

DOKTORI ÉRTEKEZÉS

**A GRAVITÁCIÓ OKOZTA ÁRAMLÁS HATÁSA
A SZUKCINONITRIL-ACETON OLDAT
DERMEDÉSÉRE**



Póliska Csaba

Tudományos témavezető: Dr. Gácsi Zoltán

**Miskolci Egyetem, Műszaki Anyagtudományi Kar
Anyagtudományi Intézet
Miskolc
2008.**

TARTALOM

TARTALOM	2
JELMAGYARÁZAT.....	4
1. BEVEZETÉS, CÉLKITŰZÉS.....	6
2. A DENDRITES KRISTÁLYOSODÁS	8
2.1. A megszilárdulás fémtani háttere.....	8
2.1.1. A kristályosodás folyamata	8
2.1.2. Dendrites megszilárdulás	10
2.2. Megszilárdulással kapcsolatos modellkísérletek.....	16
2.2.1. Modellkísérletek fémes anyagokkal.....	16
2.2.2. Modellkísérletek nemfémes modellanyagokkal	19
2.3. Megszilárdulás vizsgálata növelt és csökkentett gravitációs térben	22
2.3.1. Vizsgálatok növelt gravitációs térben	22
2.3.2. Vizsgálatok csökkentett gravitációs térben	23
2.3.3. Vizsgálatok változó nagyságú gravitációs térben hazánkban	26
2.3.4. A kristályosodás vizsgálata mikrogravitációs körülmények között.....	27
3. DENDRITES SZERKEZET JELLEMZÉSE.....	29
3.1. Geometriai paraméterek	31
3.1.1. Primer dendritág távolság.....	32
3.1.2. Szekunder dendritág távolság.....	32
3.1.3. Dendritcsúcs sugár	33
3.1.4. Speciális paraméterek	33
3.2. Alakjellemzők	34
3.2.1. Orientációs faktor és orientációs rózsadiagram	35
3.2.2. Fajlagos felület.....	36
3.2.3. Kétdimenziós alaktényezők.....	37
3.3. Kovariancia	38
4. KÍSÉRLETI ÉS MÉRÉSI ESZKÖZÖK.....	40
4.1. A kristályosító berendezés	40
4.2. Kristályosítási kísérletterv	44
4.3. A képfeldolgozás és mérés folyamata	45
4.3.1. A CProb általános képelemző szoftver	46
5. A DENDRITES SZERKEZET JELLEMZÉSE	47
5.1. Videó- és képrögzítés	47

5.2.	Geometriai paraméterek mérése.....	47
5.2.1.	Primer dendritág távolság.....	48
5.2.2.	Szekunder dendritág távolság.....	52
5.2.3.	Dendritcsúcs sugár	54
5.3.	Alakjellemzők mérése.....	56
5.3.1.	Orientációs faktor.....	58
5.3.2.	Orientációs rózsza diagram	61
5.3.3.	Fajlagos felület.....	62
5.3.4.	Terület	64
5.3.5.	Kitöltöttség	66
5.4.	Kovariancia.....	68
5.5.	Az olvadék/szilárd határfelület előtti olvadékáramlás.....	72
6.	ÖSSZEFOGLALÁS	74
6.1.	Új tudományos eredmények.....	77
6.2.	Új tudományos eredmények hasznosíthatósága.....	79
	IRODALOMJEGYZÉK.....	80

JELMAGYARÁZAT

Jelölés	Megnevezés
G	hőmérséklet gradiens [$^{\circ}\text{C}/\text{mm}$]
T_1, T_2	hőmérséklet az 1-es ill. 2-es jelű pontban [$^{\circ}\text{C}$]
l_1, l_2	az 1-es ill. 2-es pont távolsága a kristályosító falától [mm]
v	az olvadék/szilárd határfelület mozgási sebessége [mm/s]
m_0	az egyensúlyi diagram likvidusz vonalának meredeksége [$^{\circ}\text{C}/\%$]
c_0	az egyensúlyi diagramból számítható likvidusz összetétel [%]
D_L	a diffúziós állandó értéke az olvadékban [mm^2/s]
k	megoszlási hányados
Ω	a dendrit csúcsánál levő oldott atomok diffúziójának hajtóereje
ΔC	a dendrit csúcsánál kialakuló valós koncentrációkülönbség [%]
ΔC^*	a dendrit csúcsánál kialakuló egyensúlyi koncentrációkülönbség [%]
ΔT_v	termodinamikai korrekció [$^{\circ}\text{C}$]
ΔT_k	kinetikai túlhűlés [$^{\circ}\text{C}$]
ΔT_r	görbület okozta túlhűlés [$^{\circ}\text{C}$]
ΔT_c	az összetételi túlhűlés [$^{\circ}\text{C}$]
ΔT_G	gradiens túlhűlés [$^{\circ}\text{C}$]
ΔT_t	termikus túlhűlés [$^{\circ}\text{C}$]
T_L	likvidusz hőmérséklet [$^{\circ}\text{C}$]
T_t	olvadék/szilárd határfelület hőmérséklete [$^{\circ}\text{C}$]
λ_1	primer dendritág távolság [μm]
λ_2	szekunder dendritág távolság [μm]
T_E	eutektikus hőmérséklet [$^{\circ}\text{C}$]
G_L	hőmérsékletgradiens az olvadékban [K/mm]
R	dendritcsúcs sugár [μm]
λ_3	tercier dendritág távolság [μm]
λ_0	az első megjelenő szekunder dendritág csúcstól mért távolsága [μm]
d	a dendrittörzs átmérője [μm]
P_L	egységnyi hosszúságra eső metszésszám [μm^{-1}]
θ	az orientációs tengely és a tesztvonalak által bezárt szög [$^{\circ}$]
t	a vonalrendszer vonalai közötti átlagos távolság [μm]

Ω	orientációs faktor
$(L_A)_{or}$	egységnyi területre eső, orientációval rendelkező vonalhosszúság [μm^{-1}]
$(L_A)_{is}$	egységnyi területre eső, izotróp vonalhosszúság [μm^{-1}]
$(P_L)_p$	orientációs tengellyel párhuzamosan mért metszésszám [μm^{-1}]
$(P_L)_m$	orientációs tengelyre merőlegesen mért metszésszám [μm^{-1}]
S_v	fajlagos felület [μm^{-1}]
A	a dendrit, avagy cella területe [μm^2]
P	a dendrit, avagy cella kerülete [μm]
Φ_s	Saltykov-féle alaktényező
R_e	ekvivalens körsugár [μm]
Φ_p	alaktényező
ϕ_p	körszerűség
Φ_D	alaktényező
D	átmérő [μm]
FR	kitöltöttség
A^c	a dendrit, avagy cella konvex területe [μm^2]
$KOV(X,Y)$	kovariancia
X, Y	valószínűségi változók
E	a valószínűségi változók várható értéke
$KOV(\overline{B}, \vec{h})$	kovariancia
$\overline{B}$	a tanulmányozni kívánt szövetszerkezeti elemek bináris halmaza
$\vec{h}$	transzlációs vektor
M_{es}	halmaz „mértéke”, pl. az 1 értékű képpontok száma
E	várható érték
v_1, v_2, v_3	sebességfokozat jele
X_p	a parabola tengelyének koordinátája
X_1, X_2, X_3	a képpontok számértékei
Y_1, Y_2, Y_3	a szűrkeségi szint értékei
A, B, C	a szűrkeségi szint értékek különbségei

1. BEVEZETÉS, CÉLKITŰZÉS

Számos termék, mellyel mindennapjaink során találkozunk, legyen az alumínium fólia, háztartási edény, autó, vagy éppen repülőgép hajtómű, fémből vagy fémötvözetből készül. Ezeknek a termékeknek a legtöbbször előállításuk során olvadék állapotból valamilyen módon megszilárdították [1]. A megszilárdulás során alakul ki a kristályos anyagok fizikai tulajdonságait nagyban meghatározó ún. mikroszerkezet, azaz az anyagot alkotó kristályszemcsék méret-, alak- és összetétel eloszlása. A megszilárdulási folyamat egyik legfontosabb gyakorlati megvalósítása a fémeköntése, mely a termékek előállításának egy igen gazdaságos formája, amennyiben a fém olvadáspontja nem túl magas.

Ha egy frissen kristályosított fémötvözetet mikroszkóppal megvizsgálunk, parányi fémfenyőfákat fogunk látni, melyek mindegyike más-más irányban nőtt. Ezeket a fenyőfa alakú fémkristályokat nevezzük dendriteknek. A dendritek kialakulásának és növekedésének tanulmányozása és megértése nagyon fontos feladat, hiszen a végső anyagi jellemzők – pl. korrózióállóság, keménység vagy éppen szilárdság – értéke attól függ, hogy az olvadékból való kristályosodás során milyen dendrites mikroszerkezet alakult ki az anyagban [1]. Ahhoz, hogy az általunk kívánt fizikai jellemzők bizonyosan megvalósuljanak fémes anyagainkban, fontos megérteni, és irányítani a dendritek növekedését ezen anyagok kristályosodása során. Ez azért is nagyon lényeges feladat, mert nagyon nehéz a kristályosodás során kialakult szerkezetet utólag megváltoztatni, a szerkezet hibáit kijavítani.

Napjaink fontos célkitűzése, hogy a mikroszerkezet kialakulásának az irányításával, a létrejövő terméknek a lehető legjobb tulajdonságokat biztosítsuk [2]. Sokan próbálják modellezni a kristályosodási folyamatokat, mert nagyon lényeges feladat például, hogy a dendrites mikroszerkezet kialakulása során előre tudjuk jelezni, vagy legalábbis megbecsülni a szilárd fázisban kialakuló koncentráció eloszlást, a dendritág távolságokat és a második fázis mennyiségét és típusát, akár különböző lehűlési sebességek esetén is [3].

A gravitáció jelentős befolyásoló hatással van a kristályosodás és azon belül a dendrites kristályosodás folyamataira. A kristályosodás során az olvadékban koncentráció és hőmérsékletkülönbség alakul ki, ami sűrűségkülönbséget okoz [4]. Ez a sűrűségkülönbség gravitációs térben áramláshoz vezet és ez az áramlás domináns hatás a dendrites kristályosodás során. Ennek az áramlásnak a hatását azonban nem ismerjük pontosan [4] [5]. Mi történne, ha a gravitáció hatását megszüntetnénk? Képesek lennénk újfajta ötvözeteket előállítani? Meg tudnánk valósítani az olvadékokban az egyenletes sűrűségeloszlást? Egyáltalán, milyen hatása is van a gravitációnak a kristályosodás során kialakuló dendrites szerkezet jellemzőire [6]? Ezekre a kérdésekre keresem a válaszokat disszertációmban.

Disszertációmban bemutatom a gravitációs mező hatását a kristályosodás során kialakuló dendrites szerkezet jellemzőire. Ehhez azt a módszert alkalmazom, hogy az olvadék/szilárd határfelület mozgási irányát változtatom a gravitációs vektorhoz képest, és közben vizsgálom a létrejövő mikroszerkezetet. A kísérleteim modellanyaga a nemzetközi gyakorlatban is sűrűn alkalmazott szukcinonitril¹-aceton oldat, amely folyékony és szilárd állapotban egyaránt átlátszó, valamint olvadáspontja igen alacsony. Kutatásaim összhangban vannak a NASA földi körülmények között végzett kísérleteivel, melyeknek az egyik célkitűzése: *kimutatni a gravitáció szerepét; a jövőbeni, űrben végzett mikrogravitációs kutatások elősegítése érdekében* [6].

Vizsgálataimmal kapcsolatban a következő fontos kérdésekre keresek válaszokat:

1. Melyek azok a geometriai paraméterek, melyekkel egzakt módon jellemezhetjük kristályosodás során keletkező dendrites szerkezeteket?
2. Milyen hatással van a gravitáció a dendrites szerkezetet jellemző geometriai paraméterek értékeire?
3. A kristályosodás során keletkező dendritek alakját, morfológiáját milyen módon lehet szemléletesen leírni?
4. Vannak-e különbségek a különböző kristályosítási irányokban keletkező dendritek morfológiai jellemzőiben?
5. A kristályosodás során az olvadék/szilárd határfelület előtti olvadékban milyen folyamatok játszódnak le? Különböző kristályosítási irányokat tekintve, hogyan befolyásolják ezek a folyamatok a kristályosodás folyamatait?

Mindezek alapján disszertációm célkitűzése: *bemutatni, hogy a gravitáció milyen hatással van a szukcinonitril-aceton oldatú mintaanyag dendrites kristályosodására. A vertikális és horizontális irányokban kristályosodott dendrites szerkezeteket jellemző geometriai paraméterek mérése és összehasonlítása. A keletkező dendrites szerkezetek alakjának a jellemzése, amennyiben szükséges, új alakjellemzők megalkotása. A geometriai paraméterek és az alakjellemzők mérésére reprodukálható eljárás kifejlesztése, valamint a geometriai paraméterek és az alakjellemzők közötti kapcsolat megértése és elemzése.*

¹ borostyánkősav-dinitril

2. A DENDRITES KRISTÁLYOSODÁS

Ebben a fejezetben áttekintem a megszilárdulás folyamatait általában, és részletesen kitérek a dendrites kristályosodás bemutatására. Példákon keresztül ismertetem, milyen modellkísérletek folynak szerte a világban, és miért is fontosak ezek. Végül összefoglalom, hogy a növelt és csökkentett gravitációs térben végzett kristályosodással kapcsolatos kísérletek során milyen eredmények születtek és milyen területek felé fordul napjainkban a kutatók figyelme.

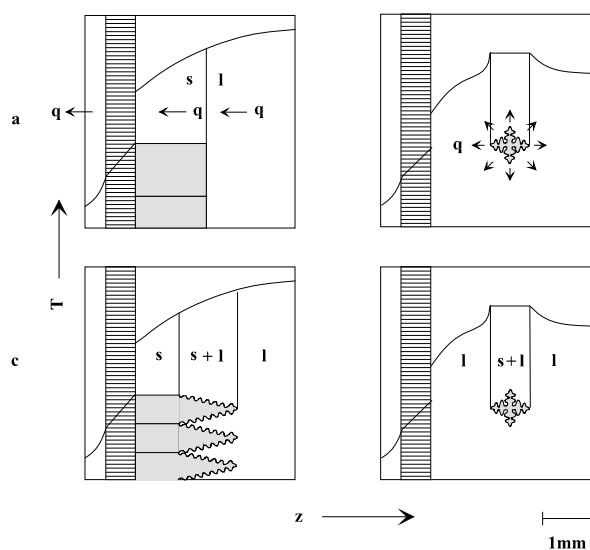
2.1. A megszilárdulás fémtani háttere

A kristályos anyagok folyékony halmazállapotból szilárd halmazállapotba történő fázisátalakulását kristályosodásnak nevezzük. A folyamat alapvetően két részfolyamatra bontható: stabil kristálycsírák keletkezése és ezek növekedése. Dolgozatomban ez utóbbi folyamat egyik speciális esetével, a dendrites kristályosodással foglalkozom részletesen.

2.1.1. A kristályosodás folyamata

A kristályosodás során igen nagy jelentősége van az olvadék/szilárd határfelület alakjának. A növekvő olvadék/szilárd határfelület alakja a kristályosodást befolyásoló fizikai mennyiségek függvényében lehet sík, cellás vagy dendrites. A cellák, a primer dendritágak, és a dendritek burkoló görbéjének (envelope) alakja forgási paraboloidhoz hasonló, a szekunder dendritágak szerkezete lemezszerű. [7]

Öntött szerkezetet tanulmányozva, ötvözetek, vagy szennyező elemeket is tartalmazó fémek esetén a kristályosodás szempontjából három különböző tartományt tudunk megkülönböztetni. A hűtés sebessége az öntőforma/olvadék határfelületen a legnagyobb, a forma



2.1. ábra. Az öntött tuskó szerkezete ötvözetek és színesfémek esetén [7]

l: olvadék fázis, s: szilárd fázis, q: hőelvonás iránya

kezdeti alacsony hőmérséklete miatt. Ennek eredményeként nagyon sok véletlenszerű térbeli orientációjú csíra keletkezik a forma falán, kialakítva az úgynevezett külső ekvixiális zónát. Ezek a csírák gyors növekedésnek indulnak, és a kristályra jellemző kitüntetett kristálytani irányokban oldalágakat növesztenek. Azok a csírák, amelyeknek a növekedési iránya a hőelvonás q irányával ellentétes, gyorsabban nőnek, hamar elnyomják a többieket, ezek alkotják az öntvényekre jellemző

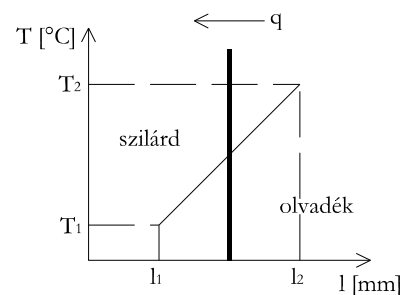
oszlopos (kolumnáris) zónát (2.1. ábra, a kép). Az ötvény közepén gyakran egy másik, az úgynevezett belső ekviaxiális zóna (2.1. ábra, b kép) is kialakul, ami nagyjából a levált dendritágaknak a maradék enyhén túlűlt olvadékbeli növekedésének az eredménye, de új csírák is keletkeznek. Ezeknek a dendriteknek a növekedési iránya a hőelvonás q irányával megegyezik. Az oszloposról az ekviaxiális növekedésre az átmenet akkor következik be, amikor az olvadék túlhevítettsége megszűnik, és az ekviaxiális növekedés ebben az enyhén túlűtött olvadékban megakadályozza a cellák további növekedését. [7]

Tiszta fémek esetén a kialakult szerkezet csak annyiban különbözik, hogy a cellák határfelülete sík (2.1. ábra, c kép), a kristályosodás a fal mellett gyakorlatilag síkfrontosan megy végbe. A belső ekviaxiális zónában (2.1. ábra, d kép) a kristályosodás ebben az esetben is dendrites és a kialakult szerkezetet szinte lehetetlen az ötvözetek ekviaxiális kristályosodása során kialakult szerkezettől megkülönböztetni. Néhány különbség a dendritek méretében létezhet, mivel a színfémek kristályosodását a hőmérséklet, az ötvözetek kristályosodását pedig nagyjából a koncentráció különbség irányítja.

Fontos megjegyezni, hogy az oszlopos részen a hőt a szilárd fázis (s) vezeti el a forma fala felé, ezért az olvadék/szilárd fázis határfelületen az olvadék hőmérséklete magasabb, a hőmérséklet gradiens pozitív, az ekviaxiális részen pedig a felszabaduló latens hőt az olvadéknak (l) kell elvezetni, ezért a szilárd fázis hőmérséklete magasabb, a hőmérséklet gradiens negatív. Az olvadék/szilárd határfelület hőmérséklet eloszlása tehát nagyon fontos, a határfelület alakját meghatározó tényező.

Mivel az ekviaxiális részen az olvadék fázis hőmérséklete alacsonyabb, mint a szilárd fázis hőmérséklete, ezért ekviaxiális kristályosodás csak túlűlt olvadékban lehetséges.

Ha a kristályosodás körülményei eltérnek az egyensúlyi feltételektől (vagyis nagyon lassú lehűlés, sík fázishatárok), akkor az egyensúlyi feltételek mellett kialakult mikroszerkezetektől jelentősen különböző mikroszerkezetek jöhetnek létre. A kialakuló mikroszerkezetet az olvadék és a szilárd fázisokban, valamint az olvadék/szilárd határfelületen végbemenő diffúzió, az atomok szilárd fázisba való beépülése és a határfelület görbülete határozza meg. Az olvadék/szilárd határfelületen végbemenő diffúzió, valamint az atomok szilárd fázisba való beépülése az egyensúlyi diagram szolidusz és likvidusz görbéinek helyzetét befolyásolja. Az olvadék fázisbeli diffúzió valamint az olvadék/szilárd határfelület görbülete megváltoztatja a határfelület hőmérsékletét, ami így jelentősen kisebb lehet, mint a likvidusz hőmérséklet. A kristályosodási folyamat egyik fontos paramétere a



2.2. ábra. A hőmérsékletgradiens számítása

hőmérsékletváltozás - a gradiens (G) - nagysága az olvadék/szilárd határfelületen. Értékét a következő képlettel számíthatjuk ki (2.2. ábra) [8]:

$$G = \frac{T_2 - T_1}{l_2 - l_1} \quad 2.1$$

ahol: G : a hőmérséklet gradiens [K/mm],
 T_1, T_2 : hőmérséklet az 1-es ill. 2-es jelű pontban [°C],
 l_1, l_2 : az 1-es ill. 2-es pont távolsága a kristályosító falától [mm].

A kristályosodás másik jellemző adata az olvadék/szilárd határfelület mozgási sebessége (v, [mm/s]). Ha a határfelület mozgása elég lassú és a hőmérsékletváltozás erőteljes, a határfelület alakja sík lesz. A síkfrontos kristályosodás feltételét a következőképpen fejezhetjük ki [8]:

$$\frac{G}{v} \geq \frac{mc_0}{D_L} \frac{1-k}{k} \quad 2.2$$

ahol: G : a hőmérséklet gradiens [K/mm],
v : a határfelület mozgási sebessége [mm/s],
m : az egyensúlyi diagram likvidusz vonalának meredeksége [C°/°],
 c_0 : az egyensúlyi diagramból számítható likvidusz összetétel [%],
 D_L : a diffúziós állandó értéke az olvadékban [mm²/s],
k : megoszlási hányados.

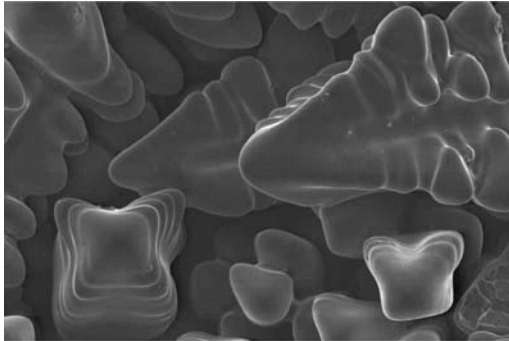
A 2.2 összefüggés szerint, ha az olvadék/szilárd határfelület előtt az olvadékban mérhető valóságos hőmérséklet nagyobb, mint amilyen likvidusz hőmérsékletet számítani lehet az olvadék összetételéből, akkor a kristályosodás határfelülete sík lesz. Amennyiben az olvadékban a diffúzió nem elég gyors, és a folyamatosan mozgó olvadék/szilárd határfelület előtt az ötvöző tartalom megnő, akkor az olvadék összetételéből számítható likvidusz hőmérséklet nagyobb lesz a tényleges hőmérsékletnél. Mivel a tényleges hőmérséklet így a likvidusz hőmérséklet alatt van, ezt a jelenséget összetételi túlhűlésnek nevezzük. A sík határfelület felborulását, és ezáltal a cellás szerkezet kialakulását ez az összetételi túlhűlés okozza. Erősebb túlhűlés esetén, a cellákon oldalirányú elágazások is létrejönnek, és így alakul ki a dendrites szerkezet.

2.1.2. Dendrites megszilárdulás

A dendrit kristályok némileg hasonlítanak a fenyőfához [8]. Növekedési irányukat a kristályrács definiálja.

Ha egy polikristályos anyagot kristályosítunk, sok dendritkristály keletkezik és növekszik, míg végül nem lesz elegendő helyük, és összeütköznek. Végül csak a dendritek, a dendritágak

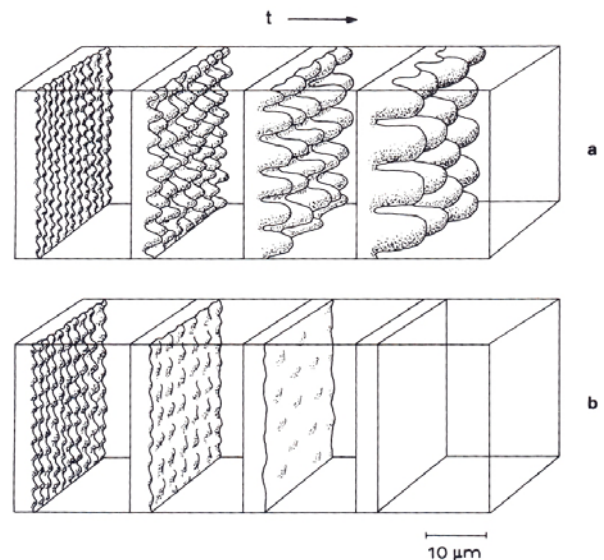
közötti tér marad. Ha megvizsgáljuk az anyag mikroszerkezetét, az eredeti dendrites szerkezet nem látható [11]. Mindemellett gyakran láthatunk dendriteket kristályosodási hibákban, amik öntés vagy hegesztés során keletkezhetnek (2.3. ábra., Kovács Árpád felvétele).



2.3. ábra. Acél dendritek

A dendrites kristályosodás folyamatát leíró különböző analitikai és numerikus megoldások elsősorban a diffúzió hatását veszik figyelembe, napjainkban azonban egyre jobban előtérbe kerül az olvadékmozgás tanulmányozása is [17] [18] [19] [40] [41]. Ugyanis a dendrites kristályosodás folyamatát elsősorban a dendritcsúcs előtt és részben a dendritágak között kialakuló koncentrációkülönbség irányítja. Amilyen mértékben csökken az ötvözőfém koncentrációja a dendritcsúcs előtt - a diffúzió vagy az áramlás hatására - olyan mértékben képes a kristályosodás folytatódni. A kristályosodás során az olvadékban szükségképpen kialakuló koncentráció és hőmérsékletkülönbség sűrűségkülönbséget okoz, amely gravitációs térben áramláshoz vezet [3] [4]. Joggal vetődik fel a kérdés, hogy ez az áramlás milyen módon befolyásolja a kristályosodást és a kristályosodás során kialakuló dendrit alakját, morfológiáját. Ezekre a kérdésekre is választ adok munkám során.

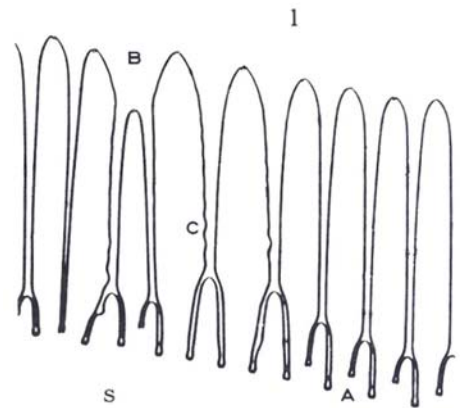
Hogyan is alakul ki a dendrites szerkezet? A nem oldódó részecskék, hőmérsékletingadozások vagy szemcsehatárok a növekedés közben véletlenszerűen perturbációt okoznak a növekvő felületen. Ha a perturbált felület instabil (2.4. ábra, „a” képsorozat), akkor a perturbációk kedvezőbb növekedési helyzetbe kerülnek, és így tovább tudnak növekedni. Amennyiben a felület stabilan növekszik (2.4. ábra, „b” képsorozat), a perturbációk eltűnnek, mivel kedvezőtlenebb helyzetbe kerülnek.



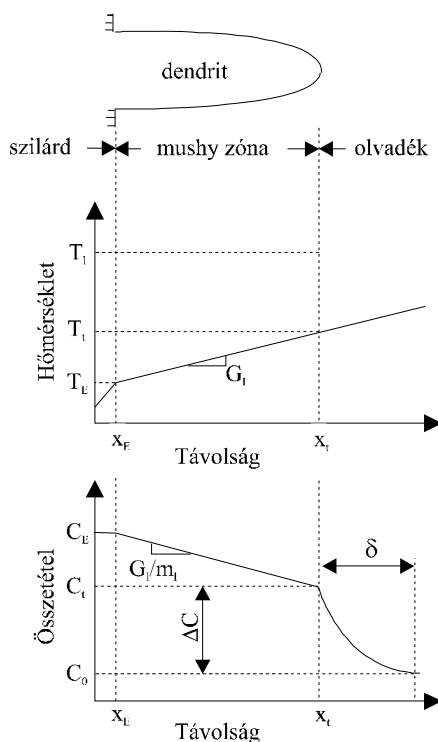
2.4. ábra. Stabilan és instabilan növekvő perturbált olvadék-szilárd határfelület [4]

A dendritek morfológiáját kristályosodás közben két egymással ellentétes hatású folyamat határozza meg. Az ötvöző vagy hő transzport (diffúzió) az olvadék/szilárd határfelület sugarának a csökkentésére (a görbület növelésére), a kapilláris hatások (a felületi feszültség) pedig az olvadék/szilárd határfelület sugarának a növelésére (a görbület csökkentésére) törekszenek. A dendritek morfológiája e két, egymással ellentétes hatás kompromisszumaként alakul ki. [6]

A dendritek kialakulása az instabil, sík olvadék/szilárd határfelület felbomlásával, perturbációk megjelenésével kezdődik. Mivel a perturbációk csúcsából oldalirányba is távoznak ötvöző atomok, a csúcsok hamarosan gyorsabban fognak növekedni, mint a bemélyedések, amelyekben a csúcsokból eltávozott felesleges ötvöző atomok összegyűlnek, akadályozva a növekedésüket. A kezdeti perturbált szinuszos felület alakja tehát hamar megváltozik, kialakul a cellás szerkezet (2.5. ábra). A cellás szerkezet a kristályosodás során az optimális növekedés érdekében változhat. Egyes cellák növekedése megállhat (például a B betűvel jelölt cella), vagy a meglévő cellák osztódásával újabb cellák jelenhetnek meg (ez látható az A betűvel jelölt részen). Ha a cellák közötti olvadékban a feltételek (a megszilárdulás körülményei, vagyis az olvadék/szilárd határfelület sebessége és a hőmérséklet gradiens) lehetővé teszik, a cellák felületén újabb perturbációk jelennek meg (mint a C betűvel jelölt részen), ezek növekedésével pedig a cellák hamarosan oldalágakkal rendelkező dendritekké alakulnak át [4].



2.5. ábra. A sík olvadék/szilárd határfelület perturbációiból kialakuló cellák [4]



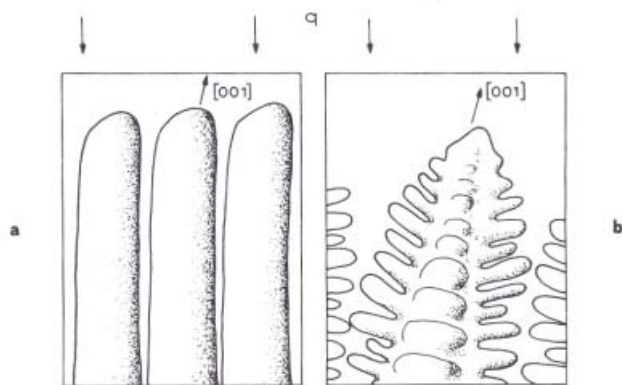
2.6. ábra. Az olvadék koncentrációjának változása a dendrit közelében, G_l hőmérsékletgradiens esetén [9]

A cellák és a primer dendritág távolságok sokkal nagyobbak (nagyjából kétszer akkorák) mint az eredeti perturbációk hullámhossza, amelyekből kialakultak. Normál körülmények között a cellák csak egyirányú kristályosodás közben, vagyis pozitív hőmérséklet gradiens hatására tudnak stabilan növekedni. A dendritek növekedési körülményei a sík front stabil növekedési körülményeitől nagymértékben eltérnek. A dendritek a hőelvonás irányával megegyező (egyirányú kristályosodás), vagy ellentétes (ekviaxiális kristályosodás) irányba növekedhetnek.

A cellás és dendrites kristályosodás sematikus modelljét mutatja a 2.6. ábra. A dendritcsúcs az $X=X_t$ helyen van, a csúcs hőmérséklete (T_t) alacsonyabb az egyensúlyi likvidusz hőmérsékletnél (T_l). Így a csúcson a teljes túlhűlés értéke: $\Delta T = (T_l - T_t)$. A dendritcsúccsal egyensúlyt tartó olvadék összetétele $C_t > C_0$, a csúcs összetétele pedig $C_t > kC_0$ [9].

Az olvadékot és dendritet is tartalmazó rész (az ún. mushy-zóna) $X=X_E$ -től $X=X_L$ -ig tart. Csak olvadék van jelen $X>X_L$ esetén és $X<X_E$ esetén befejeződik a kristályosodás. Az olvadékban levő G_L hőmérsékletgradiens miatt a hő csak a már megszilárdult rész felé távozik. A kétfázisú rész hőmérséklete a dendrit tövéénél levő eutektikus hőmérséklettől (T_E) a dendrit csúcsa felé (T_L) növekszik. A csúcstól távolodva az olvadék hőmérséklete eléri, vagy meg is haladja a T_L egyensúlyi likvidusz hőmérsékletet.

A G_L hőmérsékletgradiens miatt a dendritek között található olvadékban G_L/m_L értékű koncentráció-gradiens van jelen. A mushy-zóna összetétele a dendrit tövéénél levő eutektikus összetételtől (C_E) a csúcs felé (C_L) haladva csökken.



