

FIATAL MŰSZAKIAK TUDOMÁNYOS ÜLÉSSZAKA

Kolozsvár, 1999. március 19-20.

Kristályosodási folyamatok közvetlen megfigyelése

dr. Réger Mihály

Abstract: The paper summarises some selected results of an extended research work in the field of so called transient solidification. The transient phenomenon represents a special case of non-steady state solidification, i.e. solidification process between two different steady states. The structural changes of the solidified structure have been video recorded and investigated (primary spacing, dendritic tip radius) during and after the transient effect. The increasing pulling (solidification) rate results an incubation period before the beginning of the structural change. In the case of decreasing rate incubation effect has not been found.

Bevezetés

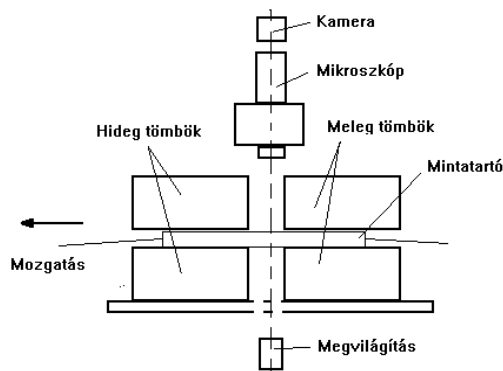
A kristályosodás során kialakuló primer szerkezet sajátosságai, szerkezeti jellemzői az összetételén kívül döntő mértékben függenek azokról a dermedési körülményektől, amelyek hatására a szilárd fázis létrejön. A legfontosabb, számszerűsíthető tényezők a hőmérséklet, valamint annak idő (hűlési sebesség) és hely (hőmérsékleti gradiens) szerinti deriváltjai.

A nem állandósult állapotú, irányított kristályosítással kapcsolatos kutatások első eredményeiről korábban már beszámoltunk [1,2], ahol bemutattuk az állandósult állapotú kristályosodási kísérletekhez elterjedten használt átlátszó mintaanyag, a borostyánkősav-dinitril (succinonitrile) - aceton rendszer sajátosságait, valamint a kérdéskör vizsgálatához (állandósult és nem állandósult állapotú kristályosodás) szükséges berendezést, a kísérleti kristályosító felépítését. E berendezés és a kísérleti elrendezés jellegzetességei az 1. ábrán tanulmányozhatók. Az átlátszó mintaanyagot vékony rétegben tartalmazó mintatartót (kapszulát) a meleg (likvidusz fölötti hőmérsékletű, kb. 90 °C-os) oldalról folyamatosan áthúzzuk a hideg (szolidusz alatti hőmérsékletű, kb. 18 °C-os) oldalra, s eközben a modellanyag megdermed (mintegy 52 °C-on). Jól megválasztott kísérleti feltételek között a kristályosodás a két oldal közötti résben történik, ez a zóna kívülről, megfelelő optikával, megfigyelhető, így a kristályosodó szilárd fázis közvetlenül tanulmányozható. Állandósult állapot eléréséhez a mintatartó konstans, nem állandósult állapot kiváltásához pedig időben változó sebességgel mozgatható. Mindkét esetben igen lényeges a kialakult hőmérsékleti mező ismerete, melynek megállapítására speciális, a mintatartót helyettesítő hőmérsékletmérő panel épült. A hivatkozott publikációk részletesen tárgyalják a nem állandósult állapotú folyamatban a hőmérsékletmező elemeinek (hőmérséklet, hűlési sebesség, hőmérsékleti gradiens) meghatározási módszerét a dermedési frontra nézve. Az előadásban az átlátszó modellanyaggal végzett kísérleti munka főbb lépéseit és eredményeit tekintjük át röviden.

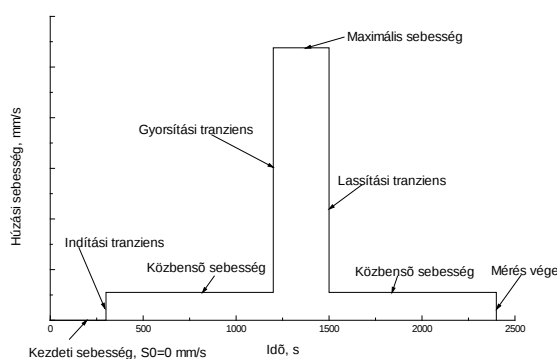
Kísérleti munka

A nem állandósult állapotú kristályosodási folyamatok megismerésére irányuló kísérleti munkában olyan szisztematikus kísérletsorozatot terveztünk, mely a bevezetésben említett kérdéskör lehetőség szerinti átfogó vizsgálatát teszi lehetővé. A mintatartó kapszulával és a hőmérsékletmérő panellal végzett próbamérések tapasztalatai alapján elhatároztuk, hogy - első lépésként - un. tranziens (két állandósult állapot közötti átmenetként értelmezhető) kristályosodási folyamatokat valósítunk meg konstans hőmérsékleti gradiens mellett. A panel mozgatási sebességének ugrásszerű módosításával, illetve az ebből adódó hűlési sebesség változással ezek a tranziens folyamatok jól reprodukálható módon megvalósíthatók.

