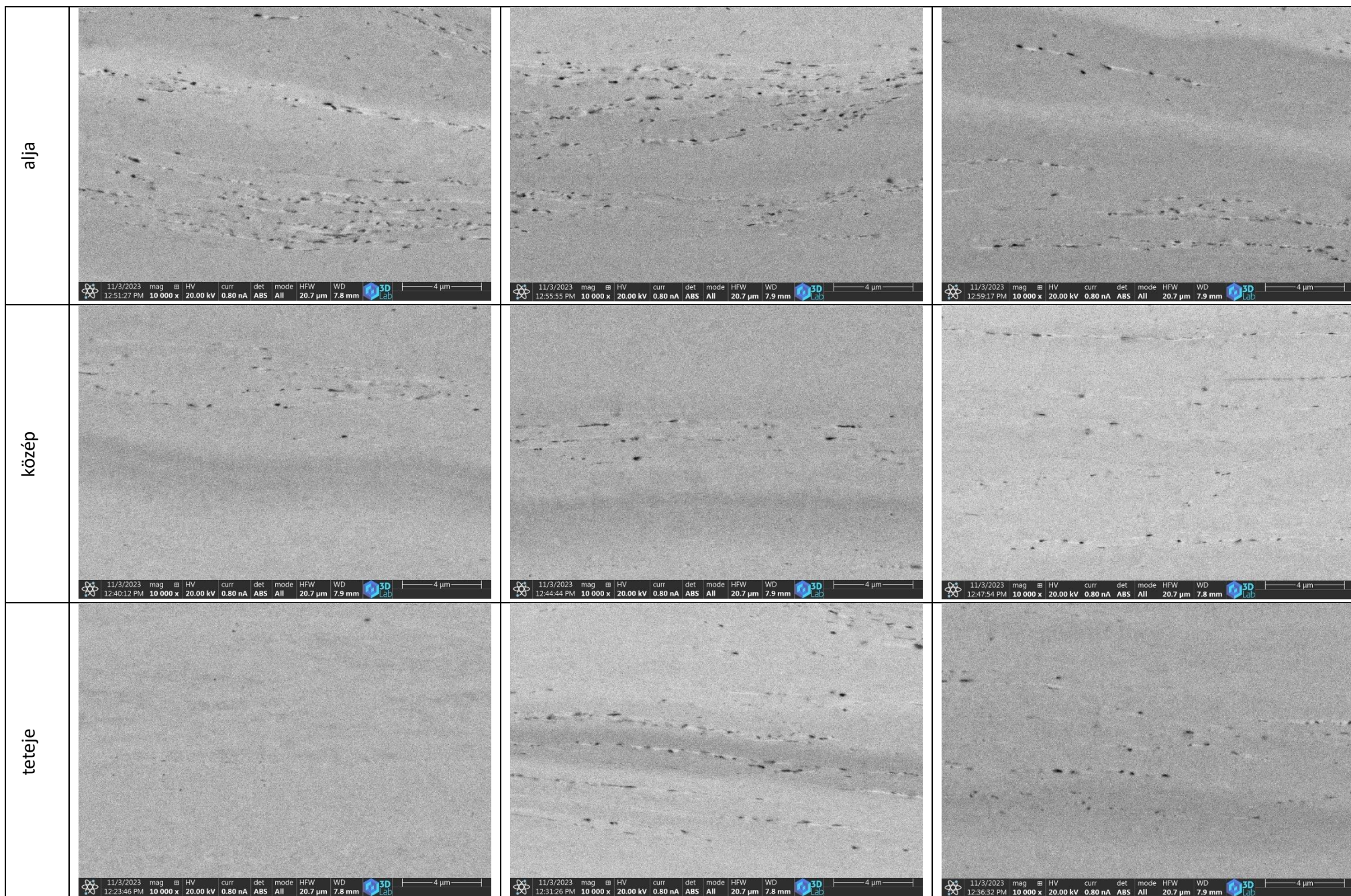
7. Melléklet Hengerelt minta SEM felvétele- kiinduló állapot H0