2.7. ábra. A cellák és dendritok növekedési iránya [4]

Cellás kristályosodás esetén csak a cellák csúcsánál figyelhető meg nyoma a kristálytanilag meghatározott irányba való növekedésnek (2.7. ábra). A kristályok növekedését meghatározó tulajdonságok, az olvadék/szilárd határfelület energiájának és a növekedés kinetikájának anizotrópiája miatt a dendritok azonban abba a kristálytanilag meghatározott irányba fognak növekedni, amelyik a legközelebb

áll a hőelvonás q irányához. Az ekvixiális kristályosodás során, ha a hőelvonás izotróp, mint a túlűlt olvadék esetén, a dendritok az összes kristálytanilag meghatározott irányba növekednek.

A kristályos anyagok fizikai, mechanikai tulajdonságai különböző kristálytani irányokban különböző. A kristályos anyagoknak ez az anizotrop viselkedése lehetővé teszi a felhasználás szempontjából jobb (nagyobb szilárdság, keménység, mágneses teljesítmény, jobb villamos és hővezető képesség) tulajdonsággal rendelkező tárgyak előállítását, ha megegyezik az igénybevétel iránya és az a kristálytani irány, amely irányban a tárgy a jobb tulajdonsággal rendelkezik [7].

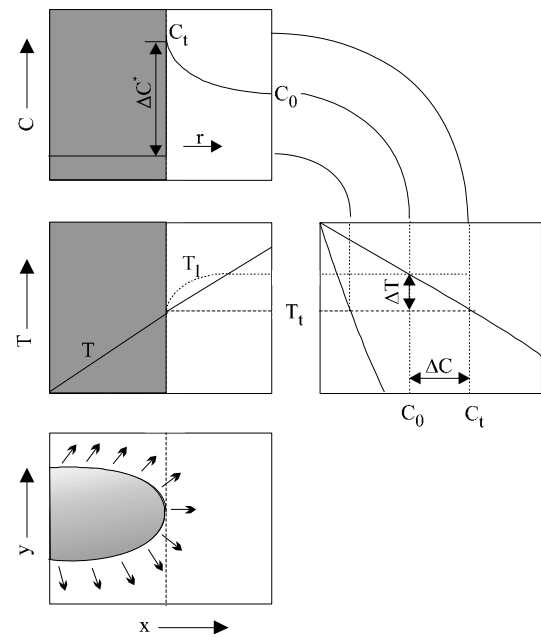
Egy öntvény oszlopos zónájában növekvő dendrit forgási paraboloid alakú csúcsától a dendrit teljes hosszának gyakran kevesebb, mint egy százalékánál, a kezdetben sima felületen perturbációk jelennek meg, hasonlóan ahhoz, ahogyan a sík olvadék/szilárd határfelület esetén történik. Ezek a perturbációk a törzsre merőleges négy irányba növekedve oldalágakat alkotnak. Ha a dendritok törzse közötti távolság elég nagy, ezek a cella alakú szekunder ágak szintén oldalágakat növesztenek, és így alakulnak ki a harmad, és magasabb rendű ágak.

A dendrites szerkezetet a primer (a dendritok törzse közötti) dendritág távolság (λ_1), és a szekunder dendritág távolság (λ_2) jellemzi. A primer dendritág távolság a kristályosodás során

gyakorlatilag nem változik, a szekunder dendritág távolság azonban nagymértékben (λ_2^0 értékről λ_2 értékre) növekszik. Ez a folyamat a szekunder dendritágak durvulása [4].

Amikor az oldalágak csúcsa eléri a szomszédos dendritek diffúziós mezejét, a növekedésük leáll, ettől kezdve csak vastagodnak. A nagyon görbült, ágas-bogas szerkezetnek az olvadékban való hosszas tartózkodása alatt (ez az idő a helyi megszilárdulási idő) nem csak a szekunder dendritágak vastagodása következik be, hanem a harmad és magasabb rendű, sőt a vékonyabb szekunder oldalágak visszaolvadása is gyakran előfordul. Amikor egy szekunder dendritág visszaolvad, a szekunder dendritág távolság azon a helyen a kétszeresére növekszik, ezért ez a folyamat nagymértékben hozzájárul a szekunder dendritágak durvulásához [4].

A kristályosodásnak azt az esetét, amikor a hőelvonás iránya a kristály növekedésének irányával ellentétes, egyirányú vagy irányított kristályosításnak nevezzük. Ebben az esetben a hőelvonás mértéke szabja meg az olvadék/szilárd határfelület sebességét, vagyis az izotermák előrehaladási sebessége kényszeríti a dendriteket egy bizonyos sebességgel való növekedésre, a megfelelő dendritcsúcs túlhűlés mellett. Mindegyik dendrit kisszögű fázishatárt alkot a szomszédaival, sok ilyen dendrit egy szemcsét alkot, a fázishatárok párhuzamosak a dendritek törzsével, és folytonosak a szilárd fázis hossza mentén [7].



2.8. ábra. Oldott atom felhalmozódása különálló dendrit csúcsánál [9]

Az olvadék/szilárd határfelületen összegyűlt oldott atomok miatt a határ hőmérséklete megváltozik (ezt mutatja a 2.8. ábra). Ötvözetben a dendrit csúcsánál levő oldott atomok diffúziójának hajtóerejét a csúcsnál levő koncentrációváltozás (ΔC) és az egyensúlyi koncentrációkülönbség (ΔC^*) hányadosával jellemezhetjük [9]:

$$\Omega = \frac{\Delta C}{\Delta C^*} \quad 2.3$$

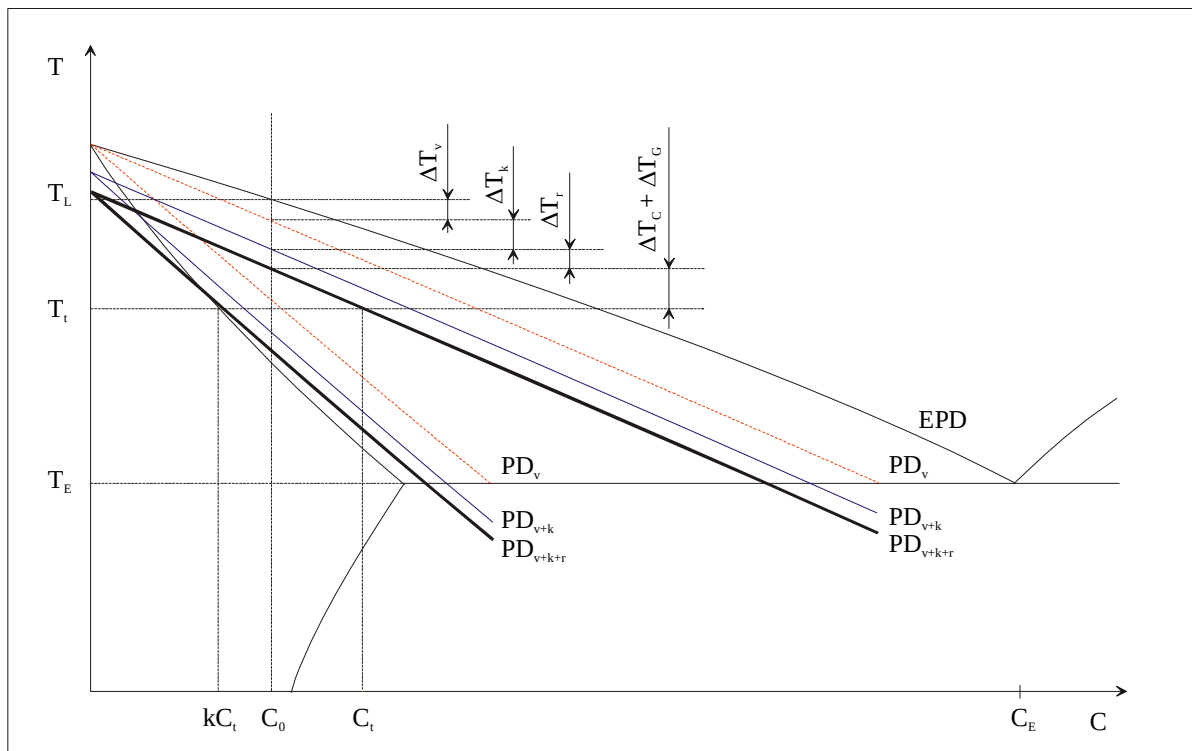
A dendritcsúcs alakja befolyásolja a ΔC^* értékét, a csúcs alakjára pedig hatással van az összegyűlt oldott atom és hő eloszlása [42,43]. Ez a kölcsönhatás nagyon megnehezíti egy egzakt elmélet kidolgozását. Első közelítésben azonban a dendrit alakját paraboloidnak tételezhetjük fel,

amint azt Papapetrou már 1935-ben javasolta [10]. Paraboloid esetére a diffúziós problémát Ivantsov oldotta meg [4].

A dendrit növekedése közben az olvadék/szilárd határfelület hőmérsékletét vagy a koncentrációját az alábbi folyamatok változtatják meg a dendritcsúcsnál [7]:

- termodinamikai korrekció (ΔT_v),
- kinetikai túlhűlés (ΔT_k),
- görbület okozta túlhűlés (ΔT_r),
- az összetételi túlhűlés (ΔT_c),
- gradiens túlhűlés (ΔT_G),
- termikus túlhűlés (ΔT_t).

A túlhűlések egyik csoportja a likvidusz és a szolidusz hőmérsékletet is – vagyis az egész fázisdiagramot – megváltoztatja: Ezek a termodinamikai korrekció, a kinetikai túlhűlés és a görbület okozta túlhűlés. Összegük az egyensúlyi és a sebességfüggő likvidusz hőmérsékletek különbségét adja. A túlhűlések másik csoportja a dendritcsúcs előtt a koncentrációt, és ezáltal a dendritcsúcs hőmérsékletét változtatja meg, a sebességfüggő likvidusz hőmérsékletéhez képest. Ezek az összetételi, a gradiens és a termikus túlhűlés. E három túlhűlés összege egyenlő a sebességfüggő likvidusz hőmérséklet és az olvadék/szilárd határfelület hőmérsékletének különbségével. Ekviaxiális kristályosodás során nem lép fel gradiens, egyirányú kristályosodás során pedig termikus túlhűlés.



2.9. ábra. Az egyirányú kristályosodásnál fellépő túlhűlések [7]

Az egyirányú kristályosodás során fellépő túlhűlések hatását mutatja az egyensúlyi fázisdiagramra és a dendritcsúcs hőmérsékletére a 2.9. ábra. Az ábrán EPD az egyensúlyi fázisdiagramot, a PD_v a termodinamikai korrekciót, a PD_{v+k} a termodinamikai korrekciót és a kinetikai túlhűlést, a PD_{v+k+r} pedig a termodinamikai korrekciót, a kinetikai túlhűlést és a görbület okozta túlhűlést is tartalmazó sebességfüggő fázisdiagramot jelenti.

Az összegzett túlhűlés az egyensúlyi likvidusz hőmérséklet (T_L) és az olvadék/szilárd határfelület hőmérsékletének (T_f) a különbségével egyenlő. Egyirányú kristályosodás esetén:

$$\Delta T = T_L - T_f = \Delta T_v + \Delta T_k + \Delta T_r + \Delta T_c + \Delta T_G \quad 2.4$$

Vizsgálataim során én is egyirányú kristályosítási kísérleteket végeztem [12] [53] [54] [127].

2.2. Megszilárdulással kapcsolatos modellkísérletek

Fémes anyagaink nagy része dendrites kristályosodással szilárdul meg. A dendritek mérete, alakja, és orientációja jelentős hatással van az acélok, az alumínium és az autó illetve repülőgépiparban használt szuperötvözetek szilárdságára és tartósságára. Ezen okok miatt a dendrites kristályosodás folyamatainak a megértése nagyban segíti az iparban alkalmazott technológiák fejlesztését.

A kristályosodás vizsgálatával kapcsolatban különböző kísérleti és vizsgálati problémák merülnek fel. A problémák elkerülése érdekében a kutatók különböző modellanyagokat használnak [13]. Az alkalmazott modellanyagokat két nagy csoportra oszthatjuk: fémes modellanyagok és nemfémes, átlátszó modellanyagok.

A következő fejezetekben a modellanyagokat fogom bemutatni példák segítségével.

2.2.1. Modellkísérletek fémes anyagokkal

Az alkalmazott modellanyagok egy része alacsony olvadáspontú fémötvözet (pl. Pb-Sn, Pb-Sb, Sn-Ag, Al-Bi, Bi-Sn, Ge, Ga-In, Al-Cu [3] [14] [15] [16] [17] [18] [19] [20] [21] [22] [23] [24] [25] [26] [27] [28] [29]), melyek alkalmazásával a kristályosodás kísérleti része általában leegyszerűsödik. Azonban a szerkezetvizsgálat végrehajtása ezekben az esetekben is meglehetősen bonyolult.

A következő táblázatban (2.1. táblázat) a teljesség igénye nélkül összefoglalom a témával kapcsolatos vizsgálatokat, kísérleteket és eredményeket.

2.1. táblázat. Vizsgálatok fémes modellanyagokkal

Szerzők	Vizsgált mintaanyag	Vizsgálati módszer	A vizsgálatok céljai	A vizsgálatok eredményei
Kraft és szerzőtársai [2]	Al4wt%Cu, Ni15wt%Cr	Irányított kristályosítás.	A túlhűlés hatásainak vizsgálata a mikroszegregáció modellezésével.	Olyan modell született, mely alkalmas a vizsgált anyagok dendritág távolságának és koncentráció eloszlásának, illetve a második fázis mennyiségének és minőségének az előrejelzésére, minden lehűlési sebesség esetén.
Magyari [13]	Al4,4wt%Cu	Irányított kristályosítás, mikrogravitációs környezetben.	A kétalkotós szilárd oldatok kristályosodási folyamatainak megismerése.	A kristályosítás során az először dermedő részek az olvadék alakját befagyasztották, így lényegében félgömbszerűen dermedtek meg. A próbatestek utoljára kristályosodó végein szívódási üregek keletkeztek. Egyes próbatestekben jelentős koncentrációkülönbség alakult ki, ami arra utal, hogy az olvadék mikrogravitációs körülmények között is mozgott.
Rochaa és szerzőtársai [15]	Sn1.5wt%Pb Sn2.5wt%Pb Sn5wt%Pb	Irányított kristályosítás, változó nagyságú hűtési sebességgel.	A cellás/dendrites átmenet megtalálása a hűtési sebesség változtatásával, és az eredmények összehasonlítása analitikai modellekkel.	Az Sn1.5wt%Pb öntvények mikroszerkezete teljesen cellás, az Sn5wt%Pb öntvényeké teljesen dendrites. Sn2.5wt%Pb öntvényeken kimutatták a cellás/dendrites átmenetet, miközben a hűtési sebesség 0.28 K/s-tól változott 1.8 K/s-ig
Eckert és szerzőtársai [16]	Pb85wt%Sn, Pb25wt%Sn	Irányított kristályosítás, forgó mágneses mezőben.	Milyen befolyásoló hatással van a forgó mágneses mező a kristályosított anyag szerkezetére.	Az olvadékban kialakuló áramlás befolyásolja a kristályosodási paramétereket (növeli a hőáramlás sebességét, csökkenti a hőmérséklet gradiens), és az öntvény mikroszerkezeti tulajdonságait.
Koster [18]	Ga-In	Irányított kristályosítás és visszaolvasztás.	A kialakuló sűrűségeloszlás láthatóvá tétele.	A természetes konvekciós áramlás hatására a gravitációval megegyező, vertikális irányban szegregáció alakul ki az olvadékban (nehéz In).
Ji és Fan [19]	Sn15wt%Pb	Kristályosítás nagy nyírási sebesség, és intenzív keverés mellett.	Milyen mikroszerkezet alakul ki nagy nyírási sebesség és nagy intenzitású keverés mellett.	Nagy nyírási sebesség és nagy intenzitású keverés mellett finom szerkezet alakul ki. Kis nyírási sebesség és kis intenzitású keverés mellett rozettás mikroszerkezet alakul ki, növelve a nyírási és a keverés intenzitását, a morfológia szferoidos lesz.

A 2.1. táblázat folytatása

Szerzők	Vizsgált mintaanyag	Vizsgálati módszer	A vizsgálatok céljai	A vizsgálatok eredményei
Yu és szerzőtársai [20]	Pb-Sb	Irányított kristályosítás.	A cella/dendrit tömbök csúcsainak morfológiáját vizsgálták úgy, hogy hirtelen lehűtés után felszeletelték a kapott mintát, és 3D-s képrekonstrukciós eljárást alkalmaztak.	A csúcssugár értékek és a legközelebbi szomszédok távolságának a szórása nagy volt. Az értékek szórását a természetes konvekció okozza, ami makroszegregációt hoz létre az irányítottan kristályosított minta hossza mentén.
Sigelko és szerzőtársai [21]	Sn-Ag	„Irányított” forrasztás a kiválasztott forrasztóanyaggal, különböző vastagságban és lehűlési sebességgel.	Hogyan alakul a hűtési sebesség függvényében a dendrites mikroszerkezet. Milyenek a Cu ₆ Sn ₅ szemcsékkel erősített SnAg mechanikai tulajdonságai a hűtési sebesség függvényében.	Eredményeik alapján a dendritek méretének, orientációjának és elhelyezkedésének nincs szignifikáns hatása az előállított forrasztanyag kötésének mechanikai tulajdonságaira.
Witusiewicz és társszerzői [22]	Bi-In-Sn	Irányított kristályosítás.	Alacsony olvadáspontú fémötvözet in situ fénymikroszkópos vizsgálata.	Sikerült megfigyelni a három fázisból álló szabályos, lemezes eutektikum növekedését. A lemeztávolságok megegyeztek a vizsgálatnál alkalmazott különböző növekedési sebességek esetén.
Rosa és társszerzői [24]	Al-Cu Al-Si (mindkettő hipoeutektikus)	Nem állandósult állapotú, irányított kristályosítás, a gravitációs vektor irányával párhuzamosan.	Milyen hatása van a hőáramlásnak a tercier dendritág távolságra.	Al-Cu: A primer és tercier dendritág távolság értéke csökken a gravitációs vektorral azonos irányú kristályosítás esetén. Al-Si: A primer dendritág távolság értéke csökken, a tercier dendritág távolság értékére nem, vagy csak kis mértékben van hatása a hőáramlásnak.
Yoshioka és szerzőtársai [29]	BiSn SCN-aceton	Irányított kristályosítás.	Mi a kapcsolat a hőáramlás és a kristályosodó mikroszerkezet között.	A dendritcsúcs sugár értéke függ a növekedési sebességtől. A primer dendritág távolság értéke különböző a cellás és dendrites kristályosodás esetén és fordítottan arányos az aktuális növekedési sebesség négyzetével.

Az összefoglalóból kitűnik, hogy milyen nehézségekkel néz szembe az, aki valamilyen fém anyag alkalmazásával szeretné vizsgálni a kristályosodási folyamatokat. A legnagyobb problémát az okozza, hogy a fémek nem átlátszóak, ezért a lezajló folyamatok követése meglehetősen nehéz. Bár az utóbbi években már kialakultak olyan módszereket, melyek lehetőséget adnak fém anyagok kristályosodási folyamatainak a megfigyelésére, de ezek alkalmazása még nem terjedt el. Napjainkban is főleg a kialakult szilárd szerkezet geometriai paramétereinek a meghatározásából próbálnak visszakövetkeztetni a megszilárdulás során változtatott paraméterek hatásaira.

2.2.2. Modellkísérletek nemfém modellanyagokkal

A modellanyagok másik csoportját olyan nemfém anyagok alkotják, melyek átlátszóak és kristályosodási szempontból a fémekhez hasonló módon viselkednek. Glicksman az ilyen anyagokat a következőképpen jellemzi: „Az úgynevezett műanyag kristályok szerves és szervetlen molekulás szilárd anyagok osztályába tartoznak, sok közülük közel izotróp köbös szerkezetű, ... ebben a tekintetben az egyszerű fémekkel analógnak tekinthetők a megszilárdulás tanulmányozásában, ...” [29]. Az átlátszó anyagok alkalmazásának óriási előnye az, hogy közvetlenül megfigyelhető a kristályosodási folyamat, így a geometriai paraméterek (primer, szekunder dendritág távolság, dendritcsúcs sugár, stb.), és az összes többi szerkezeti jellemző (alaktényezők, fajlagos felület, stb.) mikroszkópon keresztül, mindenféle előkészítés nélkül vizsgálható. Az alábbi modellanyagok alkalmazása terjedt el:

- Szukcinonitril (vagy SCN) [13] [29] [30] [31] [32] [33] [34] [35] [36] [37] [38] [39] [40] [41] [42], -aceton [36] [39] [43] [44] [45] [46] [47] [48] [49] [50] [51] [52] [53] [54] [55] [56], -etanol [43], -glicerín [57] [58], -kámfor [48] –kumarin152 [33] [59] [60], -polietilén-oxid [48] [61], -szalol [40] [44] [45] [56], -víz [56] [62] [63] [64] [65], -((amino-metil-propándiol)-kámfor-(neo-pentil-glikol)) (SCN-AMPD-DC-NPG) [66]
- (ammónium-klorid)-víz [62] [63] [67] [68]
- trimetil-ecetsav (PVA) [35] [58] [69], -etanol [44] [45] [67]
- tetrabrom-etán [70] [71]
- hexaklór-etán [72]
- cyclohexanol [73]
- xenon [74] [75] [76] [77]

A különböző modellanyagok alkalmazása egymástól lényegesen eltérő kísérleti nehézségekkel jár. Talán a legkedvezőbb tulajdonságokkal a szukcinonitril alapú modellanyagok rendelkeznek, melyek az irodalmi adatok alapján is a leggyakrabban használatosak. A 2.2. táblázat példákat mutat a nemfém modellanyagokkal végzett kísérletekre.

2.2. táblázat. Vizsgálatok nemfémek modellanyagokkal

Szerzők	Mintaanyag(ok)	Vizsgálati módszer	A vizsgálatok céljai	A vizsgálatok eredményei
Georgelin és Pocheau [32]	SCN	Irányított kristályosítás.	A hőmérséklet gradiens milyen hatással van az oldalágak megjelenésére cellás kristályosodás esetén.	A hőmérséklet gradiens növekedésével oldalágak fejlődnek ki a cellákon.
Li és Beckermann [36]	SCN-aceton	Ekvixiális kristályosítás.	Ekvixiális növekedés modellezése, befolyásoló tényező a hőmérséklet hatására kialakuló áramlás.	A megalkotott modell alapján számított dendritcsúcs növekedési sebesség kis koncentrációértékeknél jó egyezést mutat Chopra és szerzőtársai kísérleti eredményeivel [124].
Miyata és Tanaka [40]	SCN	Irányított kristályosítás.	Mi a kapcsolat az olvadékáramlás és a kristályosodó mikroszerkezet között.	Az olvadék áramlása hatással van a kristályosodás során kialakuló szerkezet morfológiájára, de nagyon nehéz megmondani, hogy mit is okoz az intenzív olvadékmozgás a dendritcsúcs közvetlen közelében.
LaCombe és szerzőtársai [42]	SCN	Nyomás változtatható ballon.	Használható-e kristályosításnál a Clapeyron-effektus (nyomás hatására változik az olvadáspont).	A nyomás változtatásával sikerült változtatni a SCN olvadáspontját. A folyamat befolyással van az olvadék/szilárd rendszer jellemzőire, pl. a túlűtés mértékét is megváltoztatja.
Ding és szerzőtársai [43]	SCN-etanol, SCN-aceton	Irányított kristályosítás.	Primer dendritág mérés és az eredmények összehasonlítása elméleti modellekkel.	Az eredmények kis λ_1 esetén megfelelnek a Hunt-Lu modellnek két és háromdimenziós esetben is, és jó az egyezés a Warren-Langer modellel is nagy sebességek esetén. Nagy λ_1 esetén viszont az eredmények a Hunt-Lu modell helyességét cáfolják.
Kauerauf és szerzőtársai [49]	SCN-aceton	Irányított kristályosítás.	Sík-cellás átmenet vizsgálata.	Ábrázolták az átalakult terület mennyiségét a kristályosodási út függvényében (különböző kristályosítási sebességek esetén). Nagyobb sebességeknél gyorsabban történt meg az átalakulás.
Wu [58]	SCN-glicerín, PVA	Mikrogravitációs kristálynövesztés.	Földi körülmények között nem egyesíthető anyagok egyesítése.	Bebizonyosodott, hogy mikrogravitációs körülmények között egyesíthetők olyan anyagok (szukcinonitril-glicerín), melyek földi körülmények között nem. A kísérletet megvalósították fémekkel is, és megfigyelték, hogy az alumínium mátrixban indium szálak kristályosodtak.

A 2.2. táblázat folytatása

Szerzők	Mintaanyag(ok)	Vizsgálati módszer	A vizsgálatok céljai	A vizsgálatok eredményei
Losert és szerzőtársai [59]	SCN-kumarin152	Irányított kristályosítás.	Hogyan fejlődik ki a síkfronttal kristályosodó olvadék/szilárd határfelületből a dendrites szerkezet.	A fluoreszkáló kumarin 152 segítségével közvetlenül megfigyelték a kezdetben síkfrontosan kristályosodó olvadék/szilárd határfelület előtti olvadékban kialakuló koncentrációs viszonyokat. A hőáramlási viszonyokat az UV elnyelés segítségével mutatták ki.
Weiss és szerzőtársai [65]	SCN-víz	Irányított kristályosítás, kör keresztmetszetű mintatartóban.	A felület görbületének a hatását vizsgálták a cellás és dendrites mikroszerkezetre.	Cellák: a határfelületen folyamatosan keletkeztek új cellák, melyek befelé növe bár elhaltak, de miattuk nem tudott kialakulni stacionárius szerkezet. Dendritok: a helyi dőlés erősen befolyásolta a dendrit növekedési irányát, így a dendritok mindenféle irányítottság nélkül nőttek.
Sturz és szerzőtársai [66]	1,6wt%AMPD-45,5wt%DC-18,5wt%NPG-34,4wt%SCN	Irányított kristályosítás.	Szabályos binér és ternér eutektikum növekedésének vizsgálata szerves ötvözetrendszerekben.	Az említett kvaternér szerves ötvözetben három különböző szilárd fázis alkotott szabályos eutektikumot. Sorrendjük ABCBABCBA, ahol A: SCN(+AMPD), B: DC(+AMPD), C: NPG(+AMPD).
Ramani és Beckerman [67]	NH ₄ Cl-víz	Ekviaxiális kristályosítás.	A dendritcsúcs növekedési sebességét mérték, miközben a keletkező dendritok lefelé üledtek a vizes oldatban.	A csúcs növekedési sebessége több, mint két nagyságrenddel nagyobb volt, mint tisztán diffúziós környezetben
Guimmarra és szerzőtársai [69]	PVA	Irányított kristályosítás, földi és mikrogravitációs körülmények között.	A szekunder dendritágak kialakulását vizsgálták.	Ha van diffúzió és konvekció, akkor az első megjelenő szekunder dendritág és érzékelhető durvulás csúcstól való távolsága független a túlhűtés mértékétől, és kissé függ a konvekciótól. Mikrogravitációs körülmények között az első megjelenő szekunder dendritág és érzékelhető durvulás távolabb van a csúcstól.
Singer és Bilgram [74]	xenon	Irányított kristályosítás.	A szekunder dendritágak vastagsága mennyire felel meg a Brener-féle analitikai előrejelzésnek. [78]	Kísérleti adatok alapján rekonstruálták a xenon dendritok háromdimenziós alakját. A rekonstruált dendriteket összehasonlítva a fázismező szimulációval előállított dendritekkel, jó egyezést mutattak ki.

A nemfémek, átlátszó mintaanyagok használata a kristályosodási folyamatok modellezésére nagyon elterjedt. A vizsgálatoknak nagy gyakorlati jelentősége van, ami abból is látszik, hogy az elért eredményeket sokan alkalmazzák pl. kristályosodási modellek tökéletesítésére. A mérések során még itt is elsősorban a geometriai paraméterek meghatározását részesítik előnyben, de vannak szerzők, akik már próbálkoznak pl. alakjellemzők mérésével is. Sokan felhívják a figyelmet arra, hogy a vizsgálataik szoros kapcsolatban állnak a mikrogravitációs kutatásokkal, néhány szerző párhuzamosan folytat méréseket földi és csökkentett gravitációs viszonyok között. Mivel a mikrogravitációs vizsgálati lehetőségek száma csekély, költségük viszont rettentő nagy, a modellanyagok segítségével végzett kísérletek jelentősége nem csökken.

2.3. Megszilárdulás vizsgálata növelt és csökkentett gravitációs térben

Számos olyan jelenség és földi technológia van, amelyben a gravitáció fő, vagy mellérendelt szerepet játszik. Sokan állítják azt, hogy az emberiség nagy korszakai egy-egy új mesterséges anyag kitalálásához, illetve előállításához kötődnek. Ezért tekintenek nagy várakozással az űranyag-technológiára is, mint új anyagok és új tudás forrására, annál is inkább, mert az űrkutatás, mint új anyagokat követelő megrendelő, és mint különleges anyagfejlesztő laboratórium nagy lendületet adott az anyagtudománynak [79]. Azonban nemcsak a súlytalan állapotnak, hanem a növelt gravitációnak is befolyásoló hatása van többek között az olvadék állapotú anyagok kristályosodási folyamataira [80].

Disszertációmnak célja, hogy bemutassa a mikrogravitációs kísérleteket és kísérleti berendezéseket, ezért azokkal foglalkozom részletesebben.

2.3.1. Vizsgálatok növelt gravitációs térben

Növelt gravitációs térben a gravitáció hatására fellépő konvekció mértéke jelentősen megnő, és ez lehetővé teszi, hogy megállapítsuk az anyagi folyamatokra gyakorolt pontos hatását a gravitációnak és a kapilláris erőknek. A vizsgálatok segítenek megérteni a szegregációs folyamatokkal és a szennyezők eloszlásával kapcsolatos nyitott kérdéseket is, és mintegy előkészítik a mikrogravitációs kísérleteket.

Növelt gravitációs teret óriáscentrifuga segítségével hoznak létre. Számos jelenség vizsgálata folyik, melyekből kiemelnék néhányat.

- Eutektikum alakjának, lemeztávolságának vizsgálata a gravitáció és a hűtési sebesség nagyságának a függvényében (AlNi, BiCd, PbSn, SnZn, ...) [81] [82].
- Különleges anyagok vizsgálata (pl. fémüvegek [83]) különböző nagyságú gravitációs terekben.
- Szennyeződések, ötvözők eloszlásának vizsgálata a gravitáció mértékének a függvényében [84].

- Folyadékok és az olvadék/szilárd határfelület viselkedésének a tanulmányozása növelt gravitációs térben [85].
- Technológiai folyamatok vizsgálata, modellezése (pl. hegesztési varrat tulajdonságainak tanulmányozása [86]).

2.3.2. *Vizsgálatok csökkentett gravitációs térben*

Az „anyagtudomány az űrben” egy kicsi, de kihívásokkal teli része az anyagtudománynak [87]. Mikrogravitációs környezetben a megszilárdulási és kristályosodási mechanizmusokat anélkül vizsgálhatjuk, hogy a konvekciós hő- és tömegáram zavaró tényező lenne. A csökkentett gravitációról az űr természetes módon gondoskodik, és ez fontos eszköz az anyagtudomány alapkutatási témáiban. Mivel mikrogravitációs környezetben különleges igényeket támasztó vizsgálatokat tudunk véghezvinni, ezért az anyagtudomány egészen újszerű megközelítésére van lehetőségünk.

Az űr-anyagtudományi vizsgálatok lassan három évtizedes múltra tekintenek vissza. A kristályosodási és megszilárdulási folyamatok nagyon érzékenyek az olvadékáramlásra és a szedimentációs hatásokra. A következő módokon lehet létrehozni mikrogravitációt:

- ejtőtoronyban,
- hőlégballonon,
- parabolikus repüléssel,
- hangsebességű rakéta (sounding rocket) segítségével,
- űrrepülőgépen,
- űrállomáson,

Minden vizsgálat több éves intenzív előkészítést igényel, nagyon magas a vizsgálatok költségigénye és nem szabad hibázni. A mikrogravitáció hatásait vizsgáló kísérleti berendezések feljuttatási lehetőségei az űrbe elég ritkák és az űrállomás programok késése, illetve akadozása következtében korlátozott időtartamúak is. Ezen okok miatt sok olyan anyagtudományi vizsgálat folyik a Földön, ami nem tud kilépni az űrbe.

A következőkben röviden bemutatom azokat a mikrogravitációs kutatási területeket, melyek valamilyen módon kapcsolódnak az anyagtudományhoz és a munkámhoz [88] [89].