A tranziens jelenséget előidéző, - a mintatartó panelre vonatkozó - húzási sebesség - idő program elvi ábráját az 2. ábra mutatja. A függvény alapján három, hirtelen változást (tranziens) jelentő szakasz különíthető el, melyek közül az első kettő növekvő (indítás és gyorsítás), a harmadik pedig csökkenő (lassítás) húzási sebességgel jellemezhető. A mintatartó kapszulával végzett mérések közben a dermedési folyamatot teljes terjedelmében videoszalagra rögzítettük olyan nagyításokban, hogy a primer távolság statisztikus sokaságként értékelhető, illetve a dendrit csúcs sugár mérhető legyen. A hőmérsékleti mező, valamint a primer szerkezet jellemzőinek (primer távolság, dendritcsúcs sugár) meghatározására kidolgozott eljárások ismertetésére most nem térünk ki, ezek korábbi publikációkban megtalálhatók [1-5].



1. ábra A modellanyag kristályosítására szolgáló berendezés vázlata



2. ábra A tranziens mérések jellegzetes mozgási sebesség - idő diagramja

Eredmények

A primer távolság változása a nem állandósult állapotú folyamatokban

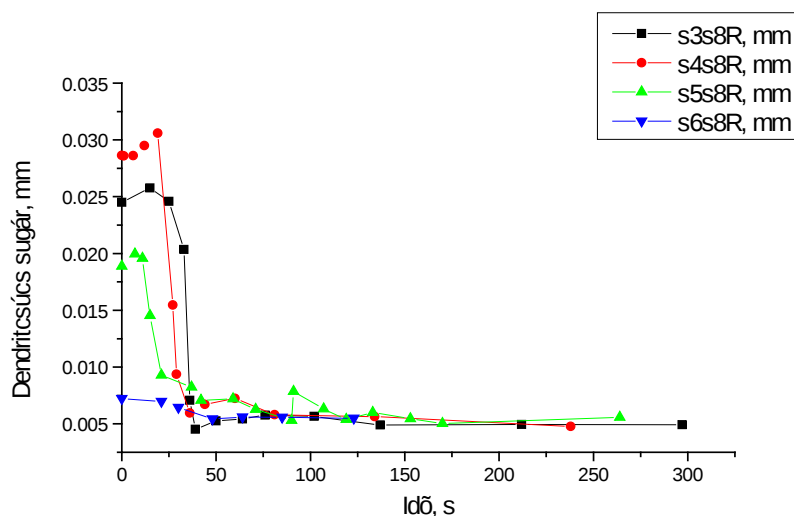
A primer távolság változására jellemző, hogy az "indítási" szakasz elején nem történik változás, a sík front látszólag "nem veszi észre" a hűlési sebességben bekövetkezett növekedést. Hogy mennyi ideig "nem veszi észre" a sík front ezt a változást, az a mérések szerint a sebességváltozás nagyságának függvénye, mégpedig fordított arányban, minél nagyobb a húzási, illetve hűlési sebesség ugrás, annál kisebb a várakozási idő. Ez a várakozási idő - legalábbis formailag - kapcsolatba hozható az átalakulási folyamatokból ismert inkubációs idő fogalmával.

A tranziens folyamatsor második, "gyorsítási" szakasza lényegesen nagyobb sebességekkel jellemezhető. Szinte azonnal, a nagyobb húzási sebességre, illetve nagyobb hűlési sebességre kapcsolás pillanatában, néhányszor tíz s-os inkubációs idő után elkezdődik a változás, a primer távolság csökkenése. Mindegyik folyamat ugyanabban az irányban halad: közelít a maximális sebességhez tartozó állandósult állapotú primer távolsági érték felé.

Az utolsó, harmadik, "lassítási" szakaszban a fenti folyamatok ellenkezője történik. Az összes minta a húzási sebesség (hűlési sebesség) átkapcsolás után kb. 200 s-on keresztül azonos módon viselkedik, majd ezt követően szétválnak a primer távolság fejlődésének irányai. A folyamatok nagyon lassúak, a rendelkezésre álló 1000 s egyik tranziens folyamat esetén sem elegendő a végső, azaz az állandósult állapot kialakulására.