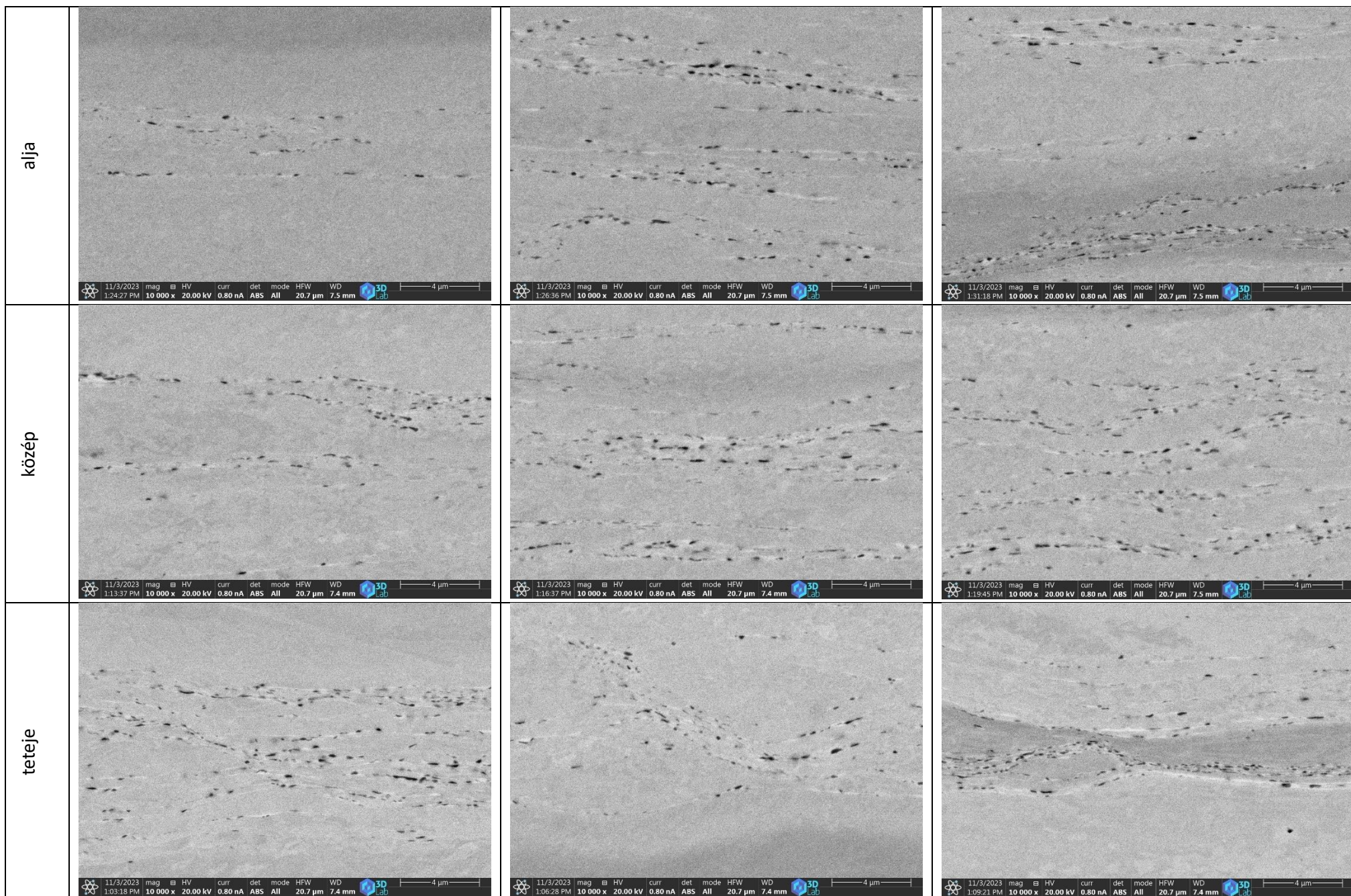
8. Melléklet Hengerelt minta SEM felvétele- 0,5 órát hőkezelt állapot H0,5