- **Anyagtranszport folyamatok:** földi körülmények között nem lehet vizsgálni a felületi feszültség által hajtott áramlásokat (Marangoni-konvekció), mivel mindig összekeverednek a gravitáció hajtotta áramlásokkal. Ugyanakkor ezek az áramlások nagy jelentőséggel bírnak különböző folyamatoknál (nedvesítés, hajszálcsovésség, felületaktív anyagok, hegesztés) és ez szabja meg a buborékok és lebegő cseppek mozgását a folyadékokban. [90]

- **Többfázisú anyagkeverékek mozgása:** a habok, emulziók, szuszpenziók viselkedését jelentős mértékben meghatározza a gravitáció. Ezek a jelenségek mikrogravitációs környezetben sokkal megbízhatóbban megismerhetők. A folyadékmozgás az űrben egy sor folyamatot befolyásol: pl. az égést és a dermedést is. Az űrben való viselkedés lényege az ülepedés redukálódása, és a felületi erők fokozott szerepe. Napjainkban az egyik „slágertéma” a habok mikrogravitációs körülmények közötti vizsgálata (az eddigi kísérletek kimutatták, hogy csökkentett gravitáció mellett sokkal homogénebb szerkezetű hab gyártható) [91] [92].
- **Nagymértékű túlhűtés:** ha az olvadék lebeg, akár több száz fokkal is az olvadáspontja alá hűthető (pl. Ti: 350°C-os, Ir: 430°C-os túlhűtés is elérhető) [91]. Az erős túlhűtés hatására új, metastabil fázisok jönnek létre. Földi körülmények között csak kisméretű anyagok lebegtethetők, de az űrben ez a korlát eltűnik.
- **Csíráképződés és növekedés:** tudományos és gyakorlati szempontból is nagyon fontos megérteni, hogy milyen tényezők befolyásolják a csíráképződést. Gyakorlati szempontból a csíráképződés és a vele együtt járó túlhűlés és nagy sebességű megszilárdulás olyan egyedi fázisokat és mikroszerkezetet alakít ki, mely jelentős lendületet adhat új anyagok kifejlesztésének [92].
- **Eutektikus kristályosodás:** az űrkísérletek többsége azt mutatja, hogy az atomok szétválásában szerepet játszik a konvekció (finomabb, rendezettebb lesz az anyag, ha az űrben szilárdul meg). A mangán-bizmut szálas eutektikum űrben megszilárdult mintáin sikerült elérni az elméletileg megjósolt mágneses tulajdonságok maximumát, ami a Földön nem valósítható meg [79]. Kínai kutatók Al-Al₃Ni eutektikus ötvözetet vizsgáltak és úgy találták, hogy az űrben megszilárdult minta sokkal kevesebb hibát tartalmaz. A mikrogravitációs körülmények között megszilárdult mintán mért eutektikus távolságok átlaga nagyobb, szórási intervalluma pedig szélesebb volt [93].
- **Monotektikus, egymással nem keveredő ötvözetek kristályosodása:** a megszilárdulás előtt eltérő összetételű olvadékcseppek keletkeznek, melyek a gravitáció miatt a keletkezési helyükről elúsznak, így földi körülmények között igen heterogén szerkezetű anyag keletkezik [94]. Űrkísérletek során felismerték a cseppek elúszásának egy másik okát is, a Marangoni-konvekciót. Így ma már a Földön is tudunk olyan AlSiBi csapágyanyagokat gyártani, amelyek kívül épek, belül pedig bizmut-cseppekkel vannak teli. Az ilyen anyagból készített siklócsapágy kívül kemény, belül pedig a lágy bizmut-cseppek remekül kenik a bennük forgó tengelyt. Az Al és az In földi körülmények között nem keveredik. 1997 végén történt az a kísérlet, melynek során az alumíniumot és az indiumot reprezentáló szukcinonitrilt és glicerint (melyek a Földön szintén nem

keverednek) próbálták összekeverni. Az asztronauták 12 db különböző összetételű mintát készítettek. Az üveglapok közé töltött minták közül az 50% glicerint volt a „mágikus átmenet”, melynél tökéletesen megvalósult a nedvesítés. Ez volt az első lépés, bebizonyosodott, hogy mikrogravitációs körülmények között egyesíthetők olyan anyagok, melyek földi körülmények között nem. A későbbiekben ezt a kísérletet megvalósították az eredeti fémekkel is, és megfigyelték, hogy az alumínium mátrixban indium szálak kristályosodtak [58].

- **Dendrites kristályosodás:** ez az a folyamat, mellyel én is foglalkozom. A konvekciómentes űrkísérletek lehetővé tették a dendrites kristályosodás pontosabb leírását. Ez nagy jelentőségű előrelépés, hiszen az iparban használatos fémek (pl. Fe, Cu, Al) valamennyien dendritesen kristályosodnak. A dendrites kristályosodással kapcsolatos vizsgálatokat az előző fejezetekben már összefoglaltam, de a kutatási területek felsorolása után még visszatérek erre a témára.
- **Egykristályok:** cél, hogy a kristályokba bejuttatott adalékok eloszlása egyenletes legyen. Földi körülmények között azonban, mivel az olvadék áramlik, az anyagban mindig vannak inhomogenitások. Mivel a Marangoni-konvekció az űrben is működik, így hibamentes kristály gyártása leghatásosabban erős mágneses térben lehetséges. A mikrogravitációs egykristály növesztésnek az a jelentősége, hogy a fal és a megdermedt anyag közötti kölcsönhatásokból adódó kristályhibákat megszünteti. Az űrben végrehajtott vizsgálatokhoz általában InSb ötvözetet és adalékolt Ge-t használnak, Bridgman-féle berendezésben. Fal érintkezés nélküli kristálynövesztéshez az úgynevezett „lebegő zóna” (floating-zone) technikát alkalmazzák. Összetett félvezetőanyagokat is alkalmaznak, mint pl. GaAs-t vagy GaSb-t, amely kristályok földi körülmények között nem növeszthetők megfelelő nagyságban [87].
- **Termofizikai tulajdonságok mérése:** ezek alapkísérletek, de nagy jelentőséggel bírnak, hiszen földi körülmények között az olvadékok diffúziós együtthatójának, viszkozitásának, felületi feszültségének, hővezető-képességének a meghatározását a konvekció olyan erősen zavarja, hogy a mért adatok nagyon pontatlanok. Ilyen kísérletekkel határozták meg nagy pontossággal például az ón-, bizmut-, antimonolvadékok öndiffúziós együtthatóját, melyek teljesen megváltoztatták az olvadékok szerkezetéről alkotott korábbi képünket [97].
- **Skin-technológia:** az űranyagtechnológia egyik fontos területe, ahol a formatöltést végző gravitációs erőt nedvesítési erőkké helyettesítik (hogy a megdermedt testnek megtervezhető egyen az alakja).

- **Polimerek:** ide tartozik például a monodiszperz rendszerek és speciális polimer vékonyrétegek előállítása.
- **Kerámiák, üvegek:** a lebegtetéses technika, a forma nélküli olvasztás és dermedtés alkalmas arra, hogy az üveg előállítási lehetőségeket kiszélesítse. Nagy jelentősége van még a molekulaszűrőnek és katalizátorhordozónak használt szintetikus kerámiák mikrogravitációs körülmények között történő előállításának.
- **Égéscél:** az égés többnyire olyan oxidáció, ahol az égéstermék forró gáz. Az űrbeli berendezések egy részének a tervezésekor nélkülözhetetlenek a mikrogravitációs égésvizsgálatok. Az eredmények elsősorban a rakétafejlesztésben és az energetikai iparban közvetlenül hasznosulnak, ezért a kísérleteknek csak kis részét hozzák nyilvánosságra.
- **Kísérleti berendezések építése:** ez egy rettentő nagy kihívás, hiszen az önmagában is igen szigorú követelmények (működési megbízhatóság, tartósság, kis energiafogyasztás és tömeg, ütés-, rezgés-, sugárzás-, hőmérsékletállóság, távirányíthatóság, adatbőség) mellé plusz feladatként társul, hogy a berendezés működés közben nem okozhat mechanikai impulzusokat. Ezek a kihívások sokféle űrkristályosító berendezés megalkotását eredményezték, melyek közül elsőként a Miskolci Egyetemen fejlesztett Univerzális Sokzónás Kristályosító (UMC) valósította meg a „teljes mozdulatlanságot”. Az USA kristályosodási kísérleteit az USMP1-4 missziók során alkalmazott berendezésekkel valósította meg [97]. Az Európai Űrügynökség (ESA) által épített kristályosító és hűtő kemence (MSL-SQF) fejlesztése jelenleg is folyik [98].

2.3.3. *Vizsgálatok változó nagyságú gravitációs térben hazánkban*

Magyarországon az első mikrogravitációs kísérletek 1980-ban, Farkas Bertalan űrutazásával kapcsolatban történtek. Később a Mir űrállomás egyik kemencéjének hőtechnikai modellje készült Magyarországon. Ezután évekig az AlNi eutektikum megszilárdulásának tanulmányozása folyt, növelt gravitáció mellett Csillagvárosban egy óriáscentrifugában és csökkent gravitáció mellett Brémában a ZARM ejtőtornyában [100].

Hazánkban a kristályosodással kapcsolatos mikrogravitációs kísérleti eszközök készítése és fejlesztése is folyik. 1986-ban az Interkozmosz keretében a miskolci kutatók megkezdték az ABC sokzónás kristályosító berendezés építését, amely abban egyedülálló, hogy belsejében a minta nem mozog, hanem a hőmérsékleti profilokat elektronikus úton stabilizálják, és vándoroltatják a minta hossz tengelye mentén. Később Miskolcon űrberendezések tervezésére, gyártására és fejlesztésére szakosodott cég jött létre Admatis néven, mely rekordidő alatt építette meg a NASA által kiírt tender szerinti kristálynövesztő sokzónás berendezést. Azóta a miskolci űrkemence egy példánya Huntsville-ben kristályosítási feladatokat lát el [101]. Hangsúlyozandó, hogy a NASA

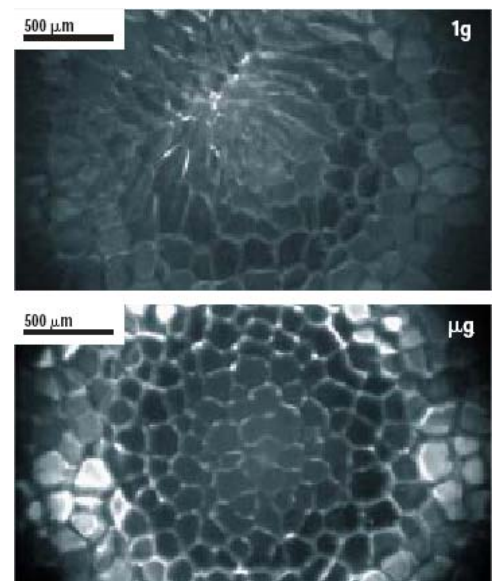
kristálynövesztési projektjeinek eredményei közül több mint 50% közvetlenül hasznosul a Földön. A miskolci űrkemence most arra vár, hogy folytatódjon az ISS építése, és feljuthasson az űrállomás valamelyik moduljába [102].

2.3.4. A kristályosodás vizsgálata mikrogravitációs körülmények között

Kapcsolódva a disszertáció témájához, tudnivaló, hogy a fémek mikroszerkezete döntően attól függ, hogy dermedésük során milyen atomi mozgások történnek. Ezen mozgások egyik csoportjának hajtóereje a gravitáció. A gravitáció mozgatta áramlások szerepe ma még csak részben ismert és csak pontosan végrehajtott mikrogravitációs kísérletekkel lehetséges az előrelépés, hiszen mikrogravitációs körülmények között a fémolvadékokban a sűrűségkülönbség hatása nem jelentkezik ilyen határozottan. A dendrites, cellás, eutektikus, monotektikus kristályosodás törvényeinek a korrigálása azért is fontos, hogy jobb földi gyártástechnológiák születhessenek [99]. A mérnöki gyakorlatban azért használnak dendrites növekedési modelleket, hogy előre tudják jelezni a fémek szilárdságát és alakíthatóságát. A kutatók akkor tudnak jobb modelleket kifejleszteni a dendrites kristályosodás jellemzésére, ha először megértik, mi történik gravitációmentes környezetben. Ahogy Glicksman is mondja „*a konvekció hatását megszüntetve, mint egy tisztán diffúziós folyamatot tudjuk vizsgálni a dendrites növekedést*” [58].

Az első vizsgálatok az űrben az ekvixiális kristályosodás területével foglalkoztak. A kísérletek eredményeképpen kapott szemcseszerkezet sokkal szabályosabb volt, mint a földi vizsgálatok alkalmával. Ez kiindulópontként szolgált a szemcsenövekedés mechanizmusának a jobb megérthetőségéhez.

Ha egy kétfázisú, transzparens modellanyagot nem facettálva kristályosítunk, a földi kísérletek eredményeképpen deformált felület keletkezik, és ezen a felületen nem lehet a kialakult mintázatot kvantitatív módon kiértékelni (2.10. ábra). Ezzel ellentétben, ha a mintaanyagot az űrben kristályosítjuk, tiszta felületet kapunk, melyen kevés hibával terhelt, közel hexagonális mintázat alakul ki (2.10. ábra). Az űrben irányított dendrites kristályosodás esetén tisztán diffúziós hő és tömegtranszport mellett túlnyomóan szabályos mintázatú, nagy dendritekből álló szerkezet alakul ki. Az űrben növesztett, irányított dendrites szerkezet sokkal szabályosabb dendriteket eredményez, melyeknek a mérete is ~30%-kal nagyobb, mint a földi, azonos paraméterek melletti kristályosodás esetén. Irányított kristályosításnál cél, hogy egy irányban álló szálak nőjenek az alapanyagban, és így különlegesen



2.10. ábra. SCN-0,075n°/acetone ötvözet celláinak felülnézeti olvadási/szilárd határfelülete 1g és μ g alatt [87]

anizotróp anyag álljon elő. Ilyen, szigorúan párhuzamos szálakból álló anyag csak akkor dermed, ha a zavaró folyadékáramlásokat megszüntetjük [87].

A dendritcsúcs növekedési sebessége, sugara és alakja, a primer, szekunder dendritág távolságok mind-mind olyan paraméterek, melyek meghatározzák a késztermék mechanikai tulajdonságait. Ezeket a paramétereket jelentős mértékben befolyásolja a gravitáció hatására fellépő konvekció. Ezért nagy a jelentősége a mikrogravitációs körülmények között végzett kristályosodási kísérleteknek, ahol gravitációmentes viszonyok között tudjuk vizsgálni a folyamatokat [6].

Újabban sokan foglalkoznak a forgó mágneses mezőben történő dendrites kristályosodás témakörével is. A mágneses mező segítségével lehetőség van irányítani az olvadékban az áramlásokat és így vizsgálni pl. Al ötvözetekben a konvekció hatását [25] [26] [27].

A mikrogravitáció lehetővé teszi, hogy olyan dolgokat valósítsunk meg a fémekkel, amit a Földön nem lehet. Az eddigi eredmények bebizonyították, hogy nagyon fontosak a mikrogravitációs körülmények között végzett kísérletek, mert azzal, hogy megértjük a megszilárdulás közben lejátszódó folyamatokat, többek között [58]:

- fejleszteni tudjuk a fémek előállítási technológiáit és növelni a hatásfokukat,
- redukálni tudjuk a költségeket,
- lehetőségünk van arra, hogy speciális tulajdonságú új ötvözeteket hozzunk létre,
- pontosítani tudjuk a matematikai modelleket, melyek segítségével előre lehet jelezni az anyagok tulajdonságait.

Ebből az összefoglalóból is látszik, hogy mikrogravitációs körülmények közötti anyagtudományi vizsgálatok nagyon fontosak, és az érdeklődés középpontjában állnak. Be kell látnunk azonban, hogy ezek a kísérletek nagyon költségigényesek és csak kevés kutatónak van lehetősége használni ezeket a lehetőségeket. Ezért folytatnak a világban nagyon sok helyen olyan vizsgálatokat, melyek valamilyen módon modellezni próbálják a mikrogravitációs körülmények között várható kristályosodási folyamatokat [41] [103]. Irodalmi összefoglalóban ezekből a modellezési lehetőségekből adtam ízelítőt (fémes, nemfémes modellanyagok alkalmazása, számítógépes algoritmusok, ...) és kísérleti munkám során én is egy ilyen módszert alkalmaztam. Említésre méltó, hogy még a NASA célkitűzései között is szerepel, hogy *földön végzett vizsgálatok segítségével kimutassák a gravitáció szerepét, és ezáltal elősegítsék a mikrogravitációs kísérleteket* [6].

3. DENDRITES SZERKEZET JELLEMZÉSE

Az anyagok mikroszerkezetének vizsgálata az anyagtudomány egyik központi témája. Az előállítási technológia befolyásolja a mikroszerkezet jellemzőit, ami pedig hatással van a létrejövő anyag tulajdonságaira. Fémek esetében a megszilárdulás során kialakuló mikroszerkezet megtervezése, annak irányítása lényeges feladat [104].

Az ipari gyakorlatban egyre nagyobb az igény a fémötvözetek tulajdonságainak javítására, hogy minél jobb termékeket állíthassunk elő, minél olcsóbban. Az empirikus tapasztalatokra alapozott előrejelzések helyett manapság egyre gyakrabban használnak numerikus modelleket, hiszen a számítógépek számítási teljesítményének ugrásszerű növekedése lehetővé teszi a modellek által igényelt bonyolult számítások elvégzését.

Az iparban leggyakrabban makromodelleket használnak, melyek azonban csak durva megközelítést teszik lehetővé az öntés során kialakult mikroszerkezetnek. A mikromodellek segítségével viszont előrejelezhető az ötvözetek mikroszerkezete (a keletkező fázisok típusa, mennyisége, a primer és szekunder dendritág távolságok), valamint a mikroszegregáció (a koncentráció eloszlás a dendritágakban).

Számos módszer létezik a dendrites kristályosodás modellezésére. Napjainkban elsősorban a numerikus eljárások kerültek előtérbe, melyek közül talán a legelterjedtebb a fázis mező (PFA = Phase Field Approach) elmélet. Ezt a modellt alkalmazva Andersson [112][113] a kristályhatár mozgását a frontkövetés technikájával írta le, ami azt jelenti, hogy a határfelületet diszkrét pontokkal jellemezte, amelyeket interpolációs polinommal összekötve nyerte a szilárd fázis határfelületének $S(t)$ időben változó alakját. A szilárd- és az olvadékfázist az ún. fázismező változó reprezentálta, amelynek értéke olvadékban $\varepsilon+(t) = 0$, míg szilárd állapotban $\varepsilon-(t) = 1$ volt, így a $0 \rightarrow 1$ átmenet testesítette meg a kristályosodást. A mozgó határ helyzetét a hődiffúziós egyenletek szilárd és olvadék fázisban való megoldásával és a peremfeltételek figyelembevételével kapta meg.

Általánosságban elmondhatjuk, hogy a fázismező-modell olyan fenomenologikus térelméleti leírás, melyben az anyag lokális állapotát több, ún. rendparaméter segítségével jellemezzük [105][106]. Ezek olyan lokálisan átlagolt fizikai tulajdonságok, melyek lényegesen eltérnek a két fázisban és segítségével a szabadenergia kifejezhető. Az olvadék/szilárd átmenetet a fázismező írja le, melynek értéke egy és nulla között folyamatosan változik az olvadék/szilárd határfelületen. Fázismező tehát olyan, a szilárd fázisban jelenlévő szerkezeti tulajdonság lehet, amely eltűnik az olvadékban. További jellemzők a lokális kémiai összetétel és a hőmérséklet. Mivel a termikus kiegyenlítődés többnyire gyorsan végbemegy, így jogos az állandó hőmérsékletű, vagyis izoterm közelítés használata.

Az inhomogén kristályosodó olvadék szabadenergiáját több tag összegeként írhatjuk fel. Az egyik a fázismező térbeli változásához rendelhető többlet szabadenergia (ebből ered a fázishatárokon fellépő felületi energia), a másik pedig a lokális fázismező, illetve összetétel értékekhez tartozó szabadenergia. Ez utóbbi legalább két minimummal rendelkezik, melyek a makroszkopikusan megvalósuló stabil és metastabilis állapotoknak felelnek meg. A túlhűtött olvadék megszilárdulása esetén például a rendszer a metastabilis olvadékállapotot jellemző lokális minimumból a stabil kristályos (szilárd) fázist jellemző abszolút minimumba kerül át, mely folyamat során át kell jutnia a két minimum közt található szabadenergia-gáton. A rendszer időbeli fejlődése a szabadenergia-felület alakjától (a gát magasságától) és az atomi mozgékonyaságtól függ. A folyamatot leíró mozgásegyenletek erősen nem-lineárisak és meglehetősen bonyolultak.

Ha több kristály egymással versengő növekedésének leírására van szükség, akkor meg kell különböztetnünk a különféle kristálytani orientációkat is, azaz azt is meg kell adnunk, hogy az egyes kristályszemcsék esetén a gyors növekedés iránya milyen irányba mutat. [105][106]. Két dimenzióban ezt a Kobayashi és munkatársai [107] által bevezetett újabb, ún. orientációs rendparaméter teszi lehetővé, mely megadja, hogy milyen irányban állnak a szerkezetet jellemző kristálysíkok. Két eltérő orientációjú kristályszemcse között kialakuló szemcsehatáron az orientációs rendparaméter értéke élesen változik, melyhez a javasolt szabadenergia kifejezés extra energiát (szemcsehatár energia) rendel.

A kristályos rend és ennek részeként a kristályorientáció is fokozatosan alakul ki az olvadék/szilárd határrétegben. Az olvadék felé haladva „fellazul” a kristályos rend és ennek részeként az orientációs rendezettség. E jelenség leírásához az orientációs rendparamétert Gránásy és munkatársai [105][106] az olvadékban is értelmezte, ahol a lokális orientáció időben és térben korrelálatlanul ingadozik, amit az orientációs mozgásegyenlethez adott zaj biztosít. Ehhez a következő fizikai képet rendelték: szórás kísérletek és a folyadékbeli atomi mozgások számítógépes szimulációja szerint a lokális atomi környezet (például az elsőszomszéd-környezet) még egyszerű folyadékokban sem teljesen rendezetlen, hanem többé-kevésbé hasonlít a kristálybeli elsőszomszéd-környezetre. Így ha megkeressük azt az irányt, melynél a tökéletes kristályos környezet a legjobban hasonlít a vizsgált folyadékatom elsőszomszéd-környezetére (például szögkorrelációt vizsgálunk), minden egyes folyadékatomhoz hozzárendelhetünk egy pillanatnyi orientációt. Ez az orientáció időben és térben ingadozik. Az illeszkedés nem szükségképpen jó, ezt a másik szerkezeti rendparaméterük, a fázismező értéke tükrözi. Ugyanez az eljárás a kristályos (szilárd állapotú) tartományokhoz jól meghatározott orientációt rendel. A kristályosodási fronton áthaladva a folyadékbeli véletlenül ingadozó lokális orientáció fokozatosan beáll az adott kristályszemcsét jellemző irányba. Az orientációs szabadenergia általuk

javasolt formája biztosítja, hogy az orientációs rendeződés a fázismező változásával (a megszilárdulással) szinkronban lép fel.

Az orientációs rendparaméter időfejlődését meghatározó orientációs mobilitás az orientációs egyensúly kialakulásának időskáláját rögzítő ún. rotációs diffúziós állandóval arányos. Ezzel szemben a növekedési sebességet meghatározó fázismező-mobilitás az ún. translációs diffúziós állandóval arányos. Komplex folyadékokban alacsony hőmérsékleten a rotációs diffúziós állandó jelentősen lecsökken a translációs diffúziós állandóhoz képest. Ennek tulajdonítható a polikristályos növekedési mintázatok megjelenése nagy túlhűtéseknel.

A folyamatokban alapvető szerepet játszanak a véletlen atomi mozgások. A folyamatok statisztikus jellegének figyelembe vételéhez alkalmas „zajt” (megfelelő eloszlású és amplitúdójú véletlen számokat) adnak a mozgásegyenletekhez. Ez a zaj hozza létre véletlen helyen, időben és orientációval a kritikus méretű kristályszemcséket, melyek aztán a felületi energia anizotrópiája és az anyag-, illetve energiatranszport instabilitásainak megfelelően fejlődnek tovább. Az eltérő orientációjú kristályszemcsék létrejöttének beépítésével olyan bonyolult polikristályos mintázatok leírása válik lehetővé, melyek modellezése korábban elképzelhetetlennek tűnt. [108][109][110][111]

Egy másik modellezési módszer, a molekuláris dinamika (MD = Molecular Dynamics) legújabb eredményeit felhasználva a dendrites kristályosodást szimulálták Uehara és szerzőtársai is [114]. Az általuk kidolgozott MD eljárás figyelembe veszi a határfelületi energia kristálytani orientációtól való függését, vagyis anizotrópiáját. A modellben az is szerepel, hogy a kristályok növekedési sebessége az egyes kristálytani irányokban különböző. Mindezekből következik, hogy az így szimulált dendrites szerkezet, az MD dendrit valamivel jobban emlékeztet a valóságosra.

Eme kis kitekintés után a következőkben bemutatom azokat a geometriai paramétereket és alakjellemzőket, melyek segítségével jellemezni szokták az irányított kristályosítás során keletkező dendrites szerkezetet.

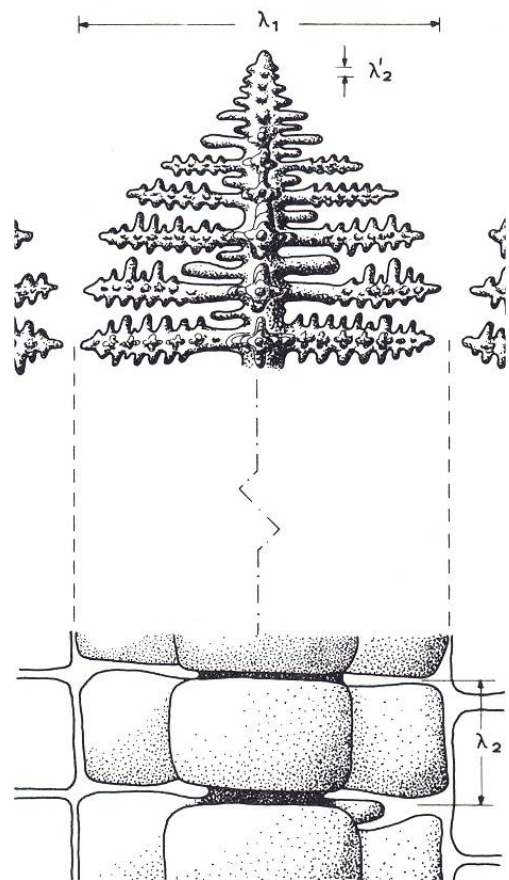
3.1. Geometriai paraméterek

A kristályosodással kapcsolatos kutatások egyik központi témája a dendrites szerkezetek vizsgálata. A dendrit geometriai jellemzésére az irodalomban leggyakrabban három paramétert alkalmaznak, a primer dendritág és a szekunder dendritág távolságokat és a primer dendritcsúcs sugarát. Ezeken mellett azonban találhatók még ritkábban alkalmazott mérőszámok is.

3.1.1. Primer dendritág távolság

A primer dendritág távolság (λ_1), a növekvő primer dendritágak közötti távolság (3.1. ábra). Nagyon fontos szerkezeti paraméter, mely az adott anyag mechanikai tulajdonságaira is jelentős befolyással van. Állandósult körülmények között a primer dendritág távolság nagysága a kristályosodás során gyakorlatilag nem változik [4]. Természetesen ennek a paraméternek a nagysága is összefüggésben van a kristályosodási paraméterekkel, elsősorban a kristályosodás sebességével és a gradiens nagyságával. Bebizonyosodott továbbá a szukcinonitril-aceton rendszeren végzett kísérlet során, hogy a primer dendritág távolság értéke növekszik az aceton koncentrációjának a növekedésével [115].

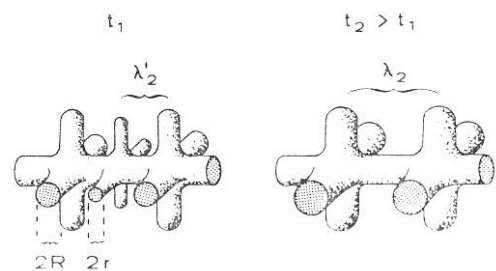
A primer dendritág távolság számítására sokan, sokféle modellt dolgoztak ki. Kurz és Fisher modellje a primer dendritág távolság számítására félgömb alakra vonatkozik, a Burden és Hunt által alkotott képlet forgási paraboloidot feltételez [4].



3.1. ábra. A primer és szekunder dendritág távolságok [4]

3.1.2. Szekunder dendritág távolság

A szekunder dendritág távolság (λ_2), a primer dendritágakból kifejlődő szekunder dendritágak közötti távolság. A szekunder dendritágak kifejlődése a dendritcsúcs közelében kezdődik (3.1. ábra). E paraméter értéke a kristályosodás során nagymértékben (λ'_2 értékről λ_2 értékre) növekszik, durvul a szerkezet (3.2. ábra). Amikor az oldalágak csúcsa eléri a szomszédos dendritek diffúziós mezejét, a növekedésük leáll, ettől kezdve csak vastagodnak [4]. A szekunder dendritágak vastagodása mellett a harmad és magasabb rendű, sőt a vékonyabb szekunder oldalágak visszaolvadása is gyakran előfordul (3.2. ábra).



3.2. ábra. Szekunder dendritágak durvulása [4]

A szekunder dendritág távolság a dendrites szerkezet egyik legfontosabb jellemzője, mert ez határozza meg a szilárd fázisban kialakult koncentrácioprofilokat, ami pedig befolyásolja az anyag

tulajdonságait [115]. Nagysága többek között függ a dendrit növekedési sebességétől és az olvadék összetételétől [26].

A primer dendritág távolság becsléséhez hasonlóan számos elméleti modell született a szekunder dendritág távolság értékének meghatározására is. A modellek közül a Feurer és Wunderlin által megalkotott modell a leggyakrabban alkalmazott, melytől csak a konstans értékében különbözik Kirkwood modellje [4] [23]:

A szekunder dendritágak végső távolságának pontosabb meghatározását teszi lehetővé a Roósz által meghatározott összefüggés [116]:

$$\lambda_2 = \frac{11,5}{C_0^{0,14}} \left(\frac{T_L - T_E}{G_L v} \right)^{1/3} \quad 3.1$$

ahol: C_0 : az ötvözet összetétele [%],
 T_L : az ötvözet likvidusz hőmérséklete [°C],
 T_E : eutektikus hőmérséklet [°C],
 G_L : hőmérsékletgradiens az olvadékban [°C/mm].

3.1.3. Dendritcsúcs sugár

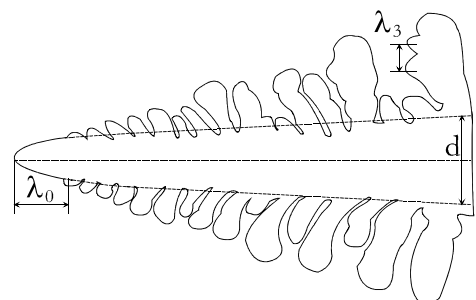
A dendritcsúcs sugár (R), a primer dendritág csúcsának a görbületi sugara. Gyakorlati alkalmazáshatóság szempontjából nem olyan fontos paraméter, mint a primer dendritág távolság, mivel közvetlen módon megmérni elég nehézkes. Mindemellett nem szabad elfelejteni, hogy van némi befolyással a primer dendritág távolság nagyságára [4]. A dendritcsúcs sugár a primer dendritág távolsághoz hasonlóan, erősen függ a növekedési sebesség értékétől [115].

A dendritcsúcs sugár értékének előrejelzésére is többféle modell létezik. Burden és Hunt modellje alapján számítható a minimális túlhűléshez tartozó dendritcsúcs sugár, a Kurz és Fisher által megalkotott összefüggés számos modell alapjául szolgál [4]. A legáltalánosabban elfogadott a Kurz, Giovanola és Trivedi modell, mely egyenletének megoldásánál kezdeti közelítő értéknek a Burden és Hunt modelljéből számolt r_t értéket szokták használni [4].

3.1.4. Speciális paraméterek

Az előzőekben felsorolt paramétereken kívül vannak még olyan geometriai jellemzők, melyeknek az alkalmazása a szerkezet jellemzésére az utóbbi években került előtérbe. Ezeket a paramétereket a mutatja be a 3.3. ábra.

➤ Tercier dendritág távolság (λ_3): a tercier



3.3. ábra. A dendritkristály jellemzésére ritkábban használt paraméterek magyarázata

dendritágak közötti távolság [34] [117],

- Az első megjelenő szekunder dendritág csúcstól mért távolsága (λ_0) [34] [51],
- A dendritörzs átmérője (d): a primer dendritörzs akkor mért átmérője, amikor a szekunder dendritágak növekedése már befejeződött [34],
- A primer dendritág burkológörbéje (konvex kerület), illetve a burkológörbe területe (konvex terület).

3.2. Alakjellemzők

Egyre többen vannak azon a véleményen, hogy a kristályosodás során kialakuló dendrites szerkezet jellemzésére, a különböző anyagokban létrejövő - sokszor eltérő morfológiájú - dendritek képződési mechanizmusának és viselkedésének összehasonlítására a geometriai adatok önmagukban nem elegendőek [124].

Ezért van szükség arra, hogy számszerűen is minősítsük a két- és a háromdimenziós részecskék alakját, morfológiáját. Ehhez a feladathoz célszerű alaktényezőket definiálni. Alaktényezőnek nevezzük az egyetlen, topológiailag összefüggő két- vagy háromdimenziós, tartományszerű alakzattal jellemezhető részecske geometriai jellemzőiből származtatott minden olyan számmennyiséget, amely független az alakzat méretétől, valamint a síkban, illetve a térben elfoglalt helyétől és helyzetétől [118].

Síkbeli részecskék esetében kétdimenziós, térbeli részecskék esetében pedig háromdimenziós alaktényezőkről szokás beszélni. Az alaktényezők skalár mennyiségek, amelyeknek jellegzetes tulajdonsága, hogy

- mértékegység nélküliek,
- méretinvariánsak (függetlenek az alakzat síkbeli illetve térbeli kiterjedésétől),
- függetlenek az alakzat helyétől és helyzetétől (eltolással és rotációval szemben és általában tükrözésre nézve is invariánsak) [118].