A dendritcsúcs sugár változása a nem állandósult állapotú folyamatok során

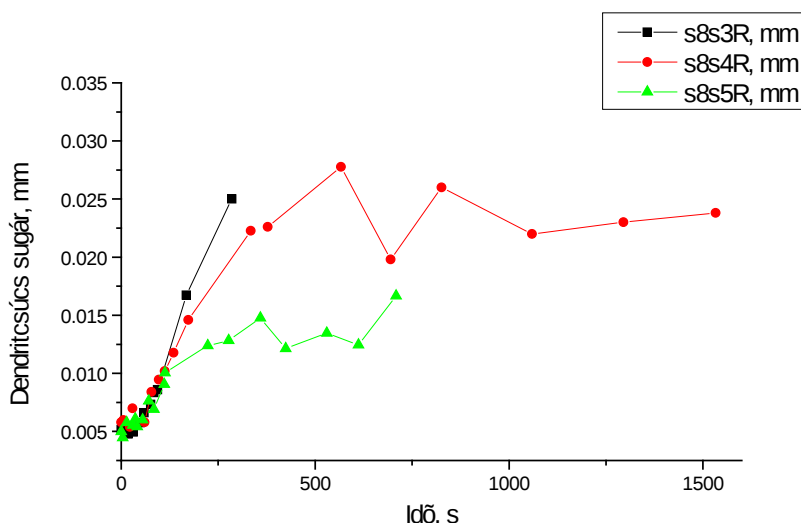
A közbelső húzási sebességét ugrásszerűen a maximális értékre változtatva tranziens folyamat kezdődik, melyben a dendritcsúcs sugár bizonyos ideig nem reagál a megváltozott viszonyokra (megváltozott hűlési sebességre), vagyis ez esetben is inkubációs idő adódik (3.a ábra, az ábrán az s3-s8 jelölések húzási sebességet jelölnek emelkedő sorrendben, az s3s8-s6s8 jelzés pedig a tranziens folyamatban bekövetkező sebességváltozásra utal).



3.a ábra A dendritcsúcs sugár változása a "gyorsítási" tranziens folyamatok során

Az inkubációs idő függvénye a sebességkülönbségnek, minél nagyobb a sebességlépcső nagysága, annál hosszabb az inkubációs idő.

A lassítási tranziens folyamat kimutatható inkubációs idő nélkül kezdődik el (3.b ábra). Megállapítható, hogy a közbenső sebességre való visszakapcsolás után kb. a 120-ik s-ig minden esetben azonos úton halad a csúcs sugár növekedése. Minél nagyobb a húzási sebesség, illetve a hűlési sebesség változás a tranziens folyamatban, annál nagyobb sebességgel történik a csúcs sugarának változása.



3.b ábra A dendritcsúcs sugár változása a "lassítási" tranziens folyamatok során

Az átlátszó modellanyag alkalmazásával a kristályosodási folyamatok közvetlen megfigyelésére, a kialakult szerkezet geometriai jellemzőinek közvetlen mérésére nyílik lehetőség. Az előadás során videofelvételen az állandósult állapotok közötti tranziens folyamatok jellegzetes kristályosodási mechanizmusaiból is bemutatunk részleteket.

Irodalom

- [1] Réger M.: Kristályosodási tranziens folyamatok vizsgálata, Bányászati és Kohászati Lapok, Kohászat, Vol. 128, 1995, 5
- [2] Réger, M.: Temperature distribution of transient crystallizer, *Mat. Sci. Forum*, Vols. 215-216, Trans. Tec. Publications, pp.511-516, 1996
- [3] Réger, M., Gácsi, Z., Csepei, Zs.: Method for Quick Measuring of Dendrite Tip Using Image Analyser, Proc. of Int. Conf. on the Quantitative Description of Materials Microstructure, Warsaw, 16-19 April. 1997, pp. 445-450
- [4] Réger, M., Gácsi, Z., Csepei, Zs.: Determination of Dendrite Tip Shape Using Image Analyser, Second International Congress in Materials Science and Engineering, Jassy, Romania, 25-28 May 1997 pp. 567-573
- [5] Réger, M.: Determination of the Time Dependent Dendrite Tip Radius Using Image Analyser, Proc. of KEPAF Conference on Image Analysis and Pattern Recognition, Keszthely, 1977, pp. 194-199

dr. Réger Mihály, PhD

Bánki Donát Műszaki Főiskola, Anyag- és Alakítástechnológiai Tanszék

H-1081 Budapest, Népszínház u. 8.

Tel.: 36-1-3134-094, Fax: 36-1-3336-761

E-mail: reger@zeus.banki.hu