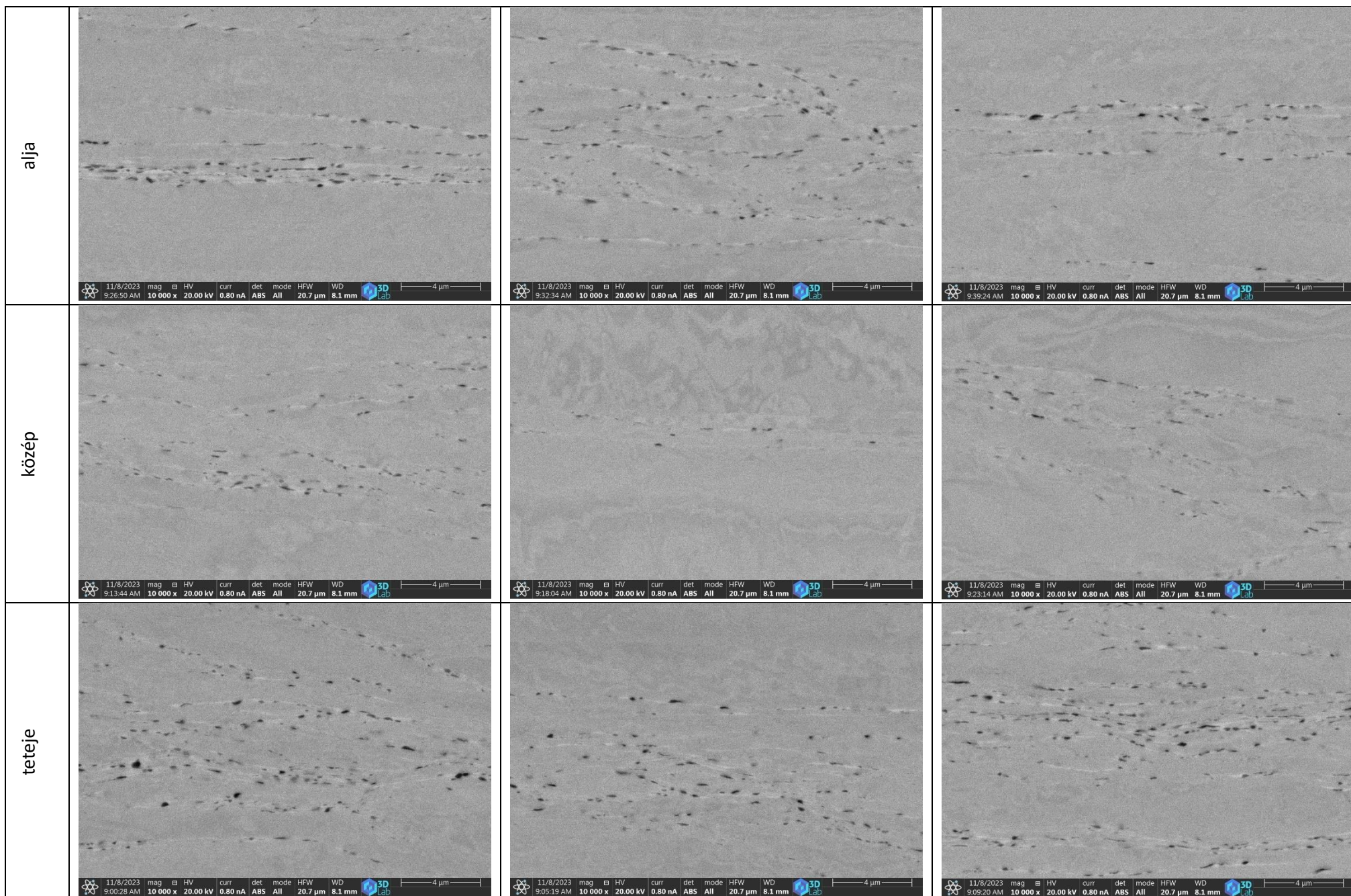
9. Melléklet Hengerelt minta SEM felvétele- 1 órát hőkezelt állapot H1



10. Melléklet Hengerelt minta SEM felvétele- 3 órát hőkezelt állapot H3



11. Melléklet Hengerelt minta SEM felvétele- 6 órát hőkezelt állapot H6



12. Melléklet Hengerelt minta SEM felvétele- 12 órát hőkezelt állapot H12