Amennyiben az anyagokat felépítő szemcsék és részecskék a tér különböző irányokban azonos méretűek, izotróp szövetszerkezeti elemekről beszélünk. Ezzel szemben az anizotrópiát mutató szemcse vagy részecske a tér egyes irányokban eltérő méretű. Ilyenek a tű formájú részecskék, amelyek a tér egyik irányában nyújtottak, vagy a kétirányú anizotrópiát mutató lemez alakú szemcsék. Ha az anizotróp szemcsék szimmetriatengelyei egy adott tengely mentén rendeződnek, akkor irányított vagy orientált szövetszerkezetéről beszélünk.

Az összetett anyagok megszilárdulása során kialakuló olvadékáramlás módosíthatja a létrejövő szerkezet anizotrópiáját. Az alábbiakban azt fogom bemutatni, melyek azok az alaktényezők, melyek segítségével lehetőség kínálkozik arra, hogy jellemezzük a dendrit alakját, anizotrópiáját.

3.2.1. Orientációs faktor és orientációs rózsadiagram

Az irányított vonalrendszerek csoportosítását először Saltykov [118] végezte el. Az idealizált vonalrendszereknek lehet egy-, kettő-, vagy három különböző orientációs tengelyük. Egy orientációs tengely esetén a vonalak távolsága lehet azonos, vagy eltérő, a vonalak lehetnek folyamatosak vagy szakadozottak. Amikor két vagy több orientációs tengely van, az orientációs tengelyek szögeit is meg kell határozni. Kétféle orientációs tengely esetén is lehet a vonalaknak azonos vagy különböző távolsága; lehetnek folyamatosak, vagy szakadozottak. Három különböző orientációs tengely esetén a vonalakkból rács jön létre, ahol a különböző orientációjú vonalak hossza lehet azonos vagy különböző.

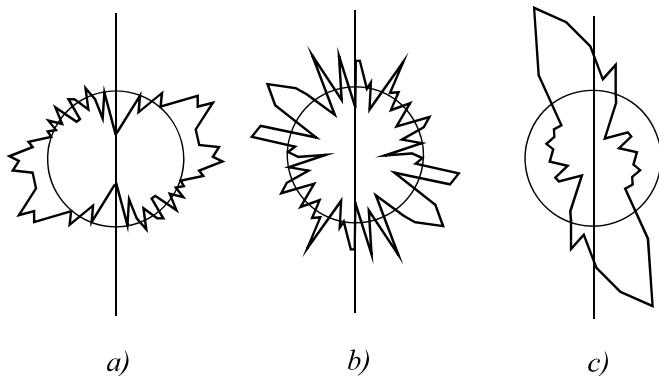
Az ilyen rendszerek kvantitatív jellemzésekor figyelembe kell venni, hogy a területegységre eső vonalelemek hosszúsága arányos azzal a metszésszámmal (P_L), amelyet szelőkkel (tesztvonalakkal) való metszés során kapunk és egységnyi hosszúságra vonatkoztatunk. Izotróp anyagokban a metszési szám bármilyen irányban azonos. A vonalak orientált rendszerében viszont ez a metszésszám változik attól függően, hogy a tesztvonalak milyen szöget zárnak be az orientációs tengellyel. Az egységnyi hosszúságra eső metszésszámot (P_L) a metszési szög (θ) függvényében ábrázolva - az úgynevezett rózsadiagramot előállítva - lehetőség nyílik az orientáció jellemzésére. Az egyetlen orientációs tengellyel rendelkező, folyamatos vonalakkal álló rendszerre vonatkozóan a P_L -t a θ szög függvényében a következőképpen írhatjuk fel:

$$P_L(\theta) = (1/t) \sin \theta, \mu m^{-1} \quad 3.2$$

ahol: θ : az orientációs tengely és a tesztvonalak által bezárt szög [$^\circ$],

t : a vonalrendszer vonalai közötti átlagos távolság, [μm].

Poláris koordináta-rendszerben ábrázolva a fenti egyenletet, két azonos átmérőjű, egymással szemben lévő kört kapunk. A körök átmérője $1/t$. A párhuzamos vonalrendszerek



3.4. ábra. A gyakorlatban előforduló vonalrendszerek rózsadiagramjai: a) c) egy orientációs tengelyű, b) kétizotróp izometrikus vonalak

egymással szemben lévő körök formájában jelennek meg a grafikonon. A teljes orientációs vonalrendszert az egymással szemben lévő körök együttesen jellemzik. Az orientációs tengelyek számának növekedésével ez a rózsza egyre gömbölyűbbé válik. Az izotróp rendszerben tulajdonképpen nincs orientációs tengely, de az előbbi gondolatmenetet követve azt is

mondhatjuk, hogy végtelen sokféle orientációs tengely van.

A részlegesen orientált vonalrendszerek néhány tapasztalati rózsadiagramját szemlélteti a 3.4. ábra. A gyakorlatban egyszerűbben is szokás jellemezni az irányított szerkezeteket, nevezetesen az orientációs fok megadásával. Az egységnyi területre eső irányított vonalhosszúságot elosztva a teljes vonalhosszúsággal, 0 és 1 között változó arányt kapunk. 0 esetében izotróp rendszerről, az 1 környékén teljesen irányított (vonal-) struktúráról beszélünk. Ezt az arányt nevezzük orientációs faktornak (Ω), s a következőképpen határozzuk meg:

$$\Omega = \frac{(L_A)_{or}}{(L_A)_{is} + (L_A)_{or}} = \frac{(P_L)_m - (P_L)_p}{(P_L)_m + \left(\frac{\pi}{2} - 1\right)(P_L)_p} \quad 3.3$$

ahol: $(L_A)_{or}$: egységnyi területre eső, orientációval rendelkező vonalhosszúság [μm^{-1}],

$(L_A)_{is}$: egységnyi területre eső, izotróp vonalhosszúság [μm^{-1}],

$(P_L)_p$: orientációs tengellyel párhuzamosan mért metszésszám [μm^{-1}],

$(P_L)_m$: orientációs tengelyre merőlegesen mért metszésszám [μm^{-1}],

A dendrites szerkezet vizsgálatakor nagyon fontos, hogy a dendriteket az orientációjuk alapján is jellemezzük. Így méréseim során én is meghatároztam a dendritek orientációs faktor értékeit és szerkesztettem orientációs rózsadiagramokat.

3.2.2. Fajlagos felület

A fajlagos felület segítségével a dendrit morfológiailag jól jellemezhető. Alkalmazása a kialakult anyagi struktúrák tulajdonsága szempontjából döntő jelentőségű lehet. Nem szabad azonban elfeledkezni arról, hogy az azonos fajlagos felületű dendrites szerkezetek különböző mértékű anizotrópiával és eltérő szimmetria viszonyokkal is rendelkezhetnek [124].

Csepeli [9] megállapította, hogy bár az irányított kristályosodást leíró diffúziós modellek egy része jó közelítést ad a primer dendritág távolság nagyságára ideális esetben, a valódi szerkezet mechanikai tulajdonságaival valószínűleg összefüggő fajlagos felület nagyságát a primer dendritág távolságon kívül a dendritek morfológiája is befolyásolja.

A fajlagos felület (S_V) meghatározása egy nagyon egyszerű képlet segítségével történik, melyhez csak a dendrit, avagy cella területére (A) és kerületére (P) van szükség.

$$S_V = \frac{P}{A} \cdot \frac{4}{\pi}, \frac{1}{\text{mm}} \quad 3.4$$

Mivel a fajlagos felület véleményem szerint rendkívül fontos paraméter a dendrites szerkezet jellemzésekor, így vizsgálataim során én is nagy gondot fordítottam értékének a meghatározására.

3.2.3. Kétdimenziós alaktényezők

A dendrites szerkezet jellemzésekor olyan alaktényezők keresése volt a célom, melyek számítása egyszerű, de mégis megfelelő módon jellemzik a szerkezetet. Általánosságban elmondható, hogy a legegyszerűbb és leginkább használatos kétdimenziós alaktényezők mellett, hogy szemléletes tartalmúak, mérhető geometriai mennyiségekből származtathatóak. Ilyen tipikus kétdimenziós alaktényező a Saltykov által javasolt mérőszám (Φ_s), amelynek számításához mindössze az alakzat területének (A) és kerületének (P) az ismeretére van szükségünk [119].

$$\Phi_s = 2\sqrt{\pi} \frac{\sqrt{A}}{P} \quad 3.5$$

Ez az alaktényező mértékegység nélküli, értéke kör esetében 1, minden más alakzatra a (0, 1) intervallumba eső pozitív szám.

Az alakzatok geometriai jellemzésére gyakran alkalmazott mennyiség még az R_e ún. ekvivalens körsugár, amely gyakorlatilag a vizsgált alakzattal azonos (A) területű körlemez sugara [118].

$$R_e = \sqrt{\frac{A}{\pi}} \quad 3.6$$

Vizsgálataim során ennek a paraméternek a meghatározása nem adott volna plusz információt, azonban a különböző irányú kristályosítások során kapott dendritek területértékeinek az összehasonlítására sor került.

A felsorolt geometriai adatok felhasználásával különféle alaktényezők értelmezhetők, ennek illusztrálására szolgának a következő példák. Az angolszász szakirodalomban elterjedten használatos a „circularity measure” névvel illetett alaktényező (Φ_p), amely valójában a Saltykov-féle alaktényező reciprok értéke [118].

$$\Phi_p = \frac{P}{2\pi R_e} = \frac{P}{2\sqrt{\pi A}} = \frac{1}{\Phi_s} \quad 3.7$$

Ehhez hasonlóan értelmezhető a nemzetközi szakirodalomban „körszerűség” (roundness) néven említett alaktényező is [118]. Értéke kör esetén 1. A mért objektumnak minél nagyobb a kerülete, mint egy ugyanolyan méretű körnek, értéke annál nagyobbá válik.

$$\phi_p = \frac{P^2}{4\pi A} \quad 3.8$$

Általánosságban elmondható, hogy amennyiben egy alaktényező értéke nem zérus, akkor reciproka is értelmezhető alaktényezőként.

Hasonlóan egyszerű módon számítható a Φ_D alak tényező, amely az alakzat D átmérőjének és az ekvivalens kör sugarának a függvénye.

$$\Phi_D = \frac{D}{2R_e} = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{D}{\sqrt{A}} \quad 3.9$$

Az előzőekben felsorolt alak tényezők közös sajátossága, hogy értékük kizárólag körre egységnyi. Így különösképpen alkalmasak arra, hogy a köralaktól való morfológiai eltérést számszerűen minősítsék. Ennek alapja az a felismerés, hogy az azonos területű síkidomok közül a kör lapnak a legkisebb a P kerülete és a D átmérője.

Általánosan elterjedt alak jellemző még a kitöltöttség, mely szintén az objektumok alakjára jellemző, és azt fejezi ki, hogy az objektum területének és a konvex területnek milyen a viszonya egymáshoz képest. Meghatározása az alábbi képlet segítségével történik:

$$FR = \sqrt{\frac{A}{A^c}} \quad 3.10$$

A képletben A-val az objektum területét, A^c -vel pedig a konvex területet jelöljük.

Méréseim során a különböző irányban kristályosított dendritek kitöltöttségét is meghatároztam és összehasonlítottam.

3.3. Kovariancia

A kovariancia a matematikai statisztikában használatos fogalom, és alapjában véve két valószínűségi változó (X, Y) közötti összefüggést mutat. A változók közötti kapcsolat abban nyilvánul meg, hogy az egyik változó növekedése vagy esetleges csökkenése együtt jár a másik változó hasonló értelmű módosulásával. A kovariancia $KOV(X,Y)$ pozitív, ha az X és Y valószínűségi változók együtt mozognak, és negatív, ha ellentétesen. Magát a mennyiséget a következőképpen definiálhatjuk [124]:

$$KOV(X,Y) = E \{ [X - E(X)] [Y - E(Y)] \} \quad 3.11$$

ahol: X, Y : valószínűségi változók,

E : a valószínűségi változók várható értéke.

A kovariancia zárt halmazok eloszlásának jellemzésére használatos. Amennyiben a szövetszerkezetről készült mikroszkópos felvételt bináris halmaznak tekintjük, úgy könnyen értelmezhetjük a kovarianciát. Legyen a mikroszkópos felvétel bináris halmaza, vagy másképpen bináris képe: $\overline{B}$. Ez a bináris kép kizárólag 0 és 1 elemeket tartalmaz. Amennyiben a mikroszkópos felvételen szereplő kérdéses képpont a vizsgálat szempontjából érdektelen

háttérterülethez tartozik, akkor értéke 0. A bináris képelem abban az esetben 1, ha a képpont az elemezni kívánt objektumra (pl. részecskére, szemcsére, határfelületre) esik. Toljuk el a $\overline{\overline{B}}$ halmazt $\vec{h}$ translációs vektorral. Az eredeti halmaz ($\overline{\overline{B}}$) és az eltolt halmaz ($\overline{\overline{B}} + \vec{h}$) szorzatának (metszetének) segítségével a kovarianciához $KOV(\overline{\overline{B}}, \vec{h})$ jutunk:

$$KOV(\overline{\overline{B}}, \vec{h}) = E \left\{ M_{es} \left[(\overline{\overline{B}}) \cap (\overline{\overline{B}} + \vec{h}) \right] \right\} \quad 3.12$$

ahol: $\overline{\overline{B}}$: a tanulmányozni kívánt szövetszerkezeti elemek bináris halmaza,
 $\vec{h}$: translációs vektor,
 M_{es} : halmaz „mértéke”, pl. az 1 értékű képpontok száma,
 E : várható érték.

A kovariancia azt jelzi, hogy milyen összefüggés van az eredeti bináris kép, valamint a $\vec{h}$ vektorral eltolt bináris kép között. Más szavakkal a $\vec{h}$ vektor irányában van-e valamilyen periodicitása, vagy anizotrópiája a bináris halmaznak. Végeredményben nem más, mint átlagos valószínűsége annak, hogy a $\vec{h}$ vektorral eltolt bináris kép és az eredeti kép együttesen tartalmazza a vizsgálandó objektumokat.

A kovariancia nagyon hatékony eszköz a különböző, egymásba rétegzett szövetszerkezeti elemek közötti kapcsolat kifejtésére [124]. A függvényt alkalmazhatjuk periodikusság, pseudo-periodikusság kimutatására, és anizotrópia jellemzésére is, ha az (anizotrop) objektumok orientáltak, s a szövetszerkezetben textúra figyelhető meg.

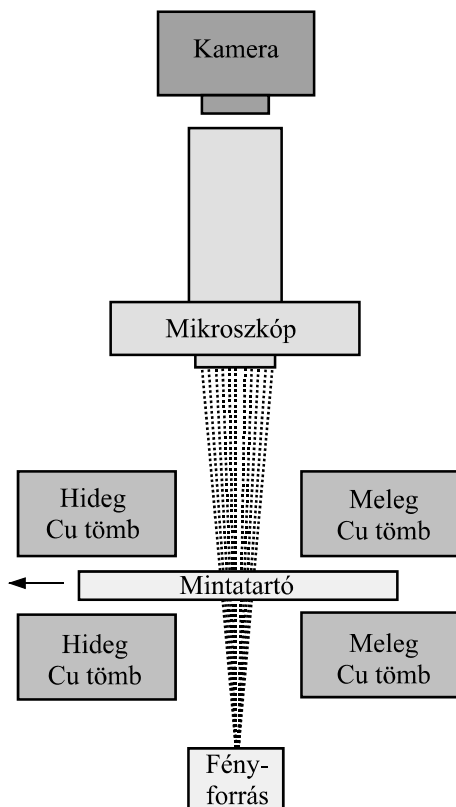
4. KÍSÉRLETI ÉS MÉRÉSI ESZKÖZÖK

Munkám során a korábbi fejezetekben összefoglalt modellezési lehetőségekből építkeztem, és nagy segítségemre volt dr. Réger Mihály, aki évekkel ezelőtt nemzetközi tapasztalatokra alapozva megépítette kristályosító berendezését a Bánki Donát Műszaki Főiskolán és később rendelkezésemre bocsátotta [13]. Az ő útmutatásai alapján kezdtem el dolgozni, és konzulensemmel dolgoztam ki és valósítottam meg kísérleti tervemet.

Ebben a fejezetben részletesen bemutatom az általam használt kristályosító berendezést, a hozzá tartozó eszközöket, anyagokat és az alkalmazott kísérleti paramétereket.

4.1. A kristályosító berendezés

A kristályosító berendezést szakirodalmi adatok alapján dr. Réger Mihály tervezte meg és építette [13]. A kristályosítóval és a mintatartóval szembeni alapvető követelményként merült fel az állandósult és nem állandósult állapot reprodukálható megvalósítása, a paraméterek (húzási sebesség, hőmérsékleti gradiens, hűlési sebesség) minél nagyobb intervallumban való változtathatósága (ehhez megfelelő méretű mintatartó szükséges). Igény volt még a megszilárdulási folyamat hőmérsékleti mezőjének mérhetősége, és az, hogy a modellanyag kristályosodása mikroszkópon keresztül megfigyelhető, és videotechnikával rögzíthető legyen.



4.1. ábra. A kristályosító berendezés elvi rajza

A szukcinonitril-aceton alapú modellanyag kristályosításához szükséges berendezések a hasonló jellegű, fémek kristályosítására alkalmas kristályosítók mintájára készülnek. A 4.1. ábra mutatja a berendezés elvi rajzát.

A mintaanyag dermedése egy hőátadó (jobb oldali meleg Cu tömbök) és egy hőelvonó (bal oldali hideg Cu tömbök) egység között történik úgy, hogy a modellanyagot tartalmazó mintatartót a meleg oldal felől a hideg irányába áthúzzuk. Ha a két oldal hőmérséklete és a húzási sebesség jól van beállítva, akkor a megszilárdulás a két tömb közötti résben történik, és a folyamat mikroszkóppal megfigyelhető. Mindkét oldalon nagy hőkapacitású, rézbetétes tömbök találhatók, melyek állandó hőmérsékletéről folyamatos vízkeringtetés gondoskodik. A beállítható

hőmérsékleti határértékek kb. 16, illetve közel 100°C-nak adódnak. Mindkét oldalon termosztatok szolgáltatják a kiválasztott hőmérsékletű vizet. A tapasztalatok szerint a tömbök hőingadozása 0,1°C-on belül marad.

A hőmérsékleti gradiens a tömbök hőmérsékletével és egymástól mért távolságával, a hűlési sebesség pedig elsősorban a húzási sebességgel szabályozható. A mintatartó mozgását a 0,001472-0,0538 mm/s-os (3-300 cm/óra) tartományban egy regisztráló motor végzi. A 4.1. táblázat összefoglalja azt a három, különböző nagyságú panelmozgatási sebességet – és az ezek során kialakult hűlési sebesség értékeket –, melyeket alkalmaztam kísérleteim során.

4.1. táblázat. A kristályosítási kísérletek során alkalmazott sebességértékek

Sebességfokozat jele	Húzási sebesség értéke, mm/s	Kialakult hűlési sebesség értéke, °C/s
v1	0,001472	0,0050
v2	0,002694	0,0092
v3	0,0133	0,0452

A kristályosító tömbök között, a húzási irányra merőlegesen helyezkednek el a megszilárdulás optikai megfigyeléséhez szükséges eszközök. Ez a rendszer a kristályosító alatt megvilágító egységet, fölötté pedig mikroszkópot és egy hozzá csatlakozó kamerát tartalmaz. A kamera közvetlenül egy videomagnóhoz kapcsolódik, de lehetőség van arra is, hogy egy megfelelő videokártya segítségével közvetlenül számítógépre rögzítsük az adatokat. Az egész optikai rendszer elmozdítható a kristályosítóhoz képest, így a tömbök közötti tartomány bármely része megfigyelhető, a kívánt nagyításban.

Nagyon fontos a hőmérsékleti gradiens és a hűlési sebesség megfelelő pontosságú értékének az ismerete. A hőmérsékleti mező kimérése olyan berendezéssel történt, amely segítségével a mintatartó hossz tengelye mentén minden pozícióban és minden időpillanatban meghatározható a hőmérséklet, a hőmérsékleti gradiens és a hűlési sebesség [120].

A hőmérsékleti mező kimérésének alapgondolata az volt, hogy egy hőmérsékletmérő elemeket (melyek egészen kicsiny, 0,2 mm átmérőjű, ún. termisztor magok) tartalmazó egységet - továbbiakban mérőpanelt - vezetünk végig a mintatartó helyett a kristályosítóban ugyanolyan körülmények között, mint ahogy a mintatartóban lévő anyag megszilárdulását vizsgáljuk. Megfelelő gyakorisággal mért hőmérsékleti adatokból meghatározható a két tömb közötti rész minden pontjára a hőmérséklet, illetve annak vonal menti és időbeni változása.

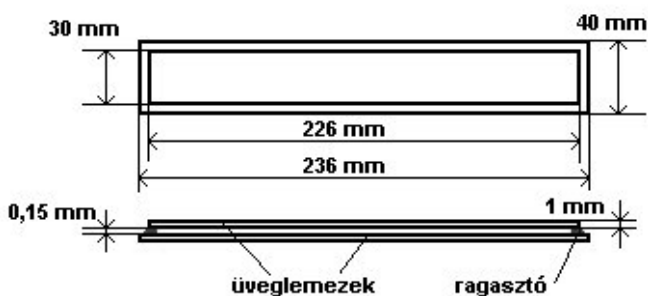
A termisztorok ugyanúgy üveglemezek között helyezkedtek el, mint a mintaanyag, így megvalósult a mintatartó anyagának és a geometriának az azonossága. Tíz termisztor beépítésére került sor, egymástól 10 mm távolságban. A termisztor csatlakozások kivezetése aranygőzöléssel létrehozott keskeny és vékony vezetősávok kialakításával és az ún. négyvezetékes mérés technikai

megoldással történt. A gőzöléssel létrehozott aranyréteg hővezetése elhanyagolható, a négyvezetékes leolvasás pedig biztonságos jelleolvasást tesz lehetővé, mivel a mérővezetéken nem folyik áram és így nincsenek átmeneti ellenállások.

A panel mérésre alkalmas aktív hossza 140 mm. Ez azt jelenti, hogy kb. 80 mm-nyi az a maximális úthossz, amely a kísérletek során használható. A panel végéről szalagkábel viszi tovább a villamos jeleket. A meghajtó és jelvezetékek a paneltől egy 16 csatornás multiplexerhez csatlakoznak, melyből analóg/digitális átalakítón keresztül jutnak az adatok a számítógépbe. Ugyanide kerül a hideg és meleg tömbben cirkuláló víz, valamint a környezet hőmérsékleti adatai is. A mérési gyakoriság 0,1 s-os nagyságrendtől felfelé állítható. Minden egyes kijelzett mérési adat képzése során a szórás csökkentése érdekében tíz mérés átlagát számolja a rendszer. Az így képzett mérési adat átlagok a megfelelő formátumban a számítógép merevlemezén kerülnek tárolásra.

A mérések során a hőmérsékleti gradiens átlagos értéke $3,223\text{ }^{\circ}\text{C/mm}$ -nek adódott.

A mintatartó kapszula alapanyaga a színeképelemzésben használatos spektroszkóp fotólemez, melynek felületéről a bevonatot előzetesen eltávolítottam. A lemezek megfelelő méretre darabolása után alapos tisztítás következett, majd a 4.2. ábra vázlatának megfelelően a két hosszabbik oldalon ragasztással egymáshoz rögzítettem a darabokat. A ragasztáshoz FBS ragasztót használtam, amely kiválóan ragaszt üveget is, megfelelő hőállósággal rendelkezik és bármelyik háztartási boltban beszerezhető. A távolságot távtartó fóliacsík behelyezésével, majd a száradást követő eltávolításával biztosítottam. A lemezek közötti távolságérték megállapításánál alapvetően irodalmi adatokra támaszkodtam [1]. Somboonsuk különböző résméretek melletti kristályosítási kísérletek eredményeit elemezte. Mérései alapján a 0,15 mm-es értéket ajánlja, mivel ez a legnagyobb olyan méret, amelynél a résben még nem képződnek egymás alatt is dendritok.

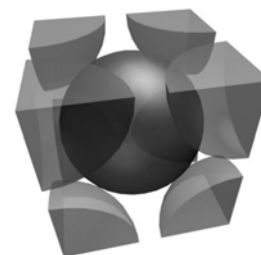


4.2. ábra. A mintatartó vázlat

Az előkészített mintatartók töltéséhez mind a kapszulát, mind a modellanyagot ez utóbbi olvadáspontja felé melegítettem egy szárítókemencében. A modellanyagot tartalmazó kémcsőbe előzetesen belemértem a szükséges acetont. Az üveg mintatartó részébe csepegtetett modellanyag a hézagot a kapilláris hatás miatt szinte buborékmentesen kitöltötte. Ezt követően a kapszula tartalmát gyorsan lehűtöttem, melynek hatására a mintaanyag megdermedt. Ezek után következett

a még lezáratlan oldalak leragasztása. A mintatartóban maradt kevés számú buborék a tapasztalatok szerint a kísérletek lefolyását, és annak eredményeit nem befolyásolja. Végül a kapszulákra ráragasztottam a mozgatáshoz szükséges szerelvényeket - amely jelen esetben cérna volt - és az azonosíthatóság érdekében megfelelő jelzéssel láttam el a kapszulákat.

A kísérleteimhez használt szukcinonitrilt a 70'-es évek közepétől alkalmazzák a dendrites szerkezet tanulmányozására [3]. Ez azért lehetséges, mert úgy kristályosodik, mint a fémek, rácsszerkezete is sok fémhez hasonló, térben középpontos kockarács (ilyen pl. a króm és a vas is, a 4.3. ábra mutatja a rácsszerkezetet). Ezen kívül több előnyös tulajdonsággal rendelkezik, így például alacsony az olvadáspontja (57-58°C), folyékony állapotban átlátszó, megdermedve pedig áttetsző - szintelen, viaszos kristályos anyag).



4.3. ábra. Modellanyagom rácsszerkezete

4.2. táblázat. A tiszta szukcinonitril tulajdonságai

Szerkezet	NC-CH ₂ -CH ₂ -CN
Olvadáspont	58,08 °C
Kristályosodás látens hője	4,6 10 ⁷ J/m ³
Olvadék termikus vezetőképessége	0,223 W/mK
Szilárd fázis termikus vezetőképessége	0,225 W/mK
Olvadék fajhője	2 10 ⁶ J/m ³ K
Olvadék fázis hődiffúziós tényezője	0,116 10 ⁻⁶ m ² /s
Szilárd fázis hődiffúziós tényezője	0,112 10 ⁻⁶ m ² /s
Szilárd fázis fajhője	2 10 ⁶ J/m ³ K
Olvadék sűrűsége az olvadásponton	0,988 10 ³ kg/m ³

A modellanyag kedvező tulajdonságainak köszönhetően a mérés könnyen kivitelezhető, hiszen egyszerű kísérleti berendezést igényel, illetve az áttetszősége miatt a megszilárdulás folyamatait könnyű követni és rögzíteni. Kereskedelmi forgalomban többféle minőségű

anyag kapható, a kísérletek céljaira svájci eredetű, ALDRICH gyártmányú, 99%-os tisztaságú anyagot alkalmaztam.

Kísérleteim célja, hogy adott kristályosodási körülmények között a kialakuló dendrites kristályszerkezetet megvizsgálva, kapcsolatot találjak a szerkezeti és alakjellemzők, illetve a kristályosodás paramétereinek között. A korábbiakban több szerző is hasonló kísérleteket végzett, hogy a kristályosodás elméleti modelljeit igazolja, ezért az szukcinonitril és a szukcinonitril-aceton rendszer fizikai tulajdonságai elég jól ismertek (lásd a 4.2. táblázat adatait). Egyensúlyi diagramot eddig irodalomban nem publikáltak, de a szukcinonitril-aceton rendszer, szukcinonitril sarkának kristályosodási viszonyai a mérésekből rekonstruálhatóak. Ez alapján a néhány százalék acetont tartalmazó elegyek kristályosodása a fémes szilárd oldatok kristályosodásához hasonló. A kristályosítás céljaira szukcinonitril-1,3 wt% acetont használtam.

4.2. Kristályosítási kísérletterv

A kísérleti munkám első lépéseként megterveztem a kísérletsorozatokat. A mérések során a két tömb hőmérsékletét konstans értékeken tartottam, ezáltal a hőmérsékleti gradiens értéke lényegesen nem változott. A kristályosítási kísérleteket az eredmények összehasonlíthatósága érdekében ugyanazzal a mintatartóval, három egymást követő napon végeztem el. Egy adott napon csak egyféle irányban végeztem kísérleteket.

Az alábbiakban bemutatom a méréseimnél alkalmazott kísérleti beállításokat. Vizsgálataim során kétféle paraméter változtatásával végeztem el kísérleteimet. Először is változtattam a kristályosodási front mozgási irányát – a dendritkristályok növekedési irányát - a gravitációs vektor irányához képest úgy, hogy a kristályosodás:

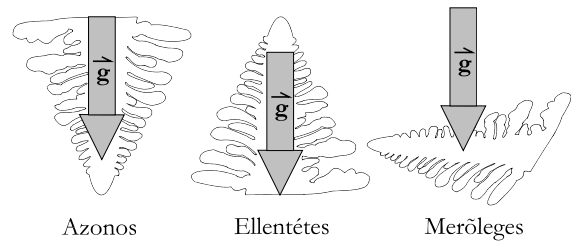
- a gravitációs vektor irányával megegyező irányban (továbbiakban „Azonos”),
- a gravitációs vektor irányával ellentétes irányban (továbbiakban „Ellentétes”),
- a gravitációs vektor irányára merőleges irányban (továbbiakban „Merőleges”)

történt. Ezeket a beállításokat szemléltetem a 4.4. ábra segítségével.

Másodszor pedig változtattam a kristályosodási front mozgási sebességét három különböző mintatartó húzási sebességérték alkalmazásával (a kristályosodás állandósult állapotának elérésétől a mintatartó húzási sebessége gyakorlatilag megegyezett a kristályosítási sebességgel):

- v1 kristályosítási sebesség: 0,0050 mm/s,
- v2 kristályosítási sebesség: 0,0092 mm/s,
- v3 kristályosítási sebesség: 0,0452 mm/s.

Így összesen kilencféle beállítási lehetőségem adódott, melyek segítségével elvégeztem az összehasonlító vizsgálataimat.



4.4. ábra. A gravitációs vektor és a kristályosodási front mozgási iránya

4.3. A képfeldolgozás és mérés folyamata

Vizsgálataim során a Miskolci Egyetem Műszaki Anyagtudományi Karának Anyagtudományi Intézetében található Quantimet 500 Image Workstation képelemző berendezést és a hozzá tartozó Leica fénymikroszkópot és képelemző szoftvert használtam, illetve a Dr. Barkóczy Péter és Dr. Gácsi Zoltán vezetésével fejlesztett CProb általános képelemző szoftvert.

A képelemzéskor felmerülő problémák megoldásával a morfológia területe foglalkozik. A morfológia a képek szisztematikus vizsgálatát jelenti, melynek segítségével a képről - eljárások sorozatával - információt kapunk. Az információk közül kiválasztjuk a legfontosabbakat és figyelmen kívül hagyjuk a lényegteleneket. A képelemzés olyan lépések sorozata, melyek csökkentik a kép információtartalmát, lehetővé téve, hogy a mérés csak a kiválasztott részekben történjen. A képelemzés folyamata az alábbi részekből áll [118]:

- szürke kép előállítás (videójel),
- szürke kép feldolgozása
- végső szürke kép detektálása,
- bináris kép feldolgozása
- végső bináris kép mérése,
- adatok mentése, feldolgozása

A képelemzés során a szürke képen végzett műveleteknek általában az alábbi csoportjait különböztetjük meg [118]:

- Pontbeli intenzitás transzformációk: egyszerű szabályok alapján mindegyik képponthoz - szomszédaitól függetlenül - új értéket rendelünk. A szabály gyakran egy matematikai függvény, például $\log(x)$, $\exp(x)$, vagy $255-x$, mellyel a 0...255 szürkességi skálán egy új értéket kapunk.
- Konvolúciós műveletek: a képpontok szürkességi szintjét a szomszédok figyelembe vételével módosítjuk. A művelet során egy $m \times m$ -es négyzetes mátrix halad végig a képen, a mátrix elemeit összeszorozva a megfelelő képpontokkal. Az eredményül kapott érték - mely a mátrix középső elemének új szürkességi szintje lesz - ezért minden képpontnál a mátrix elemeinek megfelelő súlyozásával függ.
- Morfológiai műveletek: az egyes képpontok szürkességi szintjét szintén a szomszédaitól függően változtatjuk meg, bináris képek esetén logikai műveletek, szürkeképek esetén pedig relációk segítségével. A műveletek alapja a strukturáló elem, melyet egymás után ráhelyezünk a kép mindegyik képpontjára és a középső pontnak egy másik képen új

értéket adunk. Az új értéket összehasonlítások eredményeként kapjuk, melyekkel rendszerint a strukturáló elem minimumát és/vagy maximumát határozzuk meg.

- Szegmentálás textúra alapján: a szövetelemek textúra alapján történő elkülönítése.
- Frekvenciaspektrum transzformáció: a képet felírhatjuk a $z=f(x,y)$ kétváltozós függvénnyel, ahol x és y a képpont koordinátái, a függvény értékkészlete pedig $0..255$. Így a képet egy térbeli felülettel helyettesíthetjük, és lehetőségünk nyílik arra, hogy a képfeldolgozás eljárásaiban alkalmazzuk a matematikai analízis módszereit.

A legtöbb bináris transzformációhoz megtalálható az annak megfelelő szürke-szintű művelet. A legismertebb bináris eljárások a dilatáció és erózió, melyekből kiindulva sok egyéb transzformációt kaphatunk. Dilatáció esetén a részecskék kerületéhez mindenhol azonos mennyiségű képpontot hozzáadunk, eróziónál pedig eltávolítunk. Számítógépes képelemző berendezéssel mérve a részecskék sokféle paraméterét (hosszát, szélességét, körszerűségét, ekvivalens körátmérőjét, kerületét, területét, Feret átmérőit, stb.) meghatározhatjuk.

4.3.1. A CProb általános képelemző szoftver

A képelemző szoftver tulajdonságai röviden a következőképpen foglalhatók össze:

- windows és linux operációs rendszerek alatt futtatható,
- kis erőforrás igényű (tesztelve: Pentium I, 32MB RAM, 4MB videó),
- kezeli a windows bitmap, Jpeg, TIFF, portable network graphics formátumú képeket,
- alkalmazza a „fogd és vidd” technikát,
- támogatja a különleges képátalakító, képelemző eljárásokat.

A mérésre előkészített kép bevitelére több lehetőség is kínálkozik (megnyitás a menüből, beillesztés vágólapról, „fogd és vidd” technika). Az alakított képet bármely munkafázisban el lehet menteni, ezáltal dokumentálni a képelemzés egyes lépéseit.

A szürkekép átalakítási műveletek száma folyamatosan bővül, a leggyakrabban alkalmazott 20-25 művelet már elérhető a szoftverben. Természetesen a szürkeképen történő mérés lehetősége, hisztogram felvétele is rendelkezésre áll. A szürkekép detektálása után lehetőség van a bináris kép átalakítására is, a leggyakrabban alkalmazott bináris műveletek segítségével. A program újdonsága az előzőekben bemutatott képelemző berendezésekkel szemben, hogy beépítésre került a kovariancia vizsgálat. A mérés menüben be tudjuk kalibrálni a szoftvert és rendelkezésünkre áll a manuális mérési lehetőség mellett a látótér átlag és egyedi paramétereinek a mérése is.

A program fejlesztése folyamatos, célkitűzésünk, hogy egy minél sokoldalúbb szoftvert alkossunk (képek direkt bevitele eszközökről, szürkekép átalakítások bővítése, képek Fourier transzformációjának megoldása, Fourier transzformáción alapuló szűrők elkészítése, bináris kép átalakítások bővítése (vázszerkezet előállítás), stb.).

5. A DENDRITES SZERKEZET JELLEMZÉSE

Ebben a fejezetben ismertetem az elvégzett kísérleti munkám eredményeit. Elsőként bemutatom a kísérletek során kapott videófelvevételek és az azokból kivágott képek mérésre alkalmas átalakítását. Ezután következik a geometriai paraméterek és alaktényezők mérési módszereinek és mérési eredményeinek az ismertetése.

5.1. Videó- és képrögzítés

A képek felvétele az előzőekben említett kristályosító rendszerhez kapcsolt optikai eszközök segítségével történt. 1999-ben, kísérleti munkám kezdetén nem közvetlenül számítógépre, hanem videokazettára rögzítettem a kristályosodás folyamatait és így többórnyi filmanyagom gyűlt össze. Az így elkészített videofelvételből képeket vágtam ki, hogy a méréseket elvégezhessem. A képek kivágása számítógép és egy speciális „frame grabber” videokártya segítségével történt. A hardverhez tartozó miroVIDEO DC30 programcsomagban lévő VidCap nevű programmal a videófilmből képeket vágtam, melyeket megfelelő formátumban elmentettem.

Pár évvel később lehetőség nyílt arra, hogy a videómagnó kiiktatásával, közvetlenül számítógépre rögzítsem a kristályosodás folyamatait. Így a filmanyag rögzítése egyszerűbb és megbízhatóbb lett. A kristályosodási folyamatokról 10 másodperces videókat készítettem, az alábbi paraméterekkel:

- képrögzítés gyakorisága: 15 kép/másodperc,
- a kép tulajdonságai: 720*540 pixel képméret, 24 bit színmélység,
- a képek minősége: 1200 kbit/kép.

Egy 10 másodperces videó 150 képből állt. A videófelvevételekből kivágtam minden harmincadik képet, tehát öt képet olvastam be egy videóból, és a képek közötti időkülönbség pontosan 2-2 másodperc volt. Ezek után következtek a képátalakítási műveleteket, melyekre az adott paraméter mérési eredményeinek bemutatásakor térek ki.

5.2. Geometriai paraméterek mérése

A geometriai paraméterek mérése 7 évvel ezelőtt a primer dendritág távolság és a primer dendritág sugarának a meghatározásával kezdődött. Diplomatervemben már foglalkoztam a szekunder dendritágakkal kapcsolatos mérésekkel is [127] és Ph.D. kutatómunkám során kerültek előtérbe a különböző alakjellemzők.

Az alábbi fejezetekben bemutatom a dendrites szerkezetet jellemző geometriai paraméterek vizsgálata során kapott mérési eredményeimet.

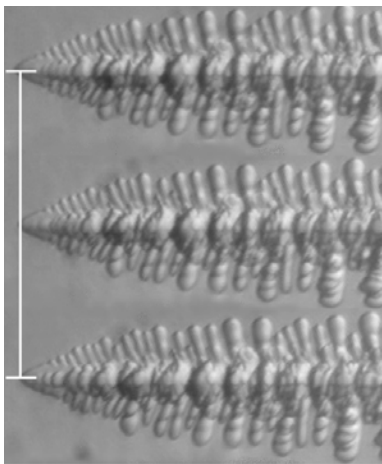
5.2.1. Primer dendritág távolság

A primer dendritág távolság nagyságát három különböző módszerrel határoztam meg, melyek a következők voltak:

- mérés manuális módszerrel (távolságmeghatározás a CProb képelemző szoftver segítségével),
- mérés szűrkeségi profil² felvétele segítségével (képfeldolgozás és képelemzés a Quantimet 500 Image Workstation képelemző berendezés segítségével, kiértékelés qbasic program segítségével),
- mérés kovariancia vizsgálat alkalmazásával (a CProb speciális képelemző szoftver segítségével). Ennek a módszernek és eredményeinek részletes bemutatása az 5.4 fejezetben történik meg.

Mérés manuális módszerrel

Manuális mérés alkalmazásával a primer dendritág távolság értékeket mindhárom sebesség (v_1 , v_2 , v_3 , a konkrét értékeket mutatja a 4.1. táblázat) esetén meghatároztam. A méréseket a videófilmből kivágott képeket végeztem el, ebben az esetben nem volt szükség képátalakítási műveletekre. Minden egyes beállításnál 100 db képen végeztem el a primer dendritág távolság meghatározását, ami azt jelentette, hogy a sebesség nagyságától függően 250-500 primer dendritág távolságát mértem meg.



5.1. ábra. A primer dendritág távolság mérése

Az 5.1. ábra egy példát mutat arra, hogyan történt a primer dendritág távolság mérése. A méréseket a CProb képelemző szoftver segítségével végeztem el úgy, hogy a primer dendritágakra merőlegesen mérővonalat fektettem és megszámoltam, mennyi primer dendritágot metszett a mérővonalam. A mérővonal hosszának és a metszett dendritágak számának az ismeretében kiszámítottam a primer dendritág távolság értékeket, melyeket megszorozva a nagyításból adódó kalibrációs faktoral meghatároztam az egyes valódi primer dendritág távolságokat.

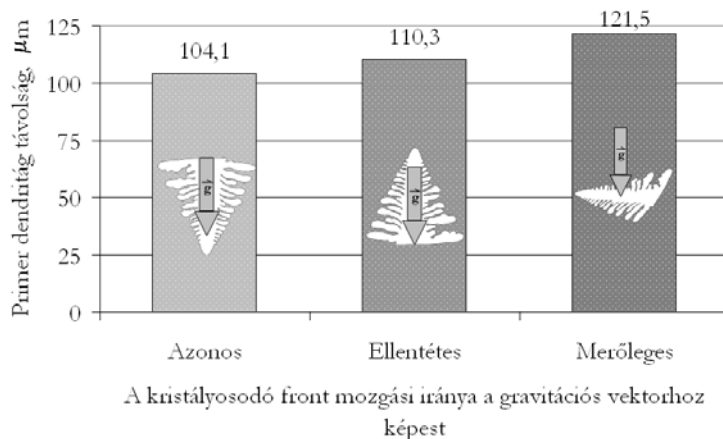
A következő ábrákon bemutatom a különböző sebességek alkalmazása során mért primer dendritág távolság értékeket. Az eredmények összehasonlíthatósága érdekében az ábrákon található értékskálák beosztása azonos.

² A szűrkeségi profil egy eloszlásfüggvény, amely egy vonal mentén számok formájában jeleníti meg az egyes képpontok szűrkeségi szint értékeit.

Az 5.2. ábra és 5.1. táblázat mutatja a primer dendritág távolság értékének változását a kristályosodás irányának a függvényében $v1$ sebesség esetén.

A primer dendritág távolság értéke $v1$ sebesség esetén (5.1. táblázat) Merőleges irányban a legnagyobb (121,5 μm) és Azonos irányban a legkisebb (104,1 μm). Az Ellentétes irányú kristályosítás során kapott képeken mért átlagérték az előző kettő között helyezkedik el (110,3

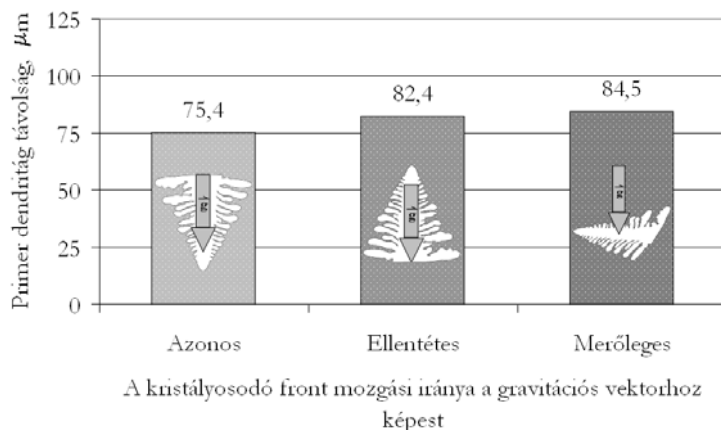
μm). A mérési eredmények szórása megfelelő (1,6-2%), a különböző irányokban mért értékek nem kerülnek egymással fedésbe.



5.2. ábra. A primer dendritág távolság értékek $v1$ sebesség esetén

5.1. táblázat. A primer dendritág távolság értékek $v1$ sebesség esetén

	A kristályosodó front mozgási iránya a gravitációs vektorhoz képest		
	Azonos	Ellentétes	Merőleges
Átlagérték, λ_1 [μm]	75,4	82,4	84,5
Értékek szórása [μm]	7,0	2,0	3,5
Értékek relatív szórása [%]	3,0	0,8	1,3



5.3. ábra. A primer dendritág távolság értékek $v2$ sebesség esetén

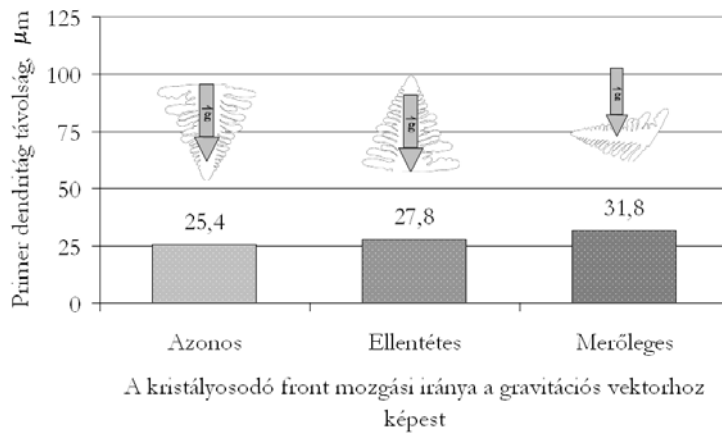
5.2. táblázat. A primer dendritág távolság értékek $v2$ sebesség esetén

	A kristályosodó front mozgási iránya a gravitációs vektorhoz képest		
	Azonos	Ellentétes	Merőleges
Átlagérték, λ_1 [μm]	75,4	82,4	84,5
Értékek szórása [μm]	7,0	2,0	3,5
Értékek relatív szórása [%]	3,0	0,8	1,3

Az 5.3. ábra és 5.2. táblázat $v2$ kristályosítási sebesség esetén 0 mutatja a primer dendritág távolság értékeit.

Az eredmények közötti különbségek ugyanazok a $v1$ sebesség alkalmazásakor kapott távolságok esetén is. A legnagyobb távolság értékeit a Merőleges irányú kristályosítás során kaptam (84,5 μm), a legkisebbeket pedig az Azonos irányú kristályosítások alkalmával (75,4 μm). Az Ellentétes irányú

kristályosítások során kapott primer dendritág távolság értékek ebben az esetben is az előző kettő között helyezkednek el ($82,4 \mu\text{m}$). Az eredmények szórása $0,8\text{-}3\%$ között ingadozik.



5.4. ábra. A primer dendritág távolság értékek v_3 sebesség esetén

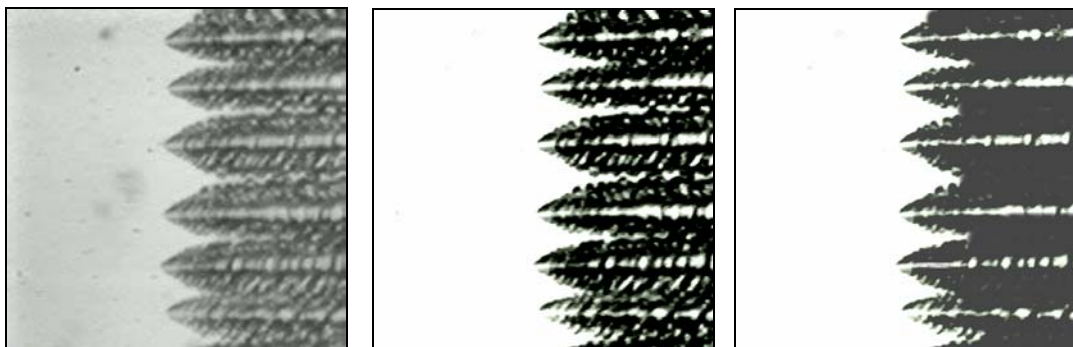
5.3. táblázat. A primer dendritág távolság értékek v_3 sebesség esetén

	A kristályosodó front mozgási iránya a gravitációs vektorhoz képest		
	Azonos	Ellentétes	Merőleges
Átlagérték, λ_1 [μm]	25,4	27,8	31,8
Értékek szórása [μm]	2,1	2,4	0,6
Értékek relatív szórása [%]	8,2	8,6	2,0

A következő ábra és táblázat a v_3 sebesség alkalmazásakor kristályosított dendritek mérési eredményeit mutatja. A primer dendritág távolság értéke v_3 sebesség alkalmazásakor (5.4. ábra) is Merőleges irányban a legnagyobb ($31,8 \mu\text{m}$), Azonos irányban a legkisebb ($25,4 \mu\text{m}$) és Ellentétes irányban az előző két érték között helyezkedik el ($27,8 \mu\text{m}$). A mérési eredmények szórása $2\text{-}8\%$ között van, ami még éppen megfelelő.

Mérés szűrkeségi profil alapján

Ezt a típusú mérést egyedül a v_3 sebességgel történt kristályosítások során kapott dendritek primer dendritág távolságának a meghatározására alkalmaztam, mivel az alkalmazott nagyításnál csak ebben az esetben szerepelt megfelelő számú dendrit a képeken.



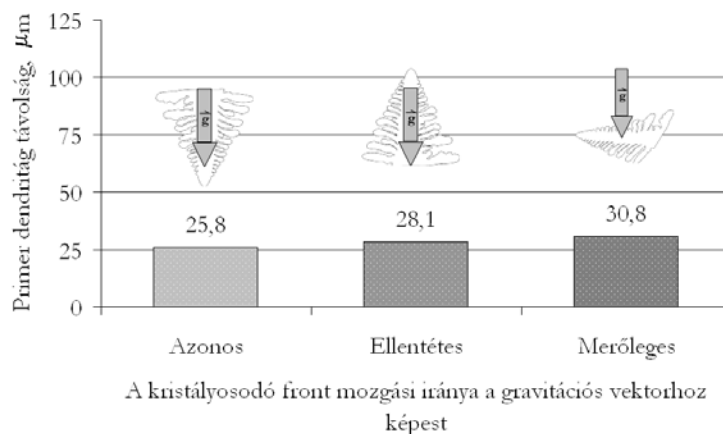
5.5. ábra. A képátalakítás lépései

A képeken néhány egyszerű átalakítást végeztem, melyek célja az volt, hogy a primer dendritágak gerinceit – melyek világosszürke, az olvadékéhoz hasonló szűrkeségi szinttel

jelentkeztek a képeken – kiemeljem a környezetükből. Első lépésként a pontbeli intenzitás transzformációk (LUT) közül a fényerő módosítását (kép sötétítése) alkalmaztam, mely után a kép kontrasztjának az értékét is megnöveltem (5.5. ábra b) kép). Ezek után a képeken maradt apró, világos részeket, melyek nem tartoztak a primer dendritág gerincéhez, egy morfológiai transzformáció, a szürke képen történő nyitás segítségével eltüntettem. Így előállítottam egy olyan szürkeképet, melyen a primer dendritágakra merőlegesen ki tudtam jelölni egy olyan mérővonalat, melyen csak a primer dendritágak gerince szerepelt világos szürkességi szinttel (5.5. ábra c) kép).

A megfelelően átalakított képeken a primer dendritágakra merőlegesen felvettem egy vonalmenti szürkességi profilt és a korábban is említett qbasic számítógépes program segítségével ezt a profilt értékeltem ki.

A szürkességi képpontokból nyert profilra a program parabolát illesztett. Egy matematikai algoritmus (hárompontos módszer, részletesebben lásd a dendritcsúcs sugár mérésénél) felhasználásával a program megkereste az egyes profilok csúcspontjait. A program csak azokat a pontokat tekintette csúcsoknak, amelyeknél a maximum pont és az azt követő 3. pont szürkességi szintje közötti különbség nagyobb volt 3-nál. A zavaró kisebb csúcsokat úgy szűrte ki, hogy csak az 50-nél nagyobb szürkességi szint értékkel rendelkező csúcsokat vette figyelembe. Ezek után a profil csúcsaira a hárompontos módszerrel parabolát illesztett a program és az így kapott



5.6. ábra. A primer dendritág távolság értékek v3 sebesség esetén

5.4. táblázat. A primer dendritág távolság értékek v3 sebesség esetén

	A kristályosodó front mozgási iránya a gravitációs vektorhoz képest		
	Azonos	Ellentétes	Merőleges
Átlagérték, λ_2 [μm]	25,8	28,1	30,8
Értékek szórása [μm]	3,3	2,4	0,9
Értékek relatív szórása [%]	12,8	8,4	2,9

majdnem pontosan megegyeznek az előző mérési módszer alkalmazása során kapott eredményekkel.

parabolák tengelyeinek egymástól való távolságát adta meg képpontokban. A távolságértékeket megszorozva a nagyításból adódó kalibrációs faktoral meghatározhatóak voltak az egyes valódi primer dendritág távolságok, illetve egy adott képen az átlagos dendritág távolság.

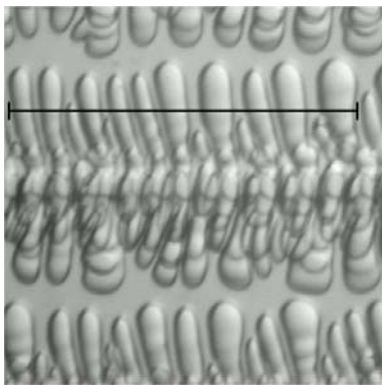
Az eredményeket az 5.6. ábra és 5.4. táblázat segítségével mutatom be. Látható, hogy a kapott primer dendritág távolságok értékei

Összefoglalva: A legnagyobb primer dendritág távolság mindhárom kristályosítási sebesség esetén a vízszintes irányú kristályosítás során alakul ki, amikor a gravitációs vektor iránya merőleges a kristályosodó front mozgási irányára. Legkisebb primer dendritág távolság a függőleges irányú kristályosítás során alakul ki, amikor fent van a hideg tömb, vagyis a dendritek a gravitációs vektor irányával azonos irányban nőnek. A kristályosodási sebesség növekedésével a primer dendritág távolság nagysága csökken. V3 sebesség esetén a két különböző módszerrel történő mérés során is ugyanazt az eredményt kaptam.

5.2.2. Szekunder dendritág távolság

A szekunder dendritág távolság mérése két módszer segítségével történt:

- mérés manuális módszerrel (a CProb speciális képelemző szoftver segítségével),
- mérés kovariancia vizsgálat alkalmazásával (a CProb speciális képelemző szoftver segítségével). A módszer és eredményeinek részletes bemutatása az 5.4 fejezetben történik meg.



5.7. ábra. A szekunder dendritág távolság mérése

A szekunder dendritág távolság értékét a v1 és v2 sebességű kristályosítások során rögzített képeken mértem meg. A v3 sebességgel kristályosított dendritekről kapott képeken a szekunder ágak felbontása nem volt megfelelő a mérések céljaira.

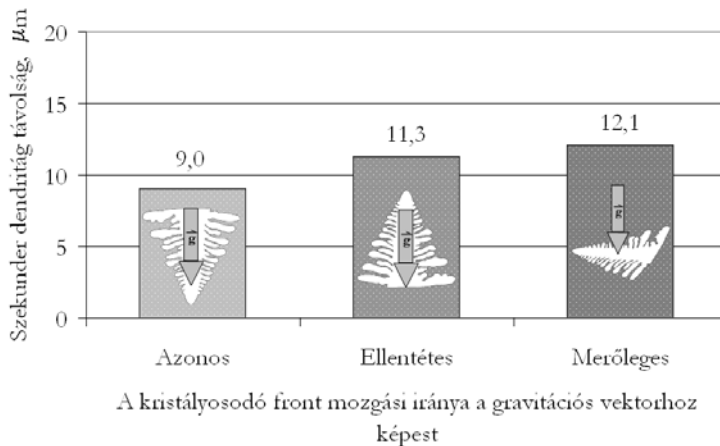
A manuális módszerrel történő méréshez képátalakítási műveletekre ebben az esetben sem volt szükség. Mivel a mérendő képek közvetlenül az olvadék/szilárd határfelület mögötti látótérből származnak, így a szekunder dendritágak durvulása még nem minden esetben fejeződött be.

Eredményeim ennek megfelelően nem a végleges szekunder dendritág távolság értékeket adják, azonban az összehasonlító vizsgálatok céljaira megfelelőek.

A mérést a CProb képelemző szoftver segítségével végeztem el úgy, hogy mérővonalat fektettem a szekunder dendritágakra merőlegesen és megszámoltam a vonal által metszett ágak számát (5.7. ábra). A mérés során azokat a szekunder dendritágakat vettem figyelembe, melyek hossza legalább a fele volt a maximális szekunder dendritág hosszának. Az 5.9. ábra oszlopdiagramjai mutatják a v3 sebesség alkalmazása során kapott mérési eredményeket.

Az ábrán látszik, hogy vízszintes - Merőleges - irányú kristályosítás esetén a legnagyobb a szekunder dendritág távolság ($16,9 \mu\text{m}$), és a gravitációs vektor irányával megegyező - Azonos - irányú kristályosításkor kaptam a legkisebb értékeket ($14,5 \mu\text{m}$). A statisztikai kiértékelést ebben az esetben is elvégeztem, ennek eredményei megtalálhatóak az 5.6. táblázatban.

A következő ábrán és táblázatban (5.8. ábra és 5.5. táblázat) a v_2 sebesség alkalmazása során kapott dendrit képek mérési eredményei találhatók. Legnagyobb szekunder dendritág távolság értékeket (12,1 μm) ebben az esetben is a *Merőleges* irányú kristályosítás alkalmazásakor kaptam, legkisebb értékeket (9 μm) pedig az *Azonos* irányban. Az eredmények feldolgozása az 5.5. táblázat-ban található.

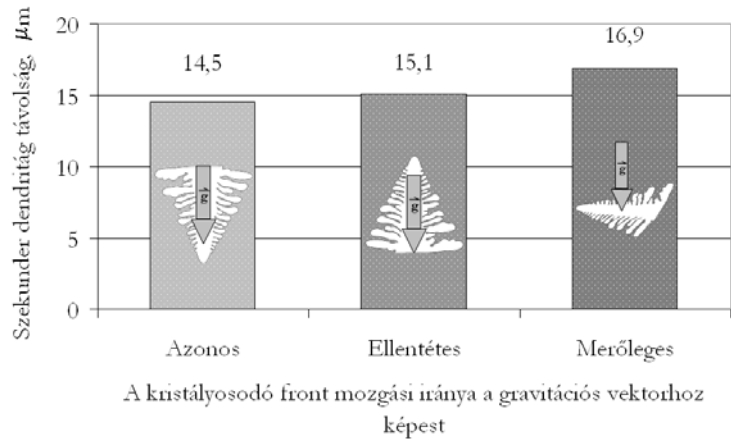


5.8. ábra. A szekunder dendritág távolság értékek v_1 sebesség esetén

5.5. táblázat. A szekunder dendritág távolság értékek v_2 sebesség esetén

	A kristályosodó front mozgási iránya a gravitációs vektorhoz képest		
	Azonos	Ellentétes	Merőleges
Átlagérték, λ_2 [μm]	9,0	11,3	12,1
Értékek szórása [μm]	0,8	0,8	1,1
Értékek relatív szórása [%]	9,1	6,8	8,8

értéke a kristályosítás sebességének a növekedésével csökken. Az eredmények alakulása megegyezik a primer dendritág távolság mérésénél tapasztaltakkal, vagyis Merőleges irányú kristályosítás esetén a legnagyobb a szekunder dendritág távolság értéke és Azonos irányú kristályosítás esetén a legkisebb.



5.9. ábra. A szekunder dendritág távolság értékek v_1 sebesség esetén

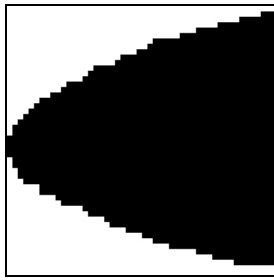
5.6. táblázat. A szekunder dendritág távolság értékek v_1 sebesség esetén

	A kristályosodó front mozgási iránya a gravitációs vektorhoz képest		
	Azonos	Ellentétes	Merőleges
Átlagérték, λ_2 [μm]	14,5	15,1	16,9
Értékek szórása [μm]	0,8	0,9	0,9
Értékek relatív szórása [%]	5,2	5,9	5,1

Az adatok statisztikai értékelése során kitűnt, hogy az értékek relatív szórása meglehetősen nagy a különböző irányokban kapott szekunder dendritág távolság eredmények egymáshoz képesti eltéréséhez viszonyítva. Véleményem szerint azonban, a különböző sebességek esetén tapasztalt azonos tendencia miatt az eredmények valós különbségeket tükröznek.

Összefoglalva: Általánosan levonható következtetés, hogy a szekunder dendritág távolság

5.2.3. Dendritcsúcs sugár



5.10. ábra. Példa a mért képre

A primer dendritcsúcs sugarát az 5.2.1 fejezetben már bemutatott képeken végeztem el. Mivel a primer dendritcsúcs sugara meglehetősen kicsi, a v1 sebességgel kristályosított dendritekről készült képek kerültek feldolgozásra. A képátalakítás első lépésként meghatároztam a mérni kívánt csúcs nagyságát. Arra törekedtem, hogy minél hosszabb csúcsrészt mérjek, ugyanakkor a mért csúcson még ne legyenek szekunder dendritágak. Ennek megfelelően a primer dendritcsúcstól számított 16 μm hosszúságú dendritrészt vágtam ki a képekből.

A dendritcsúcs kiemelése a környezetéből (a szürke képből bináris kép készítése) oly módon történt, mint arra az 5.3.1. fejezetben részletesen kitérek. A mérésre előkészített képre mutat példát az 5.10. ábra.

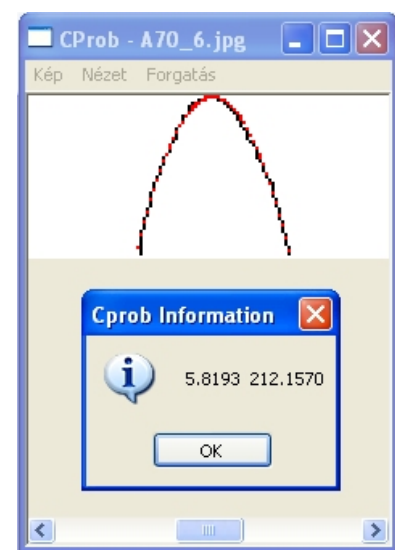
A primer dendritcsúcs sugarának a meghatározását a CProb képelemző szoftver segítségével végeztem el. A mérési folyamat lépései a következők voltak:

- mérésre előkészített, bináris kép beolvasása,
- a szoftver azonnal elvégezte a csúcs körvonalának a meghatározását,
- forgatás 90°-kal, hogy a dendrit csúcsa a kép felső részén helyezkedjen el,
- mérés, melynek eredménye a dendrit csúcs sugara.

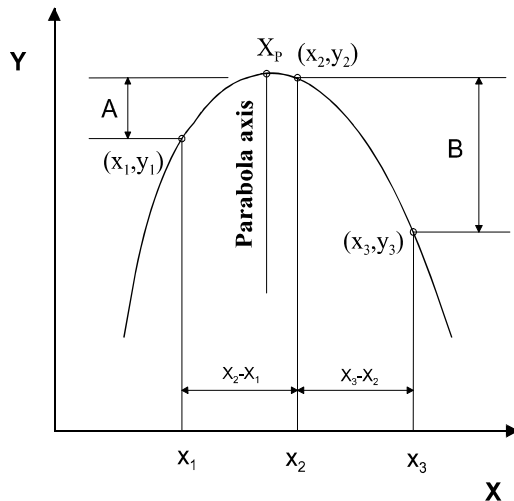
A mért értékeket a nagyításból adódó kalibrációs faktorral beszorozva mikrométerben kaptam meg a görbületi sugarakat.

A CProb szoftver a dendrit csúcs sugarának a meghatározását az ún. hárompontos parabola módszer segítségével végezte el. Ennek a módszernek a lényegét mutatom be az alábbiakban.

A parabola tengelypontjai a következő összefüggés felhasználásával számíthatóak (a képlet jelöléseit az 5.12. ábra mutatja):



5.11. ábra. A dendritcsúcs alakja (fekete színnel jelölve) és az illesztett parabola (piros színnel jelölve)



5.12. ábra. A hárompontos parabola módszer vázlatja

Az eredmények alakulása hasonló a primer dendritág távolság vizsgálata során tapasztaltakkal. A legnagyobb primer dendritcsúcs sugár értéket ebben az esetben is a Merőleges irányú kristályosítás során kaptam ($2,47 \mu m$), amikor a dendritek növekedési iránya merőleges volt a gravitációs vektor irányára. Legkisebb dendritcsúcs sugár érték ($1,95 \mu m$) pedig a gravitációs vektorral megegyező (Azonos) irányban történő kristályosításkor született.

Összefoglalva: A primer dendritcsúcs sugarának nagyságát határoztam meg háromféle kristályosítási irányban. Hasonlóan az előzőekben bemutatott eredményeimhez, akkor kaptam a legkisebb primer dendritcsúcs sugarat, amikor a kristályosítás iránya és a gravitációs vektor iránya megegyezett. A dendritcsúcs sugár értéke akkor volt a legnagyobb, amikor a primer dendritek növekedési iránya merőleges volt a gravitációs vektor irányára.

$$X_p = X_1 + \frac{X_2 - X_1}{2} \left(\frac{3A + B}{A + B} \right) \quad 5.1$$

$$A = Y_2 - Y_1 \quad 5.2$$

$$B = Y_3 - Y_2 \quad 5.3$$

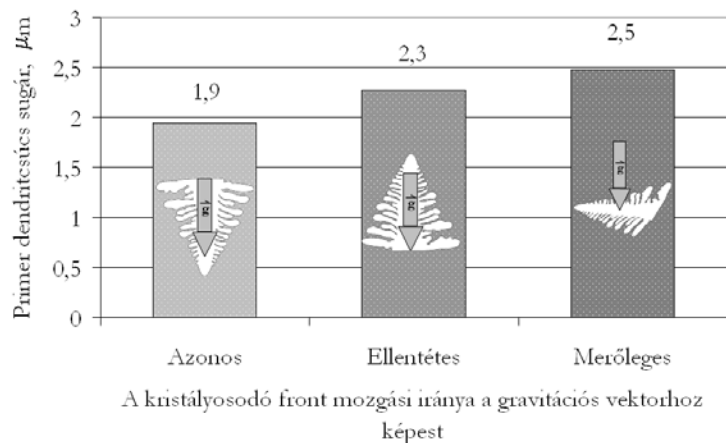
ahol:

X_p : a parabola tengelyének koordinátája,

X_1, X_2, X_3 : a képpontok számértékei,

Y_1, Y_2, Y_3 : a szürkességi szint értékei,

A, B, C: a szürkességi szint értékek különbségei.



5.13. ábra. A primer dendritcsúcs sugár értékek

5.7. táblázat. A primer dendritcsúcs sugár értékek v1 sebesség esetén

	A kristályosodó front mozgási iránya a gravitációs vektorhoz képest		
	Azonos	Ellentétes	Merőleges
Átlagérték, $r [\mu m]$	1,95	2,28	2,47
Értékek szórása $[\mu m]$	0,13	0,18	0,23
Értékek relatív szórása [%]	6,52	7,78	9,33

5.3. Alakjellemzők mérése

A fémek anyagok szövetének egyik nagyon jellegzetes eleme a dendrit. A primer és a szekunder - olykor terciér - ágakból álló geometriai képződmény rendszerint fémolvadékok megszilárdulásánál jön létre, s jelentősége a kristályosodási folyamatok megismerése és modellezése szempontjából óriási. A dendrites szerkezetekkel kapcsolatos kutatások ma is igen kiterjedtek, s a dendrit geometriai jellemzése rendszerint a primer ágak, illetve a szekunder ágak távolságának megadásával történik. A különböző numerikus módszerekben nagyon gyakran csak ez a két adat szerepel. Bár ezek a távolságadatok nagyon fontosak, a kristályosodás alkalmával kialakuló szerkezet sokrétű jellemzésére, a különböző anyagokban létrejövő - sokszor meglepően eltérő morfológiájú - dendritek képződési mechanizmusának és viselkedésének összehasonlítására ezek az adatok önmagukban nem elegendőek. Ezért szükséges a geometriai paraméterek mellett alakjellemzők definiálása is.

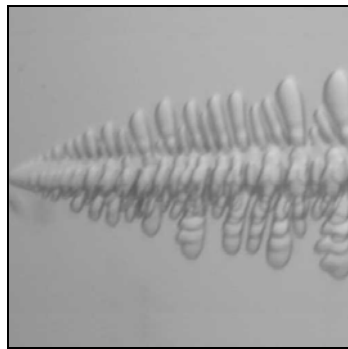
Vizsgálataim során a dendrit alakjának komplex jellemzéséhez a *v1* sebességű kristályosítások során kapott videókból kivágott képeket használtam fel.

A videókból kivágott 720*540 pixelméretű képekből 500*500 pixelméretű képeket vágtam ki, ami a valóságban egy 160*160 μm nagyságú képnek felelt meg. A kivágott képen egy teljesen kifejlődött dendrit helyezkedett el úgy, hogy csúcsa közepén érintette a kép bal szélét.

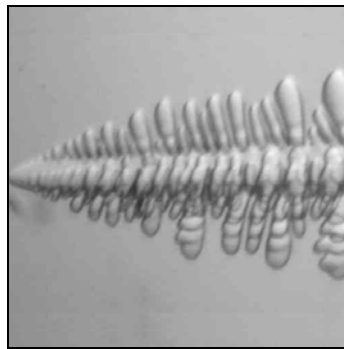
A képátalakítási műveletek a következők voltak (cél: bináris kép előállítás, melyen a dendrit fekete színnel szerepel, fehér háttérben):

- LUT transzformáció: a kép fényerejének csökkentése és kontrasztjának növelése,
- morfológiai transzformáció: nyitás, a képen szereplő apró, világos objektumok eltávolítása,
- konvolúciós transzformáció: élesítés, a kép egészének élesítése,
- „életlen maszk” (Unsharp Mask) alkalmazása: a dendrit éleinek/körvonalának az élesítése
- LUT transzformáció: a kontrasztjának kis mértékű növelése,
- manuális beavatkozás: a dendrit körvonalának a kiegészítése 1 pixel vastagságú vonallal azokon a helyeken, ahol a körvonal szürkességi szintje nem megfelelő,
- bináris kép előállítás,
- morfológiai transzformáció: a képen szereplő dendrit kitöltése fekete színnel,
- bináris zárás: a dendritben maradt nem detektált képpontok detektálása,
- bináris nyitás: a háttérből véletlenül detektált képpontok eltüntetése.

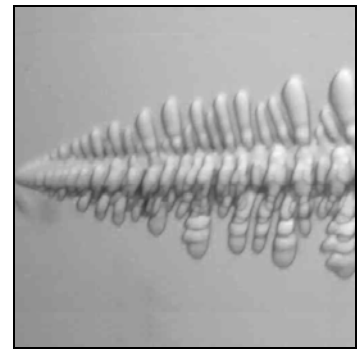
A képátalakítás folyamatát mutatja be az 5.14. ábra.



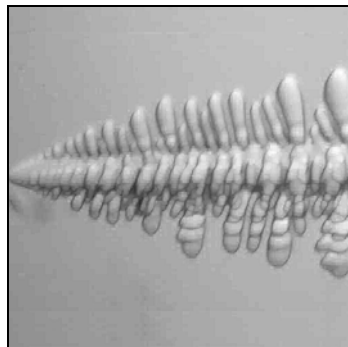
a) Kivágott kép (500*500 pixel)



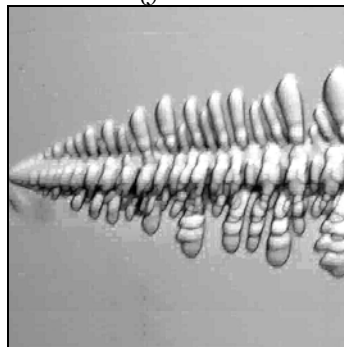
b) Kép fényerejének csökkentése és kontrasztjának növelése



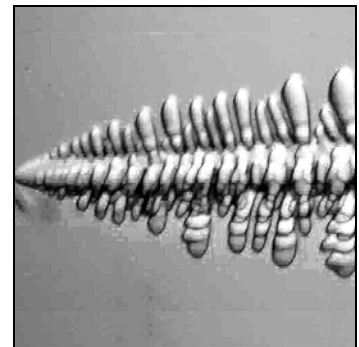
c) Nyitás művelet végrehajtása



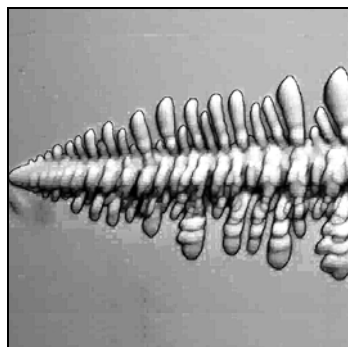
d) Kép élesítése



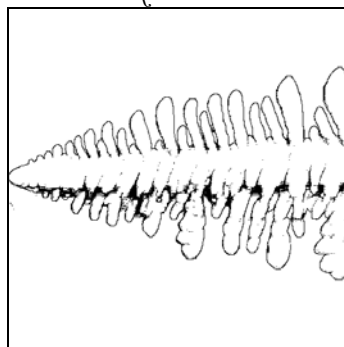
e) A dendrit éleinek/ körvonalának az élesítése



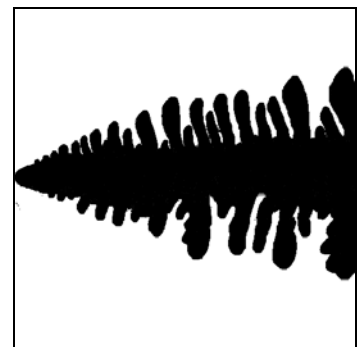
f) Kép kontrasztosítása



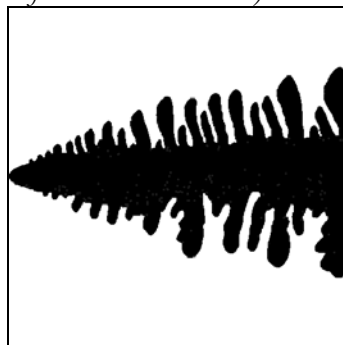
g) Dendrit körvonal javítása



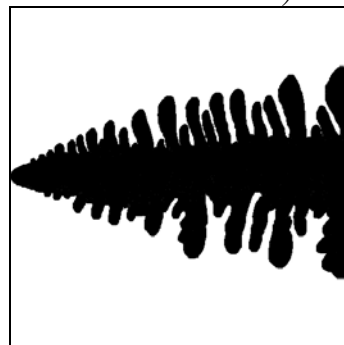
h) Bináris kép előállítása



i) Dendrit kitöltése



j) Zárás művelet

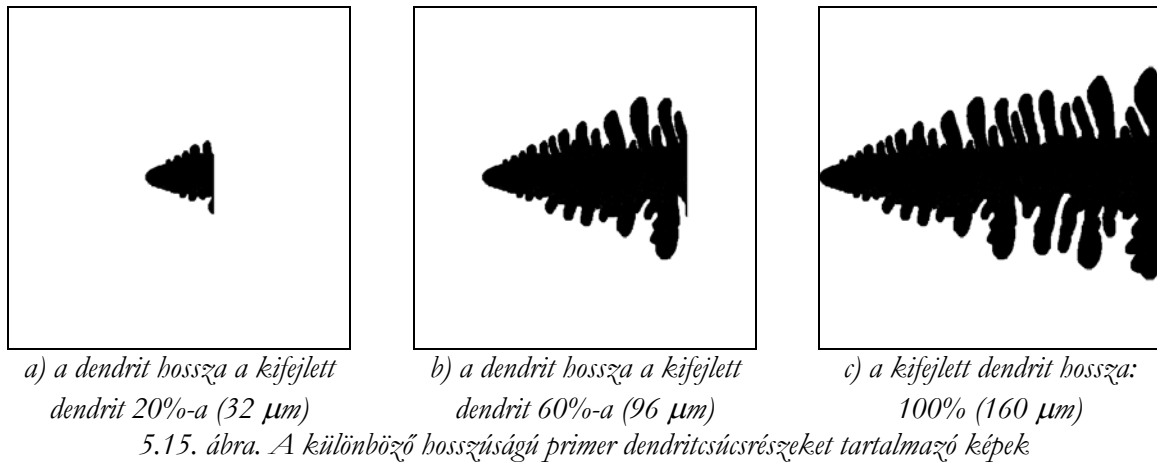


k) Nyitás művelet

5.14. ábra. A képatalakítás folyamata

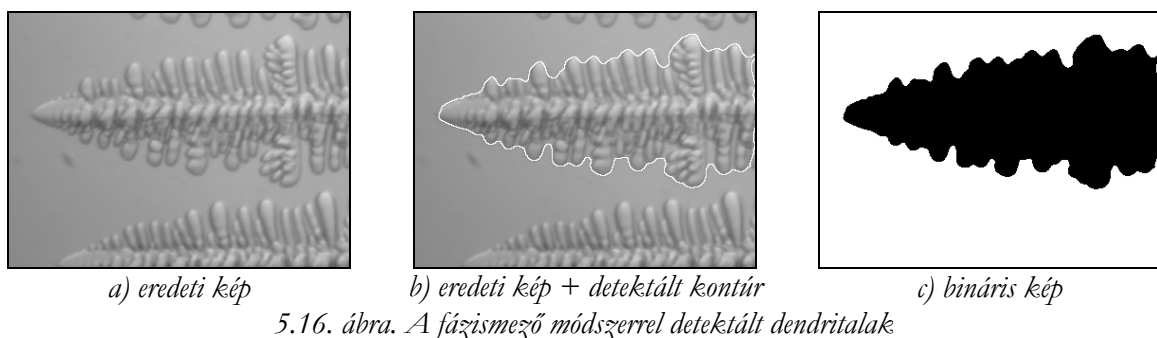
Az alak általános jellemzése mellett célom volt az is, hogy a növekvő dendrit alakját vizsgáljam, ezért az így kapott bináris képből 2 db, különböző hosszúságú primer dendritcsúcsot tartalmazó képet vágtam ki, melyeket a mérőprogram számára ugyanabba az 500x500 pixel

méretű fehér háttérű képbe illesztettem be. Az így kapott képeket – és az eredeti képet - mutatja az alábbi ábra (5.15. ábra).



A végeredményképpen kapott fehér háttérű, fekete dendriteken a mérést a CProb képelemző szoftver segítségével végeztem el. A szoftver beolvasta a képeket, és Excel táblázatban megadta a kért mérési eredményeket, melyek kiértékelése szintén az Excel segítségével történt.

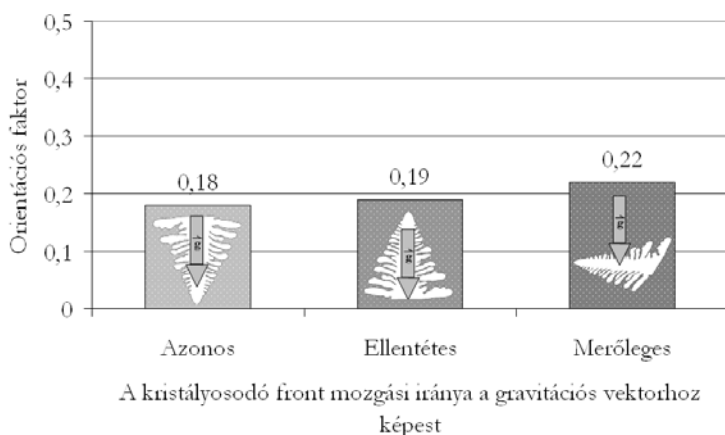
Itt kell megjegyeznem, hogy előzetesen célom volt a mérni kívánt dendritalak automatikus detektálása, annak érdekében, hogy az emberi beavatkozás, szubjektivitás szerepe minél kisebb legyen. Felvettem a kapcsolatot több kutatóval is, akik az alakfelismerés területén jelentős tapasztalattal rendelkeznek, azonban az általuk alkalmazott módszerek nem tudták megfelelő pontossággal detektálni a dendrit kontúrvonalát. A legjobb – de messze nem megfelelő - eredményt az alábbiakban bemutatott fázismező módszer adta.



5.3.1. Orientációs faktor

Az orientációs faktor számítása a 3.2.1 fejezetben megadott képlet segítségével történt.

Nyilvánvaló, hogy a dendrites szerkezet egy irányítottsággal rendelkező, inhomogén szerkezet. Ha egy összetett, több dendritágból álló szerkezetet vizsgálunk meg, akkor megfigyelhető irányítottság a primer és a szekunder ágakkal párhuzamosan is. Ha egy önálló primer dendritágot vizsgálunk (méréseim során én ezt tettem), akkor az előbb említett kétféle irányítottság közül az utóbbi jelentkezik, vagyis a dendritnek a szekunder dendritágakkal párhuzamosan van irányítottsága.



5.17. ábra. Az orientációs faktor értéke a kristályosítás irányának függvényében (dendrithossz: 20%)

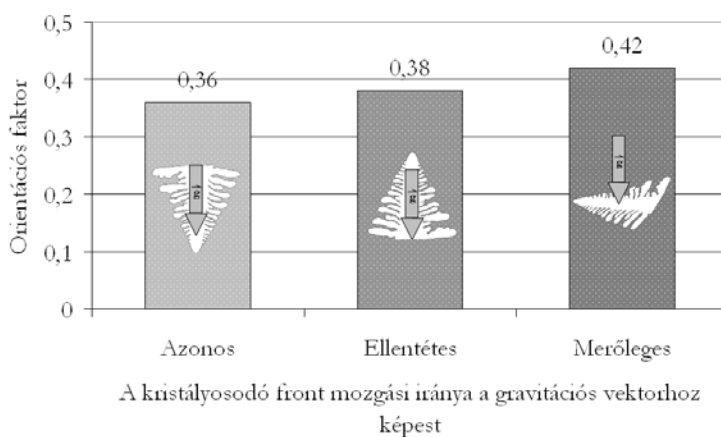
5.8. táblázat. Az orientációs faktor értéke a kristályosítás irányának függvényében (dendrithossz: 20%)

	A kristályosodó front mozgási iránya a gravitációs vektorhoz képest		
	Azonos	Ellentétes	Merőleges
Átlagérték	0,18	0,19	0,22
Értékek szórása	0,04	0,05	0,05
Értékek relatív szórása [%]	22,13	25,4	25,4

során. Ha belegondolunk, ez a megállapítás magától értetődő, hiszen azzal, hogy hosszabb primer dendritágot vizsgálunk, egyre nő a figyelembe vett szekunder dendritágak száma, mérete és ezáltal a velük párhuzamos irányban tapasztalható anizotropia.

Különbséget mutattam ki a különböző irányokban keletkezett dendritek orientációs faktor értékei között is. Legnagyobb orientációs faktoral a Merőleges irányban kristályosodott dendritek

Munkám során vizsgáltam a kifejlett primer dendritág orientációját és az ehhez képest a 20%-os illetve 60%-os mérettel rendelkező primer dendritrészeket. Megállapítottam, hogy a dendritek orientációja függ attól, hogy a kristályosítás iránya milyen szöget zár be a gravitációs vektor irányával. Megfigyeltem, hogy mindhárom kristályosítási irányban annál nagyobb lesz az irányítottság, minél hosszabb primer dendritágot veszek figyelembe a mérés

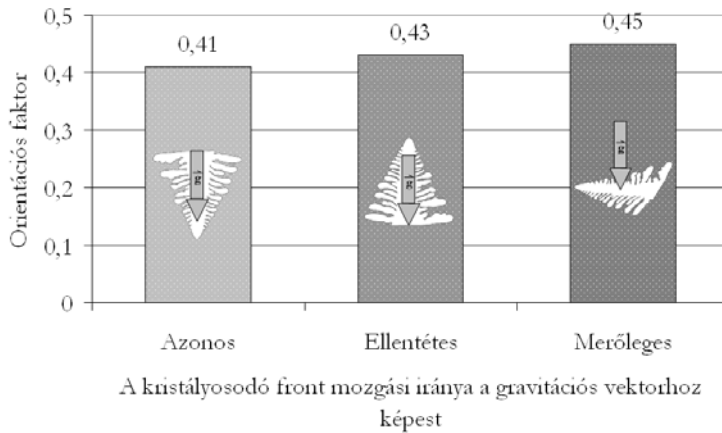


5.18. ábra. Az orientációs faktor értéke a kristályosítás irányának függvényében (dendrithossz: 60%)

5.9. táblázat. Az orientációs faktor értéke a kristályosítás irányának függvényében (dendrithossz: 60%)

	A kristályosodó front mozgási iránya a gravitációs vektorhoz képest		
	Azonos	Ellentétes	Merőleges
Átlagérték	0,36	0,38	0,42
Értékek szórása	0,03	0,03	0,01
Értékek relatív szórása [%]	7,51	7,62	3,52

rendelkeznek, valamivel kisebb értékeket kaptam az *Ellentétes* irányú kristályosításnál, a legkisebb orientációs faktort pedig az *Azonos* irányú kristályosodás során keletkezett dendritek vizsgálata során kaptam.



5.19. ábra. Az orientációs faktor értéke a kristályosítás irányának függvényében (dendrithossz: 100%)

5.10. táblázat. Az orientációs faktor értéke a kristályosítás irányának függvényében (dendrithossz: 100%)

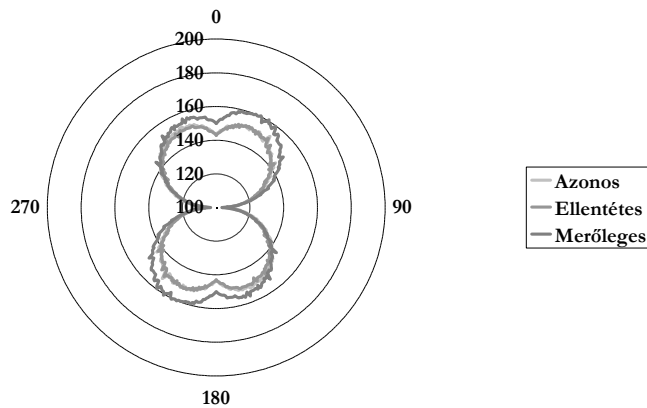
	A kristályosodó front mozgási iránya a gravitációs vektorhoz képest		
	Azonos	Ellentétes	Merőleges
Átlagérték	0,41	0,43	0,45
Értékek szórása	0,02	0,02	0,02
Értékek relatív szórása [%]	3,94	5,36	4,13

Amikor csak a dendrit csúcsát vizsgáltam (dendrithossz: 20%), nagyon nagy szórásértékeket kaptam, tehát ebben az esetben nem tudom teljes bizonyossággal kijelenteni, hogy az átlagértékeken jelentkező különbségek valósak. A kapott értékek szórása a figyelembe vett dendrithossz nagyságának növekedésével egyre csökkent és a 100%-os dendrithossz jellemzése esetén már elmondhatom, hogy a kristályosodási irányok között mért különbségek valóban különbségek.

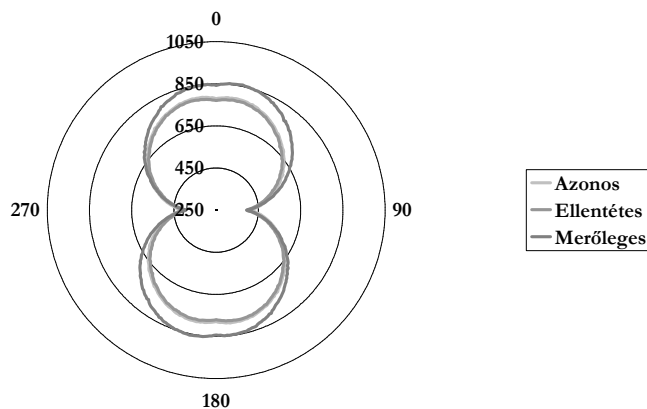
Összefoglalva: *Azonos* irányú kristályosodáskor, amikor a dendritek növekedési iránya és a gravitációs vektor iránya megegyezik egymással, minimumot mutat az egyedi primer dendritágak orientációs faktor értéke. A paraméter értéke növekszik, ha *Ellentétes* irányú a kristályosítás, és maximumot mutat, ha a gravitációs vektor iránya *merőleges* a dendritkristályok növekedési irányára. Az orientációs faktor értéke annál nagyobb, minél hosszabb primer dendritágot vesznek figyelembe a vizsgálat során.

5.3.2. Orientációs rózsadiagram

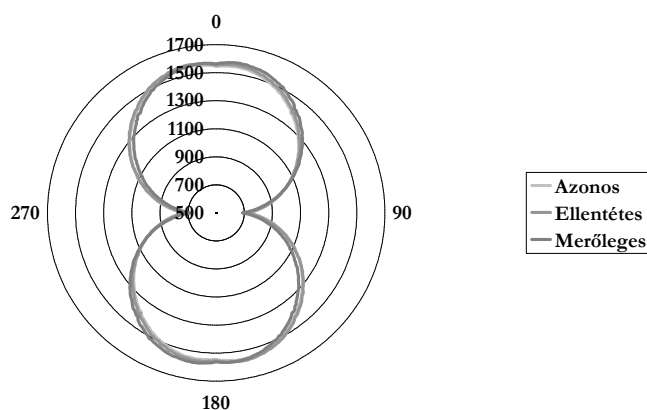
Az orientációs rózsadiagram szemléletesen mutatja az adott alakzat irányítottságát, orientációját. Az orientációs rózsadiagramot úgy szerkesztettem meg, hogy 0° - 360° -os



5.20.a. ábra. Orientációs rózsadiagram (vizsgált dendrit hossz a kifejelett dendrit hosszához képest: 20%)



5.21.b. ábra. Orientációs rózsadiagram (vizsgált dendrit hossz a kifejelett dendrit hosszához képest: 60%)



5.22.c. ábra. Orientációs rózsadiagram (vizsgált dendrit hossz a kifejelett dendrit hosszához képest: 100%)

intervallumban forgatva a detektált képet, meghatároztam a vízszintes metszésszámokat (bővebben lásd az 3.2.1 fejezetben), majd polár koordináta-rendszerben ábrázoltam az összetartozó fok-metszésszám értékpárokat (a 0° - 180° a primer dendritág szimmetriatengelye, és a dendrit csúcsa a 0° felé mutat).

Általánosságban elmondható, hogy a rózsadiagramok hasonlóak, de a metszésszám értékek különbözőek. A vízszintes (*Merőleges*) irányban kristályosított dendriteknél kaptam a legtöbb metszésszámot, és a gravitációs vektor irányával megegyező (*Azonos*) irányban megszilárdult dendriteknél a legkevesebbet. Vízszintes irányú kristályosítás esetén nagyobb dendritek nőnek (hosszabbak a szekunder dendritágaik és helyenként tercier ágak is megjelennek), ennek tudható be, hogy a metszésszám értékek is nagyobbak lesznek. 90° -os és 270° -os forgatási értéknél kaptam a minimális metszésszámot. Ekkor a metszés

iránya a primer dendritágra merőleges, és mivel azonos hosszúságú primer ágakon végeztem el a méréseket, szükségszerűen közel azonos metszésszám értékek is születtek.

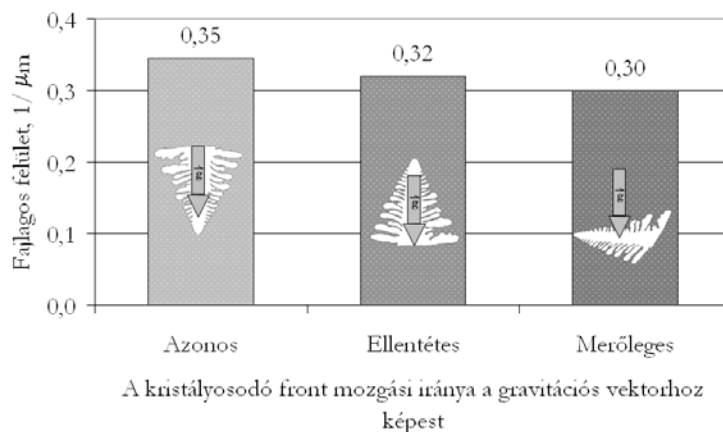
A rózsadiagramok alakjára vonatkozóan Saltykov egy sorozatot alkotott, melynek a segítségével megbecsülhető az adott szerkezet orientációja (lásd [118], 50. oldal). Ez alapján a primer dendritágak orientációja 70-80%-os.

Összefoglalva: A különböző irányban kristályosított dendritek orientációs rózsadiagramjai hasonlóak. Az orientációs rózsadiagramok 2 db, egymásba fonódó körből állnak, és a körök egymáshoz képesti viszonyából megbecsülhető, hogy a dendrites szerkezet orientációja 70-80%-os.

5.3.3. Fajlagos felület

A fajlagos felület mérése az 5.15. ábra képsorozatán történt. A fajlagos felület segítségével a dendrit morfológiailag jól jellemezhető, ami a kialakult anyagi struktúrák tulajdonsága szempontjából döntő jelentőségű lehet. Az 5.23. ábra, 5.24. ábra és 5.25. ábra mutatja a fajlagos felület értékének változását a kristályosítás irányának és a növekvő primer dendritág hosszának a függvényében, a konkrét mérési eredményeket pedig az 5.11. táblázat, 5.21. táblázat és az 5.12. táblázat tartalmazza.

Az eredmények azt mutatják, hogy a legnagyobb fajlagos felülete a gravitációs vektor irányával megegyező (Azonos) irányban megszilárdult dendriteknek van. A geometriai paraméterek esetén ebben az irányban kaptam a minimum értékeket, vagyis az Azonos kristályosítási irányban

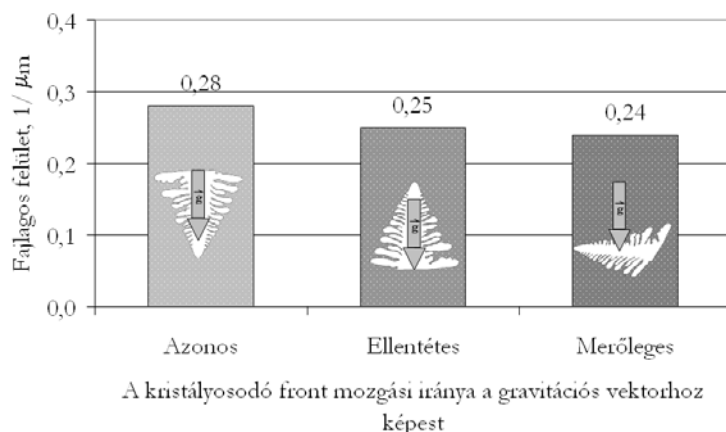


5.23. ábra. A fajlagos felület értéke a kristályosítás irányának függvényében (dendrithossz: 20%)

5.11. táblázat. A fajlagos felület értéke a kristályosítás irányának függvényében (dendrithossz: 20%)

	A kristályosodó front mozgási iránya a gravitációs vektorhoz képest		
	Azonos	Ellentétes	Merőleges
Átlagérték [$1/\mu\text{m}$]	0,35	0,32	0,30
Értékek szórása [$1/\mu\text{m}$]	0,04	0,04	0,02
Értékek relatív szórása [%]	10,62	11,25	6,42

keletkeztek a legkisebb dendritek, itt alakult ki a legfinomabb kristályszerkezet. A legkisebb fajlagos felülete a Merőleges irányban kristályosodott dendriteknek van, amikor a geometriai paraméterek értéke magasabb. Így az általam kristályosított dendrites szerkezet esetében is igazoltam azt az általánosan értelmezett feltételezést, hogy minél finomabb szerkezetű egy anyagi struktúra, annál nagyobb a fajlagos felülete.



5.24. ábra. A fajlagos felület értéke a kristályosítás irányának függvényében (dendrithossz: 60%)

5.12. táblázat. A fajlagos felület értéke a kristályosítás irányának függvényében (dendrithossz: 60%)

	A kristályosodó front mozgási iránya a gravitációs vektorhoz képest		
	Azonos	Ellentétes	Merőleges
Átlagérték [$1/\mu\text{m}$]	0,28	0,25	0,24
Értékek szórása [$1/\mu\text{m}$]	0,01	0,03	0,02
Értékek relatív szórása [%]	5,27	10,22	6,59

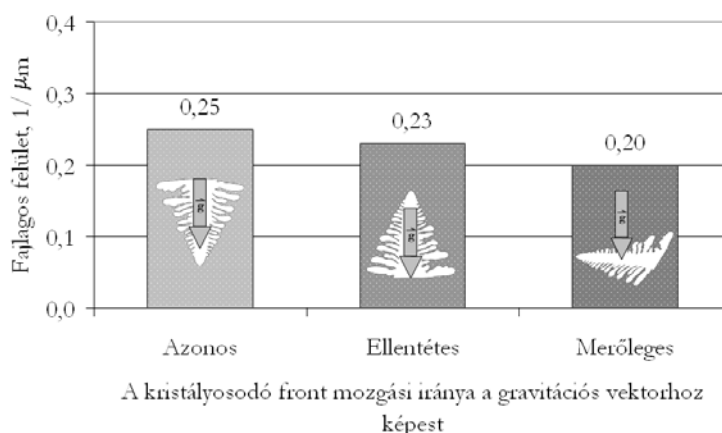
kicsi, de minél nagyobb primer dendritágrészt veszek figyelembe a mérés során, annál inkább csökkenek a szórásértékek.

Összefoglalva: Azonos irányú kristályosítás esetén, amikor a dendritek növekedési iránya a gravitációs vektor irányával megegyezik, maximumot ér el a keletkező dendrites szerkezet fajlagos felülete. A fajlagos felület értéke csökken, ha Ellentétes irányú a kristályosítás, és minimumot ér el, ha a gravitációs vektor iránya merőleges a dendritkristályok növekedési irányára. Minél

hosszabb primer dendritágrészt veszek figyelembe a vizsgálat során, a fajlagos felület értéke annál inkább csökken.

Megállapítottam, hogy a primer dendritcsúcstól mérve minél nagyobb dendritkristályokon végzem el a mérést, annál inkább csökken a fajlagos felület értéke, de a kristályosítási irányok közötti különbségek megmaradnak.

A szórásértékeket megvizsgálva arra a következtetésre jutottam, hogy amikor a primer dendrit csúcsát vizsgálom (dendrithossz: 20%), az átlagértékek megbízhatósága

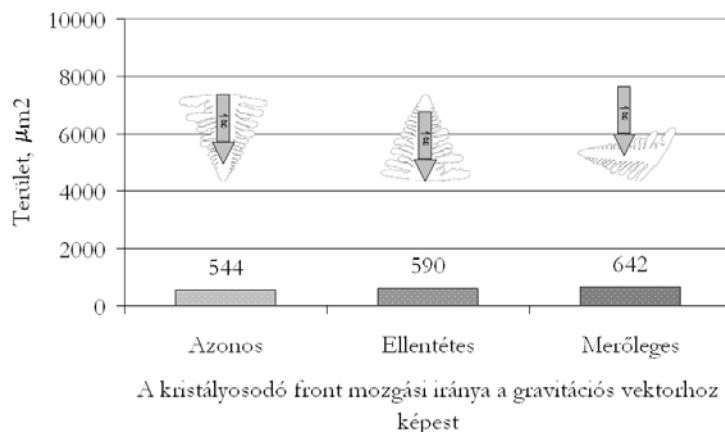


5.25. ábra. A fajlagos felület értéke a kristályosítás irányának függvényében (dendrithossz: 100%)

5.13. táblázat. A fajlagos felület értéke a kristályosítás irányának függvényében (dendrithossz: 100%)

	A kristályosodó front mozgási iránya a gravitációs vektorhoz képest		
	Azonos	Ellentétes	Merőleges
Átlagérték [$1/\mu\text{m}$]	0,25	0,23	0,20
Értékek szórása [$1/\mu\text{m}$]	0,01	0,02	0,01
Értékek relatív szórása [%]	5,89	10,08	6,70

5.3.4. Terület



5.26. ábra. A dendrit területének értéke a kristályosítás irányának függvényében (dendrithossz: 20%)

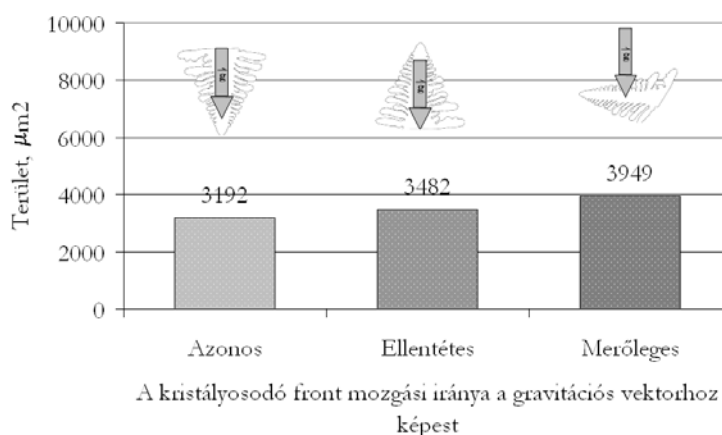
5.14. táblázat. A dendrit területének értéke a kristályosítás irányának függvényében (dendrithossz: 20%)

	A kristályosodó front mozgási iránya a gravitációs vektorhoz képest		
	Azonos	Ellentétes	Merőleges
Átlagérték [μm^2]	544	590	642
Értékek szórása [μm^2]	12,6	27,3	23,5
Értékek relatív szórása [%]	2,3	4,6	3,7

dendritek. Az eredmények azt mutatják, hogy a legnagyobb dendritek a gravitációs vektor irányára merőleges - *Merőleges* - irányú kristályosítás során keletkeznek, a legkisebbek pedig a gravitációs vektor irányával megegyező - *Azonos* - irányú kristályosítás során. Az *Ellentétes* irányban megszilárdult dendritek mérete nagyobb, mint az *Azonos* irányban megszilárdultaké, de kisebb, mint azoké, melyek a *Merőleges* irányú

A különböző irányban kristályosodott dendritek területeinek az összehasonlítása (5.26. ábra, 5.35. ábra, 5.28. ábra és 5.14. táblázat, 5.15. táblázat, 5.16. táblázat) jelen esetben azt mutatja meg, hogy a geometriai paraméterek különbözősége milyen módon jelentkezik a dendritek méretében.

Vizsgálataim során megállapítottam, hogy a kristályosítás irányától függően különböző méretűek lesznek a megszilárduló

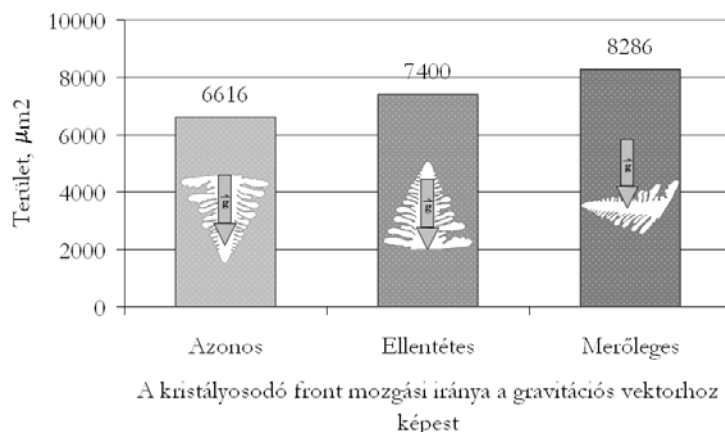


5.27. ábra. A dendrit területének értéke a kristályosítás irányának függvényében (dendrithossz: 60%)

5.15. táblázat. A dendrit területének értéke a kristályosítás irányának függvényében (dendrithossz: 60%)

	A kristályosodó front mozgási iránya a gravitációs vektorhoz képest		
	Azonos	Ellentétes	Merőleges
Átlagérték [μm^2]	3192	3482	3949
Értékek szórása [μm^2]	160,6	300,3	97,3
Értékek relatív szórása [%]	5,0	8,6	2,5

kristályosítások során keletkeztek.



5.28. ábra. A fajlagos felület értéke a kristályosítás irányának függvényében (dendrithossz: 100%)

5.16. táblázat. A fajlagos felület értéke a kristályosítás irányának függvényében (dendrithossz: 100%)

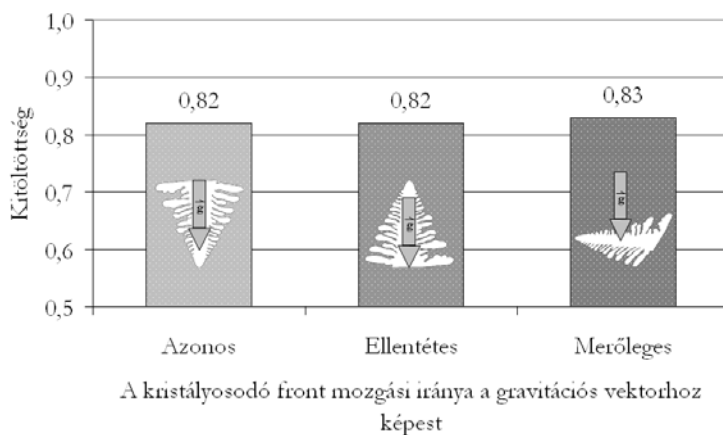
	A kristályosodó front mozgási iránya a gravitációs vektorhoz képest		
	Azonos	Ellentétes	Merőleges
Átlagérték [μm^2]	6616	7400	8286
Értékek szórása [μm^2]	628,6	480,1	167,4
Értékek relatív szórása [%]	9,5	6,5	2,0

hogy milyen hosszúságú primer dendritágat vesznek figyelembe a mérés során.

A szórásértékek mutatják, hogy a kristályosítási irányok közötti különbségek valóságosak.

Összefoglalva: Az ábrán és a táblázatban látható értékek helyességét alátámasztják a geometriai paraméterek mérése során kapott eredmények. Nevezetesen a primer dendritág területe akkor a legnagyobb, amikor a kristályosodás iránya merőleges a gravitációs vektor irányára és akkor legkisebb, amikor a dendritek növekedési iránya megegyezik a gravitációs vektor irányával. A terület értékeinek változása független attól,

5.3.5. Kitöltöttség



5.29. ábra. A kitöltöttség értéke a kristályosítás irányának függvényében (dendrithossz: 20%)

5.17. táblázat. A kitöltöttség a kristályosítás irányának függvényében (dendrithossz: 20%)

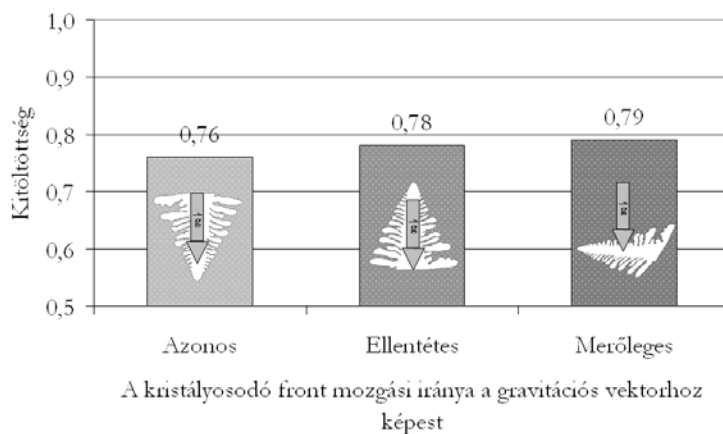
	A kristályosodó front mozgási iránya a gravitációs vektorhoz képest		
	Azonos	Ellentétes	Merőleges
Átlagérték	0,82	0,82	0,83
Értékek szórása	0,02	0,03	0,02
Értékek relatív szórása [%]	2,78	3,36	2,73

táblázat, 5.19. táblázat)

szemléletesen mutatják, hogy méréseim alapján különböző mértékű a kitöltöttsége a különböző irányban kristályosodott dendriteknek. A kitöltöttség *Merőleges* irányú kristályosítás esetén a legnagyobb, vagyis ebben az esetben a legkisebb a különbség a dendrit konvex és konkáv területe között. *Azonos* irányú kristályosítás esetén kaptam a legkisebb kitöltöttség értékeket, vagyis akkor, amikor a dendritek

A kitöltöttség azt mutatja meg, hogy milyen az adott alakzat területének és konvex területének a viszonya egymáshoz képest. Nyilvánvaló, hogy a dendrit egy konkáv alakzat, de kérdés volt, hogy a különböző irányban kristályosodott dendritek alakjai között van-e olyan különbség, mely ennek a paraméternek a segítségével kimutatható.

Az ábrák (5.29. ábra, 5.30. ábra, 5.31. ábra) és a táblázatok (5.17. táblázat, 5.18.

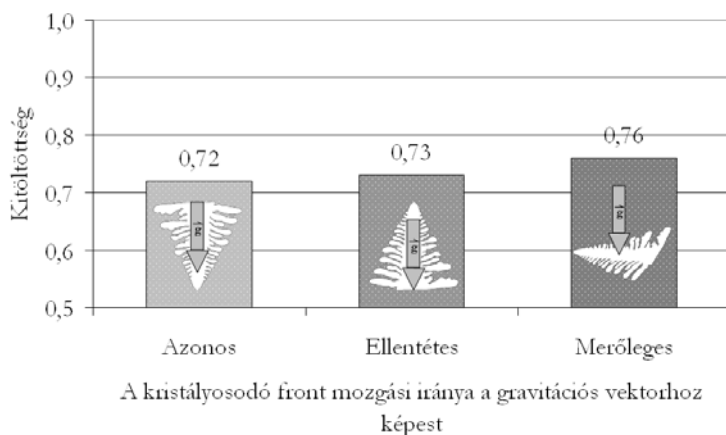


5.30. ábra. A kitöltöttség értéke a kristályosítás irányának függvényében (dendrithossz: 60%)

5.18. táblázat. A kitöltöttség a kristályosítás irányának függvényében (dendrithossz: 60%)

	A kristályosodó front mozgási iránya a gravitációs vektorhoz képest		
	Azonos	Ellentétes	Merőleges
Átlagérték	0,76	0,78	0,79
Értékek szórása	0,02	0,01	0,02
Értékek relatív szórása [%]	2,29	1,72	2,18

növekedési iránya és a gravitációs vektor iránya megegyezik.



5.31. ábra. A kitöltöttség értéke a kristályosítás irányának függvényében (dendrithossz: 100%)

5.19. táblázat. A kitöltöttség a kristályosítás irányának függvényében (dendrithossz: 100%)

	A kristályosodó front mozgási iránya a gravitációs vektorhoz képest		
	Azonos	Ellentétes	Merőleges
Átlagérték	0,72	0,73	0,76
Értékek szórása	0,01	0,01	0,01
Értékek relatív szórása [%]	2,02	1,40	1,17

Bármekkora primer dendritágat vettem figyelembe vizsgálataim során, a kristályosítási irányok közötti különbségek megmaradtak, viszont a kitöltöttség értéke folyamatosan csökkent, ami abból adódott, hogy egyre nagyobb és több szekunder dendritág volt a primer dendritörzs mentén.

A szórásértékeket megvizsgálva látható, hogy a paraméter kristályosítási irányok közötti különbségei 20%-os dendrithossz esetén, amikor a primer csúcs

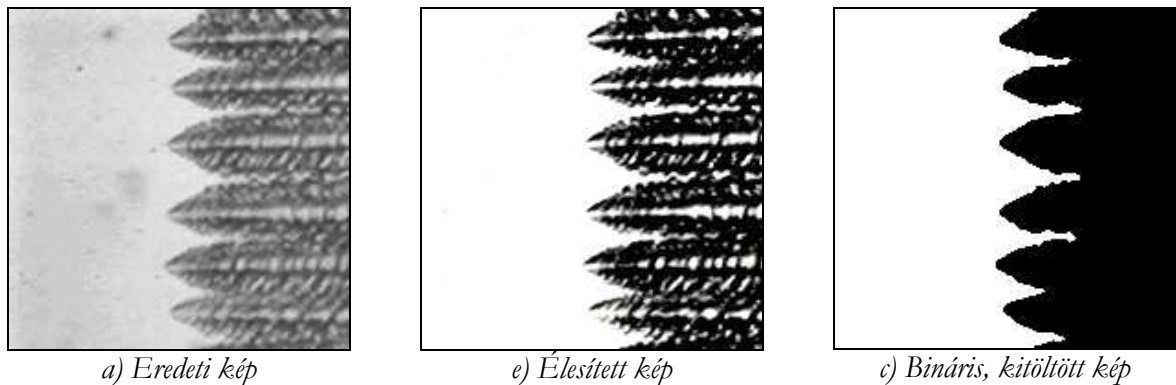
közvetlen környezetét vizsgálom, nem számottevőek. Azonban minél nagyobb dendrithosszt veszek figyelembe a mérés során annál kisebbek a szórásstartományok, vagyis a kapott értékek közötti különbségek megfelelnek a valóságnak.

Összefoglalva: A primer dendritágak kitöltöttség értéke akkor a legkisebb, amikor a kristályosítás iránya függőleges és megegyezik a gravitációs vektor irányával. Merőleges irányú kristályosításnál a kitöltöttség értéke maximumot mutat a három kristályosítási irányt figyelembe véve. Minél nagyobb primer dendritágat veszek figyelembe a vizsgálat során, annál inkább csökken a kitöltöttség értéke, de az irányok közötti különbségek megmaradnak.

5.4. Kovariancia

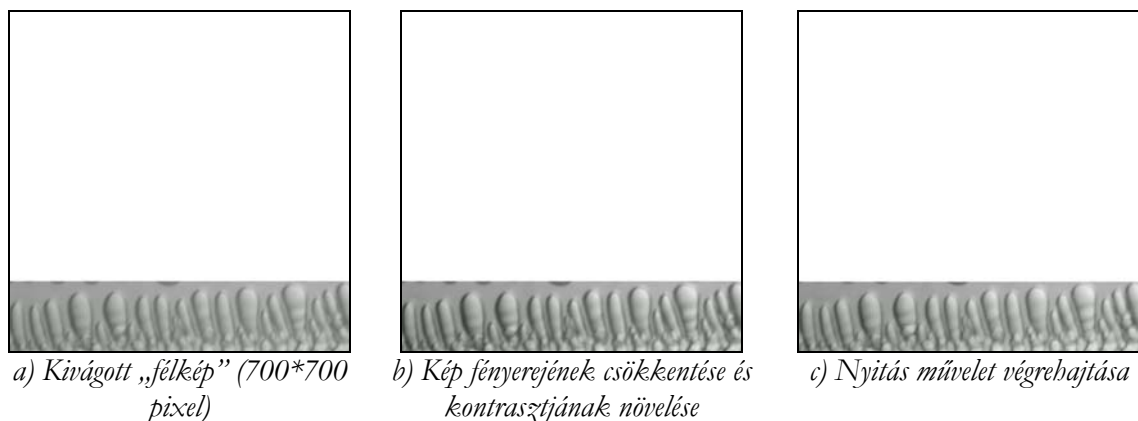
A kovariancia vizsgálatot a kristályosítási kísérleteim során kapott dendrites szerkezet geometriai paramétereinek (primer és szekunder dendritág távolság) meghatározására alkalmaztam.

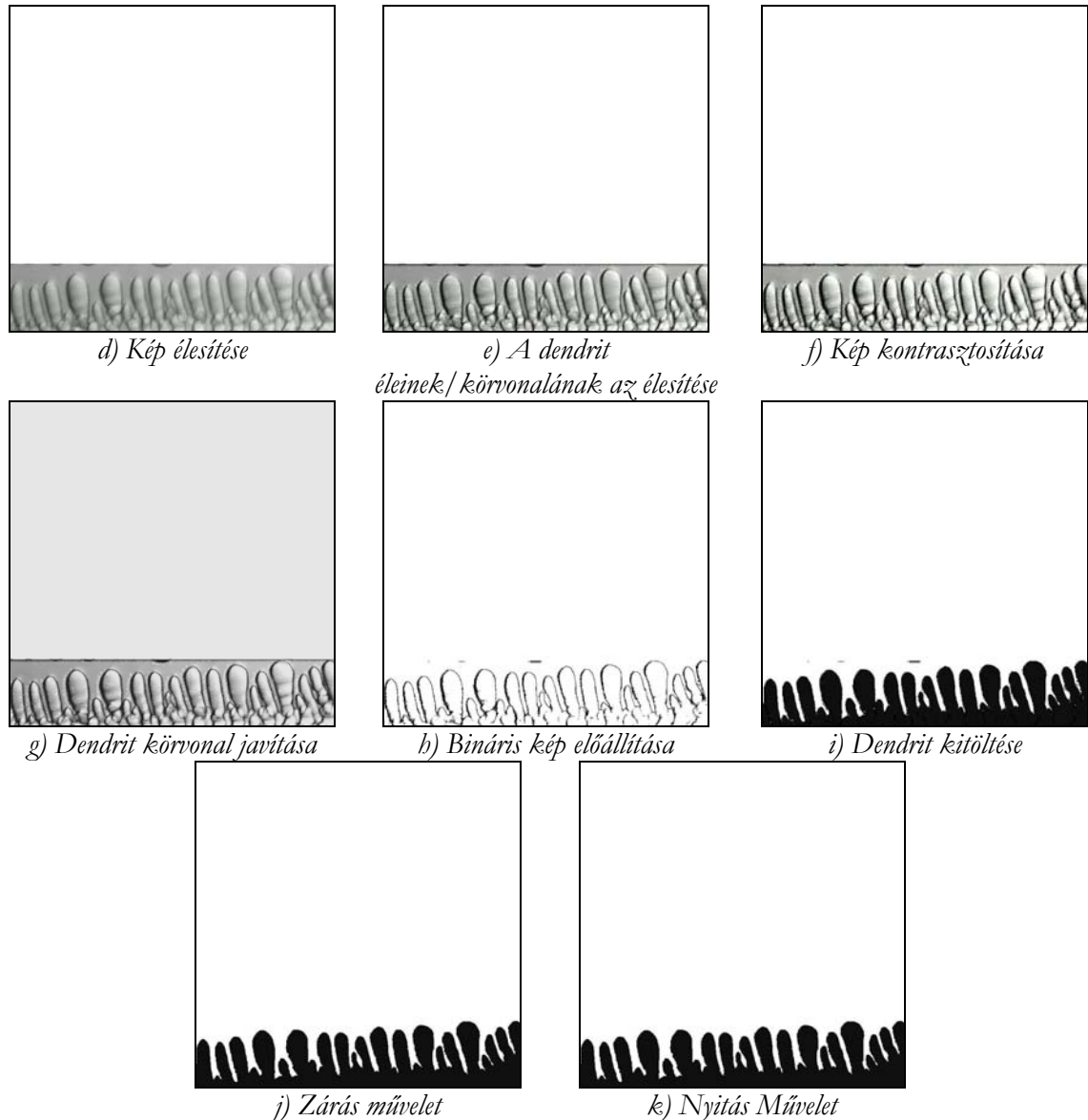
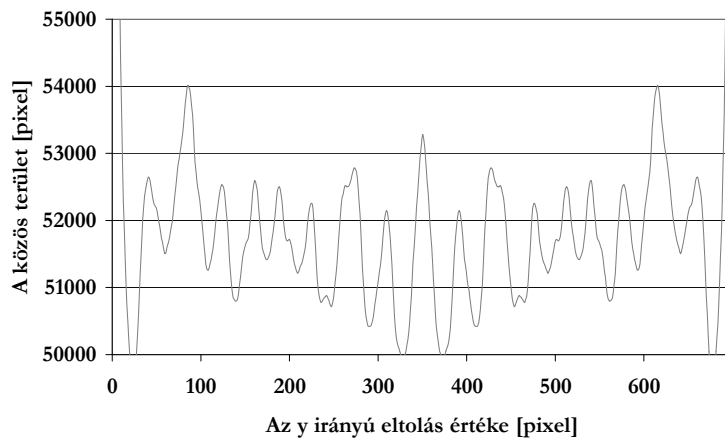
Elgondolásom szerint a kovariancia vizsgálatot alkalmazni lehet a primer (y irányú eltolás) és szekunder dendritág távolság (x irányú eltolás) értékének a meghatározásához. A mérések végrehajtásához természetesen szükség van a szürkeképek megfelelő bináris képekké történő átalakítására. Az 5.32. ábra képsorozata bemutatja a primer dendritág távolság vizsgálatához szükséges képek átalakítási lépéseit. A szürkességi profil alapján történő primer dendritág mérés során is alkalmazott képátalakítási lépéseket alkalmaztam kiegészítve azzal, hogy a lépéssorozat végén kapott bináris kép „fehér lyukait” kitöltöttem



5.32. ábra. A kovariancia vizsgálatokhoz használt dendritképek (λ_1)

Kissé egyedi a helyzet a szekunder dendritág távolság meghatározásakor. Ebben az esetben egy bináris „félképet” állítottam elő az 5.2.2. Fejezetben bemutatott képsorozatok felvételeiből. A „félkép” ebben az esetben értelmezésem szerint azt jelenti, hogy csupán egy gerince mentén elvágott fél primer dendritág részre volt szükségem. A szekunder dendritág távolság meghatározásához szükséges képek képátalakítási lépéseit az 5.33. ábra képsorozata mutatja be. A képátalakítás lépései megegyeztek az alakjellemzéshez szükséges paraméterek mérése előtti képátalakítási lépésekkel.



5.33. ábra. A kovariancia vizsgálatokhoz használt dendritképek (λ_2)

5.34. ábra. Kovariancia vizsgálat – horizontális irányú eltolás eredményadatainak ábrázolása

A képek, képsorozatok előállítása után következett a kovariancia vizsgálatok végrehajtása és az eredmények kiértékelése. A CProb képelemző szoftver segítségével elvégeztem a hosszúság és szélesség szerinti kovariancia vizsgálatokat. Az eredményül kapott adathalmazokat ábrázoltam, és az Origin program segítségével

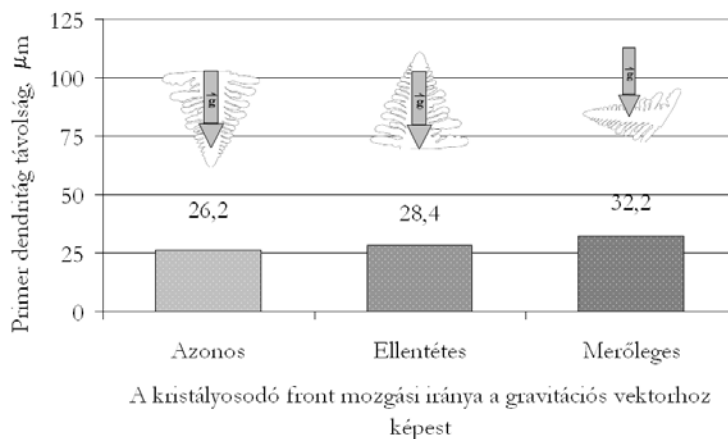
meghatároztam a kapott görbe csúcsai közötti távolságokat. A távolság értékeket átlagolva és a kalibrációs faktorról beszorozva megkaptam a primer és szekunder dendritág távolságokat.

Példaként az 5.34. ábra mutatja az 5.33. ábra k) képének horizontális irányú kovariancia vizsgálatának eredményét. Az ábrában található csúcsok egymástól mért távolságának átlaga megegyezik az adott képen szereplő primer dendritágak egymástól mért távolságának átlagával.

Primer dendritág távolság meghatározása

Az eredményeket az 5.35. ábra és az 5.21. táblázat segítségével mutatom be.

Az eredményül kapott primer dendritág távolság értékek megegyeznek a manuális méréssel kapott primer dendritág távolság értékekkel (lásd: 5.2.1. fejezet). Legnagyobb primer dendritág távolságot ezzel a mérési módszerrel is akkor kaptam, amikor a kristályosítás iránya merőleges volt a gravitációs vektor irányára (Merőleges irány). Legkisebb primer dendritág távolság pedig akkor alakult ki, amikor a gravitációs vektor irányával megegyező (Azonos) irányban történt a dendritek kristályosodása.



5.35. ábra. A primer dendritág távolság értéke

5.20. táblázat. A kovariancia vizsgálattal meghatározott szekunder dendritág távolság mérési eredményei v3 sebesség esetén

	A primer dendritág távolság értéke v1 sebesség esetén, miközben a kristályosodó front mozgási iránya a gravitációs vektorhoz képest		
	Azonos	Ellentétes	Merőleges
Átlagérték, μm	26,2	28,4	32,2
Értékek szórása, μm	2,9	2,3	3,0
Értékek relatív szórása [%]	11,0	8,2	9,2

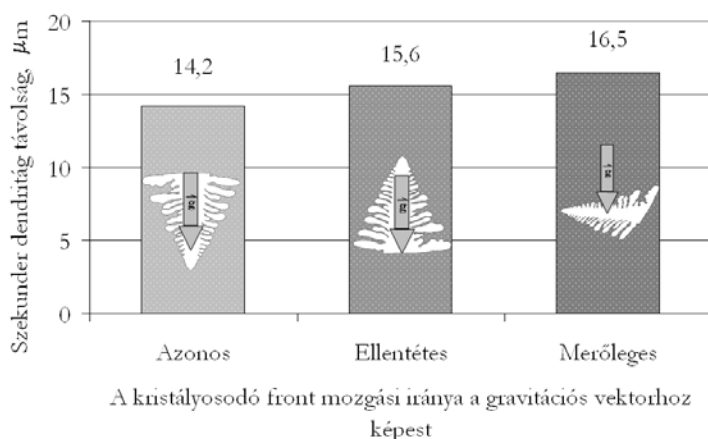
mérési eljárással kapott primer dendritág távolság értékekkel: legnagyobb a primer dendritág távolság értéke a Merőleges irányú kristályosításnál, legkisebb pedig az Azonos irányú kristályosításnál.

A vizsgált ágak száma is összefüggésben van az eredményekkel, hiszen azonos képméret mellett a legnagyobb primer dendritág távolságot adó Merőleges irányban sokkal kevesebb dendritágot tudtam vizsgálni, mint Azonos és Ellentétes irányokban.

Összefoglalva: A kovariancia vizsgálat alkalmas a kristályosítási kísérleteim során kapott dendrites szerkezet primer dendritág távolság értékének a meghatározására. Ennek bizonyítéka, hogy eredményeim összhangban vannak a manuális

Szekunder dendritág távolság meghatározása

A kovariancia vizsgálat segítségével meghatározható a szekunder dendritág távolság nagysága is, az előzőekhez képest annyi különbséggel, hogy mivel a dendritágak „egymás mellett” helyezkednek el, ebben az esetben szélesség szerint (x irányban) kell elvégezni a kovariancia vizsgálatot. A vizsgálat során kapott adatok feldolgozása megegyezik az előzőekben, a primer dendritág távolság meghatározásakor leírtakkal.



5.36. ábra. A szekunder dendritág távolság értéke

5.21. táblázat. A kovariancia vizsgálattal meghatározott szekunder dendritág távolság mérési eredményei v1 sebesség esetén

	A szekunder dendritág távolság értéke v1 sebesség esetén, miközben a kristályosodó front mozgási iránya a gravitációs vektorhoz képest		
	Azonos	Ellentétes	Merőleges
Átlagérték, μm	14,2	15,6	16,5
Értékek szórása, μm	1,1	1,6	0,9
Értékek relatív szórása [%]	7,8	10,3	5,6

szekunder dendritág távolság értékének a meghatározására. Kapott eredményeim ebben az esetben is összhangban vannak a manuális mérési eljárással kapott szekunder dendritág távolság értékekkel.

Az eredményül kapott görbék csúcspontjainak egymástól mért távolságait - a szekunder dendritág távolságot - és az adatok statisztikai elemzését az 5.36. ábra és az 5.21. táblázat segítségével mutatom be. Eredményeim ebben az esetben is gyakorlatilag megegyeznek a manuális módszerrel mért szekunder dendritág távolság mérése során kapott eredményekkel (lásd: 5.2.2. fejezet).

Összefoglalva: A kovariancia vizsgálat alkalmas az szukcinonitril-aceton dendritek

5.5. Az olvadék/szilárd határfelület előtti olvadékáramlás

A gravitációs erő a folyadékok és gázok mozgását alapvetően befolyásolja. Mindenki előtt ismert, hogy a hőmérséklet növekedésének a hatására a folyadék kitágul és ennek következtében sűrűsége lecsökken. Hűléskor ennek az ellenkezője történik, a sűrűség megnő. Sűrűségkülönbséget okoz minden, a kristályosodási folyamatokat kísérő koncentrációváltozás is. Gravitációs térben a nagyobb sűrűségű rész lefelé, a kisebb sűrűségű rész pedig felfelé mozdul el. Ezt az áramlást nevezzük konvekciónak. A folyadékok és gázok esetében a konvekció állandóan működik gravitációs térben. A létrejövő áramlások szabályszerűségeinek a megállapítása nagyon bonyolult, az esetek túlnyomó részében megoldhatatlan probléma. Még a legegyszerűbb áramlási feladat sem oldható meg teljes mértékben. Valóságos körülmények között pedig az igen élénk kölcsönhatások miatt a viszonyok leírhatatlanul kaotikussá válnak. [129]

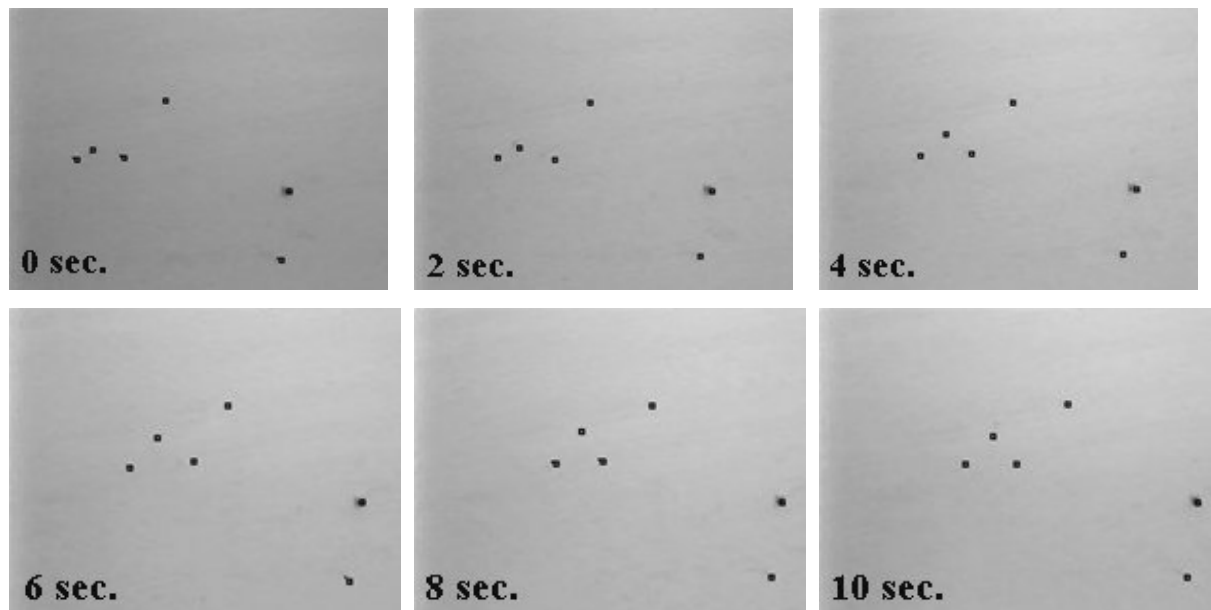
A konvekció jelentősége annál nagyobb, minél nagyobbak az anyagban a hőmérséklet- és koncentrációgradiensek. Ilyen eset a kristályosodás is, ahol ráadásul a kristályosodási front stabilitását éppen a megfelelően nagy hőmérséklet-gradienssel lehet beállítani.

A fémek, félvezetők, olvadékok nem transzparenszek, így az áramlások közvetlen megfigyelése az olvadék/szilárd határfelület környezetében nem lehetséges. A szukcinonitril-aceton oldat azonban transzparens anyag, és megfelelően kicsiny szilárd részecskék olvadékba juttatásával lehetségesnek tűnik az áramlások kimutatása. Modellanyagom egy olyan ötvözetrendszer, amelyben a szilárd részecskék mozgásának hajtóereje az irányított hőáramlás. Ezen kívül természetesen szerepe van az áramlások kialakulásában a gravitációnak is, ami azonban vízszintes irányú kristályosítás esetén elhanyagolható. Az áramlások kimutatásához megfelelő anyag kiválasztásánál fontos szempont volt, hogy hasonló sűrűséggel rendelkezzen, mint a szukcinonitril és megfelelő szemnagyságban hozzá lehessen jutni. A kiválasztott anyag, a PE sűrűsége 0,91-0,93 g/cm³, szemnagysága pedig 0,09 és 0,063 mm között volt.

A kísérleti modellanyag összeállításakor 5,1g szukcinonitrilhez 0,15g PE-t adagoltam és 2w% acetont. Sajnos már a modellanyag elkészítésekor adódtak problémák, ugyanis miután megolvastottam az oldatot, a PE felúszott az oldat tetejére. Bár a sűrűségkülönbség csak ~0,05 g/cm³ volt, a PE mégis elég élesen elvált az oldattól. Ez a szétválás megnehezítette ugyan a modellanyag betöltését a mintatartóba – mely a szokott módon történt –, de reméltem, hogy nem akadályozza meg az áramlások kimutatását.

Először vízszintes irányú kristályosítási kísérleteket végeztem, de nem tapasztaltam semmilyen „áramlást” a PE részecskék nem mozdultak meg az oldatban. Következő beállításom a függőleges irányú kristályosítás volt úgy, hogy a megszilárdulás iránya megegyezett a gravitációs

vektor irányával (Ellentétes irány). Ebben a kísérleti összeállításban a PE részecskék mozogni kezdtek, mely mozgást az 5.37. ábra képsorozata mutatja be.



5.37. ábra. A PE részecskék áramlása

Az 5.37. ábra képein látható, hogy a PE részecskék egymáshoz képest elmozdultak. Bár az elmozdulás nem jelentős, de észrevehető, így elmondhatom, hogy sikerült a dendrites kristályosodás során az olvadék/szilárd határfelület előtti olvadékban kialakult áramlásokat láthatóvá tenni.

6. ÖSSZEFOGLALÁS

A dendrites kristályosodás során kialakuló mikroszerkezet alapvetően határozza meg a fémek tulajdonságait. Éppen ezért fontos, hogy minél jobban megértsük a dendritek kialakulásának és növekedésének mechanizmusait, hiszen az esetek döntő többségében a végső anyagi jellemzők értéke attól függ, hogy a megszilárdulás során milyen dendrites mikroszerkezet alakul ki az anyagban. Amennyiben irányítani tudjuk a dendritek növekedését a kristályosodás során, elérhetjük, hogy az általunk kívánt fizikai jellemzők valósuljanak meg fémes anyagainkban.

Munkám során a gravitációs vektor hatását vizsgáltam a szukcinonitril-aceton oldat dendrites kristályosodására. Kitűzött célom azt volt, hogy megtaláljam azokat a geometriai paramétereket, melyek segítségével egzakt módon jellemezhetjük megszilárdulás során keletkező dendrites szerkezetet. A különböző irányokban végrehajtott kristályosításokkal bemutattam a gravitáció hatását a dendrites szerkezetet jellemző geometriai paraméterek értékeire. Olyan paramétereket határoztam meg, melyekkel jellemezhetem a megszilárdulás során keletkező dendritek alakját, morfológiáját és választ kerestem arra a kérdésre, hogy vannak-e különbségek a különböző kristályosítási irányokban keletkező dendritek alakjában? Méréseim bizonyítékot szolgáltatott arra, hogy a megszilárdulás során az olvadék/szilárd határfelület előtti olvadékban lejátszódó folyamatok befolyásolják a kialakuló dendrites szerkezetet.

Kísérleteimet egy egyszerű, könnyen összerakható kristályosító berendezés segítségével végeztem el, egy széles körben alkalmazott modellanyag segítségével. Ez a modellanyag (szukcinonitril-aceton oldat) azért nagyon kedvelt az egész világon, mert alacsony olvadáspontú, szilárd és olvadék állapotban is átlátszó, ezáltal a megszilárdulás folyamatait egyszerű berendezésekkel (fénymikroszkóp, videokamera, számítógép) nyomon követhetők.

A gravitációs vektorhoz képest három különböző irányban (a gravitációs vektorra merőlegesen (*Merőleges*), vele ellenkező (*Ellentétes*) és vele megegyező (*Azonos*) irányban), három különböző sebességgel (mintatartó húzási sebesség: $v_1=0,0050$ mm/s, $v_2=0,0092$ mm/s, $v_3=0,0452$ mm/s.), és 3,2 K/mm-es hőmérséklet gradiens mellett végeztem kristályosítási kísérleteket. A kristályosodás folyamatait minden esetben videokazettára és számítógépre rögzítettem. Az elkészült felvételekből képeket vágtam ki és megfelelő képátalakítások után elvégeztem a méréseimet.

Vizsgálataim első csoportját a különböző geometriai paraméterek meghatározása jelentette. Többféle módszer (manuális módszer, szűrkeségi profil felvétele és qbasic programos kiértékelés, CProb képelemző szoftver, kovariancia vizsgálat) segítségével meghatároztam a keletkezett dendrites szerkezet geometriai paramétereit (primer dendritág távolság, primer dendritcsúcs sugara, szekunder dendritág távolság).

Vizsgálataim másik nagy csoportját a különböző kristályosítási irányokban keletkező primer dendritágak alakjára jellemző paraméterek meghatározása és összehasonlítása jelentette. Mértem a dendritkristályok fajlagos felületét és meghatároztam különböző, alakkal kapcsolatos jellemzőiket (orientáció, orientációs faktor, kitöltöttség, terület).

Összességében elmondhatom, hogy mérési eredményeim alapján a szukcinonitril-aceton oldat kristályosítása során a legnagyobb primer, szekunder dendritág távolság és dendritcsúcs sugár *Merőleges* irányú kristályosodás során alakult ki. Ennek oka, hogy ekkor a gravitációs vektor merőleges a mintatartó mozgási irányára illetve a modellanyagban kialakuló hőmérséklet és koncentráció-gradiensre - amelyek sűrűség-gradienst okoznak -, így a próbákban az áramlás elhanyagolható mértékű. A legkisebb primer, szekunder dendritág távolság és dendritcsúcs sugár a függőleges irányú kristályosítás esetén keletkezett, mégpedig akkor, amikor fent volt a hideg és lent a meleg tömb (*Ázónos* irány). Ez azzal magyarázható, hogy a gravitációs vektor ebben az esetben megegyezett a mintatartó mozgási irányával és a hőmérséklet-, illetve koncentráció-különbség miatt az olvadékban intenzív áramlás indult meg.

Az alakjellemzők vizsgálatai során arra jutottam, hogy a különböző irányban kristályosított dendritek orientációs rózsadiagramjai hasonlóak. Az orientációs rózsadiagramok 2 db, egymásba fonódó körből állnak, és a körök egymáshoz képesti viszonyából megállapítható (etalonsorral történő összehasonlítás alapján), hogy a dendrites szerkezet orientációja 70-80%-os. *Ázónos* irányú kristályosodáskor minimumot mutat az egyedi primer dendritágak orientációs faktor értéke. A paraméter értéke növekszik, ha *Ellentétes* irányú a kristályosítás, és maximumot ér el *Merőleges* irány esetén. A dendrit primer ágának tengelye mentén, a csúcstól távolodva növekszik az orientációs faktor értéke.

A keletkező dendrites szerkezet fajlagos felületének nagysága *Ázónos* irány esetén a legnagyobb és minimumot mutat, amikor a gravitációs vektor merőleges a dendritkristályok növekedési irányára. A dendrit primer ágának tengelye mentén, a csúcstól távolodva csökken a fajlagos felület értéke.

A primer dendritágak területmérései során kapott eredmények alátámasztják a geometriai paraméterek mérése során kapott eredményeket. A primer dendritág területe akkor a legnagyobb, amikor a megszilárdulás iránya merőleges a gravitációs vektor irányára és akkor a legkisebb, amikor a dendritek növekedési iránya megegyezik a gravitációs vektorral. A terület értékek alakulása független attól, hogy milyen hosszúságú primer dendritágot veszek figyelembe a mérés során. A kitöltöttség értéke akkor a legkisebb, amikor a kristályosítás iránya függőleges és megegyezik a gravitációs vektorral. *Merőleges* irányú kristályosításnál a kitöltöttség értéke maximumot mutat a három kristályosítási irányt figyelembe véve. A dendrit primer ágának

tengelye mentén, a csúcstól távolodva csökken a kitöltöttség értéke, de az irányok közötti különbségek megmaradnak.

Vizsgálataim eredményeit táblázatok és diagramok segítségével összegeztem, a megbízhatóságukra vonatkozóan statisztikai analíziseket végeztem. A különböző módszerek mérési eredményeit összegezve és párhuzamba állítva a gravitációs vektor és a mintatartó mozgatási irányával megfogalmaztam a téziseimet, melyeket a következő oldalakon részletezek.

6.1. Új tudományos eredmények

I. Vizsgálataim során szukcinonitril-1,3wt%aceton oldatot kristályosítottam háromféle mintatartó húzási sebességgel ($v_1=0,0015$ mm/s, $v_2=0,0027$ mm/s, $v_3=0,0133$ mm/s), miközben a mintatartó mozgatási irányát változtattam a gravitációs vektorhoz képest (a gravitációs vektorra merőlegesen, vele ellenkező irányban és vele megegyező irányban). A hőmérséklet gradiens értéke $3,2$ °C/mm volt. A dendrites szerkezetet jellemző geometriai paraméterekkel kapcsolatban megállapítottam:

I/1. A szukcinonitril-1,3wt%aceton oldat kristályosodása során kialakuló dendrites szerkezet geometriai paramétereinek értékei függenek attól, hogy a kristályosodás iránya milyen szöget zár be a gravitációs vektor irányával. A legkisebb primer dendritág távolság, és dendrit csúcs sugár a gravitációs vektorral megegyező irányú kristályosítás során alakult ki. Ehhez képest a primer dendritág távolság és dendrit csúcs sugár értéke 5-15 %-kal nagyobb, amikor a mintatartó mozgatási iránya ellentétes a gravitációs vektorral és 15-25 %-kal nagyobb, amikor a mintatartó mozgatási iránya merőleges a gravitációs vektorra. A paraméterek relatív szórása általában 5 % alatt marad.

I/2. A legkisebb szekunder dendritág távolság akkor alakul ki, amikor a mintatartó mozgatási iránya megegyezik a gravitációs vektorral. Ehhez képest a szekunder dendritág távolság nagysága a mintatartó mozgatási sebességétől függően 5-20 %-kal nagyobb, amikor a mintatartó mozgatási iránya ellentétes a gravitációs vektorral és 15-30 %-kal nagyobb, amikor a gravitációs vektorra merőleges a kristályosítás. Az adatok relatív szórása azonban a 10 %-ot is eléri, vagyis egyes esetekben a különbségek a szórási tartományokon belül vannak.

I/3. Bebizonyítottam, hogy a kovariancia vizsgálat alkalmas a dendrites szerkezet geometriai paramétereinek a meghatározására. A mérések során meghatároztam a primer és szekunder dendritág távolság értékeket a három különböző kristályosítási irányban.

II. Orientációs rózsadiagramokat szerkesztettem és meghatároztam az egyedi primer dendritágak orientációs faktorát az alábbi képlet segítségével:

$$\Omega = \frac{(P_L)_m - (P_L)_p}{(P_L)_m + \left(\frac{\pi}{2} - 1\right)(P_L)_p}$$

$(P_L)_p$: orientációs tengellyel párhuzamosan mért metszésszám [μm^{-1}],

$(P_L)_m$: orientációs tengelyre merőlegesen mért metszésszám [μm^{-1}],

Az orientációs fok az orientáció gyakorlati jellemzésére szolgál, az egységnyi területre eső orientációval rendelkező vonalhosszúság és a teljes vonalhosszúság hányadosa. Értéke 0 és 1 között változik, 0 esetén izotróp rendszerről, 1 esetén pedig teljesen orientált (vonallal) rendszerről beszélünk.

II/1. Megállapítottam, hogy amikor a mintatartó húzási iránya megegyezik a gravitációs vektorral, minimumot mutat az egyedi primer dendritágak orientációs faktor értéke. A paraméter értéke ~5 %-kal nagyobb, amikor a mintatartó húzási iránya ellentétes a gravitációs vektorral és ~10 %-kal nagyobb, amikor a gravitációs vektor merőleges a mintatartó húzási irányára.

II/2. Megállapítottam, hogy a dendrit primer ágának tengelye mentén, a csúcstól távolodva növekszik az orientációs faktor értéke.

II/3. Megállapítottam, hogy a különböző irányban kristályosított dendritek orientációs rózsadiagramjai hasonlóak. Az orientációs rózsadiagram minden esetben kettő, egymásba fonódó körből áll.

III. A különböző mintatartó mozgató irányokban kristályosított primer dendritágak fajlagos felületére vonatkozóan megállapítottam:

III/1. Amikor a mintatartó húzási iránya merőleges a gravitációs vektorra, minimumot ér el megszilárduló dendritek fajlagos felülete. A dendritek fajlagos felület értéke ~15 %-kal nagyobb, amikor a mintatartó húzási iránya ellentétes a gravitációs vektorral és ~25 %-kal nagyobb, amikor a gravitációs vektorral megegyezik a mintatartó húzási iránya.

III/2. A dendrit primer ágának tengelye mentén, a csúcstól távolodva csökken az orientációs faktor értéke.

IV. A különböző mintatartó mozgató irányokban kristályosított primer dendritekágak alakjára és méretére vonatkozóan megállapítottam:

IV/1 A megszilárduló dendritek kitöltöttség értéke akkor a legkisebb, amikor a mintatartó húzási iránya megegyezik a gravitációs vektorral. Ehhez képest ~2 %-kal nő a kitöltöttség értéke, amikor a mintatartó húzási iránya és a gravitációs vektor ellentétes egymással és ~5 %-kal nő, amikor megegyezik egymással. A dendrit primer ágának tengelye mentén, a csúcstól távolodva csökken a kitöltöttség értéke.

IV/2 A primer dendritág területe akkor a legkisebb, amikor a mintatartó húzási iránya megegyezik a gravitációs vektorral, és ehhez képest ~10 %-kal nő, amikor a két irány ellentétes egymással és ~25 %-kal nő, amikor a mintatartó húzási iránya merőleges a gravitációs vektorra.

6.2. Új tudományos eredmények hasznosíthatósága

Ennél a pontnál visszautalnék egy, a disszertációm irodalmi összefoglaló részében közölt megjegyzésre: még a NASA célkitűzései között is szerepel, hogy *földön végzett vizsgálatok segítségével kimutassák a gravitáció szerepét, és ezáltal elősegítsék a mikrogravitációs kísérleteket* [6].

Mindannyian tudjuk, hogy a fémekben kialakuló mikroszerkezet elsősorban attól függ, hogy dermedés közben milyen atomi mozgások történnek. Ezen mozgások egyik csoportjának hajtóereje a gravitáció, melynek pontos szerepe ma még csak részben ismert és csak pontosan végrehajtott mikrogravitációs kísérletekkel lehetséges az előrelépés. A dendrites, cellás, eutektikus, monotektikus kristályosodás törvényeinek a korrigálása elsősorban azért fontos, hogy jobb földi gyártástechnológiák készülhessenek. Napjainkra eljutottunk addig, hogy már űrkísérletek adják a precíz bizonyítékokat a dendrites kristályosodás pontos törvényeire olvadákáramlással, vagy anélkül.

Bárczy fogalmazta meg, hogy *a tipikus mikrogravitációs kísérlet az, ha olyan folyamatot vizsgálunk a világűrben, amit földi körülmények között gravitációs effektus befolyásol, elfed, megzavar vagy megakadályoz. A gravitációtól megszabadulva ekkor új jelenségek tárulnak elénk. Az angol terminológiához igazodva mikrogravitációs tudomány alatt az élettelen anyagok gravitációmentes viselkedésének a leírását értjük* [79]. Ezekből a definíciókból következtetve és az irodalmi részben taglalt, különböző modellanyagokkal végzett kísérletekről szóló cikkekkel összhangban merem azt mondani, hogy kísérleteim gyakorlatilag mikrogravitációs kísérletek. Ezek a vizsgálatok útmutatásul próbálnak szolgálni arra vonatkozóan, hogyan fognak viselkedni a dendritesen kristályosodó fémek mikrogravitációs körülmények között.

Részletesebben megfogalmazva: mikrogravitációs környezet alkalmazása nélkül bebizonyítottam, hogy a gravitációnak igenis befolyásoló szerepe van a dendrites szerkezet geometriai paramétereinek nagyságára és a kialakuló dendritkristályok alakjára.

Mindezeket figyelembe véve lehetségesnek tartom, hogy – bár csak szűk határok között – szabályozni tudjuk pl. az öntészeti módszerekkel előállított termékek szemcseszerkezetét úgy, hogy az öntőformát a gravitációs vektorhoz képest tudatosan helyezzük el. Ezáltal utólagos hőkezelési és egyéb műveletek alkalmazása nélkül lehetőségünk nyílik a dendrites szemcseszerkezet finomítására, vagy durvítására.

A dolgozatban összegzett munkának természetesen számos folytatási lehetősége van. A kísérleti paraméterek további változtatása és az alak detektálásának automatizálása tűnik a legfontosabb feladatoknak. Ugyanakkor bár az olvadákáramlások kimutatása nem sikerült, de biztató kísérleteket folytattam erre vonatkozóan és foglalkoztat a koncentráció-gradiens láthatóvá tételének a problémája is. Céлом, hogy a megkezdett munkát folytassam.

IRODALOMJEGYZÉK

- [1] **D. Dooling, J. Horack:** Materials Science - Why? http://spacescience.spaceref.com/usmp4/manda_why.htm, **1997.**
- [2] **W. Kurz:** Solidification microstructure processing maps: Theory and application, *Advanced Engineering Materials* 3 (7), pp. 443-452, **2001.**
- [3] **T. Kraft, A. Roósz, M. Rettenmayr:** Undercooling effect in microsegregation modelling, *Scripta Materialia*. Vol. 35, No. 1, pp:77-82, **1996.**
- [4] **W. Kurz, D. J. Fisher:** Fundamentals of solidification, 3rd edition, Trans Tech Publications Ltd., Switzerland, **1989.**
- [5] **M. E. Glicksman, M. B. Koss, L. T. Bushnell, J. C. LaCombe, E. A. Winsa:** Dendritic growth of succinonitrile in terrestrial and microgravity conditions as a test of theory, *ISIJ Internatinal*, Vol. 35, No. 6, pp. 604-610, **1995.**
- [6] **B. K. Dhindaw:** Materials science research in microgravity – Current status and an experimental case study, *Current Science*, Vol. 79, No. 3, **2000.**
- [7] **Kuti I.:** A kétalkotós szilárdoldatok egyirányú kristályosodásánál kialakuló mikroszerkezet modellezése, Ph.D. értekezés, **2000.**
- [8] **Gácsi Z., Mertinger V.:** Fémten, tankönyv, Műszaki Könyvkiadó, **2000.**
- [9] **Csepeli Zs.:** Irányítottan kristályosított volfrám szállal erősített alumínium mátrixú kompozit szerkezete, Ph.D. értekezés, Miskolc, **1997.**
- [10] **A. Papapetrou:** *Zeitschrift für Kristallographie*, Vol 92, pp. 89, **1935.**
- [11] **NDT Resource Center;** Materials and Processes: Solidification, <http://www.ndted.org/EducationResources/CommunityCollege/Materials/Structure/solidification.htm>
- [12] **Cs. Póliska, Z. Gacsi, M. Reger:** The 'in situ' investigation of solidification, *Materials Science, Testing and Informatics Materials Science Forum* 414-4, pp. 455-460, **2003.**
- [13] **Réger M.:** Tranzien kristályosodási folyamatok kísérleti vizsgálata, Budapest, **1997.**
- [14] **Magyari B.:** Al-4,4%Cu ötvözet kristályosítása mikrogravitációs körülmények között, egyetemi doktori értekezés, pp. 115, **1993.**
- [15] **O. L. Rochaa, C. A. Siqueira, A. Garcia:** Theoretical - Experimental Analysis of Cellular and Primary Dendritic Spacings during Unidirectional Solidification of Sn-Pb Alloys, *Materials Research* vol.5 no.3 São Carlos July/Sept. **2002.**
- [16] **O. L. Rocha, C. A. Siqueira, A. Garcia:** Heat flow paramaters affecting dendrite spacings during unsteady-state solidification of Sn-Pb and Al-Cu alloys, *Metallurgical and Materials Transaction A*, Volume 34A, pp. 995, **2003.**
- [17] **S. Eckert, B. Villers, U. Michel, G. Zouhar, P. A. Nikrityuk, K. Eckert:** Directional solidification of Pb-Sn alloys affected by a rotating magnetic field, XXI. ICTAM, Warsaw, Poland, 15-21 August **2004.**
- [18] **J. N. Koster:** Directional solidification and melting of eutectic GaIn, *Cryst. Res. Tehcnol.* 34. 9, pp 1129-1140, **1999.**
- [19] **S. Ji, Z. Fan:** Solidification behaviour of Sn-15Pb alloy under high shear rate and high intensity of turbulence, *Met. Mater. Trans.* 33A, pp 3511-3520, **2002.**

- [20] **L. Yu, G. L. Ding, J. Reye, S. N. Ojha, S. N. Tewari:** Cellular/dendritic array tip morphology during directional solidification of Pb 5,8wt pct Sb alloy, *Metallurgical and Materials Transaction A*, Volume 30A, pp. 2463, **1999**.
- [21] **J. Sigelko, S. Choi, K. N. Subramanian, J. P. Lucas, T. R. Bieler:** Effect of cooling rate on microstructure and mechanical properties of eutectic Sn-Ag solder joints with and without intentionally incorporated Cu₆Sn₅ reinforcements, *Journal of Electronic Materials*, Volume 28, Issue 11, pp. 1184-1188, **1999**.
- [22] **V. T. Witusiewicz, U. Hecht, S. Rex, M. Apel:** In situ observation of microstructure evolution in low-melting Bi-In-Sn alloys by light microscopy, *Acta Materialia* 53, pp. 3663-3669, **2005**.
- [23] **J. E. Spinelli, D. M. Rosa, I. L. Ferreira, A. Garcia:** Influence of melt convection on dendritic spacings of downward unsteady-state directionally solidified Al-Cu alloys, *Materials Science and Engineering A* 383, pp. 271-282, **2004**.
- [24] **D. M. Rosa, J. E. Spinelli, A. Garcia:** Tertiary dendrite arm spacing during downward transient solidification of Al-Cu and Al-Si alloys, *Materials Letters*, in press, **2006**.
- [25] **M. Hainke, S. Steinbach, J. Dagner, L. Ratke, G. Müller:** Solidification of Al Si alloys in the ARTEMIS and ARTEX facilities including rotating magnetic fields – A combined experimental and numerical analysis, *Materials Science Forum* Vol 508, pp. 199-204, **2006**.
- [26] **G. Zimmermann, A. Weiss:** Microstructure formation in AlSi7 alloys directionally solidified with forced melt flow, *Materials Science Forum* Vol 508, pp. 227-232, **2006**.
- [27] **J. Kovács, A. Roósz, J. Szőke:** Effect of rotating magnetic field on the solidified structure of Al-Si alloys, *Materials Science Forum* Vol 508, pp. 263-268, **2006**.
- [28] **A. N. Turchin, D. G. Eskin, L. Katgerman:** Effect of melt flow on macro- and microstructure evolution during solidification of an Al-4,5%Cu alloy, *Materials Science and Engineering A* 413-414, pp. 98-104, **2005**.
- [29] **H. Yoshioka, Y. Tada, Y. Hayashi:** Crystal growth and its morphology in the mushy zone, *Acta Materialia* 52, pp. 1515-1523, **2004**.
- [30] **M. E. Glicksman, R. J. Schaefer, J. D. Ayers:** Dendritic Growth - A Test of Theory, *Met. Trans. A*, Vol. 7A, November, pp. 1747-1759, **1976**.
- [31] **M. E. Glicksman, M. B. Koss, E. A. Winsa:** Dendritic Growth Velocities in Microgravity, *Phys. Rev. Lett.*, 73, pp 573-576, **1994**.
- [32] **M. Georgelin, A. Pocheau:** Thermal gradient induced sidebranching in directional solidification, *The European Physical Journal B* 4, pp. 169-174, **1998**.
- [33] **W. Losert, D. A. Stillman, H. Z. Cummins, P. Kopczynski, W.-J. Rappel, A. Karma:** Selection of doublet patterns in directional solidification through spatially periodic perturbations, *Physical Review E* Volume 58, Number 6, pp. 7592-7506, **1998**.
- [34] **C. Beckermann, Q. Li, X. Tong:** Microstructure evolution in equiaxed dendritic growth, *Science and Technology of Advanced Materials* 2, pp. 117-126, **2001**.
- [35] **M. E. Glicksman, A. O. Lupulescu:** Dendritic crystal growth in pure materials, *Journal of Crystal Growth* 264, pp. 541-549, **2004**.
- [36] **Q. Li, C. Beckermann:** Modeling of free dendritic growth of succinonitrile-acetone alloys with thermosolutal melt convection, *Journal of Crystal Growth* 236, pp. 482-498, **2002**.
- [37] **J. A. Dantzig:** Multiscale methods, moving boundaries and inverse problems, *IPAM Workshop on Tissue Engineering*, Februar 19, **2003**.

- [38] **H. C. de Groh III, T. Lindstrom:** Interface shape and convection during solidification and melting of succinonitrile, NASA Technical Memorandum 106487, **1994.**
- [39] **J. E. Simpson, H. C. de Groh III, S. V. Garimella:** Directional solidification of pure succinonitrile and succinonitrile-acetone alloy, NASA Technical Memorandum 209381, **1999.**
- [40] **I. Karaca, E. Cadirli, H. Kaja:** Directional solidification of pure succinonitrile and succinonitrile-salol alloys, Turk. J. Phis. 25, pp. 563-574, **2001.**
- [41] **Y. Miyata, H. Tanaka:** Dendritic growth in undercooled melt with forced convection: Experiment for pure succinonitrile, ISIJ International, No. 6, pp. 596-599, **1995.**
- [42] **J. C. LaCombe, M. B. Koss, L. A. Tennenhouse, E. A. Winsa, M. E. Glicksman:** The Clapeyron effect in succinonitrile: applications to crystal growth, Journal of Crystal Growth 194, pp. 143-148, **1998.**
- [43] **G. L. Ding, W. D. Huang, X. Huang, X. Lin, Y. H. Zhou:** On primary dendritic spacing during unidirectional solidification, Acta Materialia Vol. 44, No. 9, pp. 3705-3709, **1996.**
- [44] **L. X. Liu, J. S. Kirkaldy:** Thin film forced velocity cells and cellular dendrites – I. Experiments, Acta Metall. Mater., Vol 43, No. 8, pp. 2891-2904, **1995.**
- [45] **L. X. Liu, J. S. Kirkaldy:** Thin film forced velocity cells and cellular dendrites – II. Analyses of data, Acta Metall. Mater., Vol 43, No. 8, pp. 2905-2915, **1995.**
- [46] **P.-D. Grasso, J.-M. Drezet, M. Rappaz:** Hot tear formation and coalescence observations in organic alloys, Journal of Microscopy, January, <http://www.tms.org/pubs/journals/JOM/0201/Grasso/Grasso-0201.html>, **2002.**
- [47] **B. Kauerauf, S. Rex, G. Zimmermann, T. Fuhrmeister, T. Berrenberg, H. G. E. Helmke:** Momo: A new facility for Bridgman solidification of transparent model substances under reduced gravity, Spacebound '97, Montreal, 10.-15. Mai., **1997.**
- [48] **B. Utter, E. Bodenschatz:** Dynamics of low anisotropy morphologies in directional solidification, Physical Review E 66, 051604, **2002.**
- [49] **B. Kauerauf, G. Zimmermann, L. Murmann, S. Rex:** Planar to cellular transition in the system succinonitrile-acetone during directional solidification of a bulk sample, Journal of Crystal Growth 193, pp. 701-711, **1998.**
- [50] **I. Farup, J. –M. Drezet, M. Rappaz:** In situ observation of hot tearing formation in succinonitrile-acetone, Acta Materialia 49, pp. 1261-1269, **2001.**
- [51] **J. A. Sekhar:** The location of the first side branch instability during directional solidification, Acta Materialia 50, pp. 4841-4845, **2002.**
- [52] **D. Ma:** Development of dendrite array growth during alternately changing solidification condition, , Journal of Crystal Growth 260, pp. 580-589, **2004.**
- [53] **Cs. Póliska, K. Tomolya, J. Kovács, Z. Gácsi, M. Réger:** Effect of direction of solidification on the dendritic structure, Materials Science Forum Vols. 329-330, pp. 291-296, **2000.**
- [54] **Cs. Póliska, Z. Gácsi, P. Barkóczy:** The effect of melt flow on the dendrite morphology, Materials Science Forum Vol 508, pp. 117-124, **2006.**
- [55] **A. Weiss L. Sturz, G. Zimmermann:** Investigation on the morphological instability during directional solidification of a transparent alloy during sounding rocket flights, Materials Science Forum Vol 508, pp. 463-472, **2006.**

- [56] **N. Bergeon, R. Trivedi, B. Billia, B. Echebarria, A. Karma, S. Liu, C. Weiss, N. Mangelinck:** Necessity of investigating microstructure formation during directional solidification of transparent alloys in 3D, *Advances in Spaces Research* 36, pp. 80-85, **2005**.
- [57] **R. N. Grugel et al.:** *Met. Trans. A*, 15A, pp. 1003-1012, **1984**.
- [58] **C. Wu:** Space-age metals: freed from gravity, materials reveal their mysteries - includes related article on use of metallic glass in golf clubs - Cover Story, *Science News*, http://www.findarticles.com/p/articles/mi_m1200/is_n17_v154/ai_21260727, **1998**.
- [59] **W. Losert, B. Q. Shi, H. Z. Cummins:** Evolution of dendritic patterns during alloy solidification: Onset of the initial instability, *Applied Physical Sciences Vol. 95*, pp. 431-438, January **1998**.
- [60] **K. Lee:** Analysis and control of microstructure in binary alloys, Faculty of the Graduate School of the University of Maryland, College Park, dissertation, **2004**.
- [61] **R. Ragnarsson, B. Utter, E. Bodenschatz:** Superdendrites in Directional Solidification of Polymer-Solvent Mixtures, *Phase Transformations and Systems Driven Far From Equilibrium*, *Mater. Res. Soc. Symposium Proceedings 481*, Mater. Res. Soc., Warrendale (PA), USA, **1998**.
- [62] **S. Liu, S.-Z. Lu, A. Hellawell:** Dendritic array growth in the systems $\text{NH}_4\text{Cl-H}_2\text{O}$ and $[\text{CH}_2\text{CN}]_2\text{-H}_2\text{O}$: the detachment of dendrite side arms induced by deceleration, *Journal of Crystal Growth* 234, pp. 740-750, **2002**.
- [63] **S. Liu, S.-Z. Lu, A. Hellawell:** Dendritic array growth in the systems $\text{NH}_4\text{Cl-H}_2\text{O}$ and $[\text{CH}_2\text{CN}]_2\text{-H}_2\text{O}$: dendrite tip behavior and the origin of side arm evolution, *Journal of Crystal Growth* 234, pp. 751-758, **2002**.
- [64] **M. J. Maresca, S. P. de Heluane, J. L. Gervasoni, H. R. Bertorello:** Evaluation of the stability of free dendrites. Applications to water and succinonitrile, *International Journal of Hydrogen Energy* 28, pp. 69-75, **2003**.
- [65] **C. Weiss, N. Bergeon, N. Mangelinck-Noel, B. Billia:** Effects of the interface curvature on cellular and dendritic microstructures, *Materials Science and Engineering A* 413-414, pp. 296-301, **2005**.
- [66] **L. Sturz, V. T. Witusiewicz, U. Hecht, S. Rex:** Organic alloy systems suitable for the investigation of regular binary and ternary eutectic growth, *Journal of Crystal Growth* 270, pp. 273-282, **2004**.
- [67] **A. Ramani, C. Beckermann:** Dendrite tip growth velocities of settling NH_4Cl equiaxed crystals, *Scripta Materialia*, Vol. 36 No. 6, pp. 633-638, **1997**.
- [68] **S. Eck, J. Mogeritsch, A. Ludwig:** Experimental observation of convection during equiaxed solidification of transparent alloy, *Materials Science Forum Vol 508*, pp. 157-162, **2006**.
- [69] **C. Giummarra, J. C. LaCombe, M. B. Koss, J. E. Frei, A. O. Lupulescu, M. E. Glicksman:** Sidebranch characteristics of pivalic acid dendrites growth under convection-free and diffuso-convective conditions, *Journal of Crystal Growth* 274, pp. 317-330, **2005**.
- [70] **R. Trivedi, J. T. Mason:** *Met. Trans. A*, 22A, pp. 235-249, **1991**.
- [71] **S. de Cheveigne et al.:** *Journal of Crystal Growth*, Vol 73, pp. 242-244, **1985**.
- [72] **V. Seetharaman et al.:** *Met. Trans. A*, 20A, pp. 2567-2570, **1989**.
- [73] **T. Okamoto, K. Kishitake:** *Journal of Crystal Growth*, Vol. 29, pp. 131-136, **1975**.

- [74] **H. M. Singer, J. H. Bilgram:** Three-dimensional reconstruction of xenon dendrites, *Europhysics Letters*, 68 (2), pp. 240-246, **2004**.
- [75] **J. H. Bilgram, M. Firmann, E. Hürlimann,** *Journal of Crystal Growth* 96, pp. 175, **1989**.
- [76] **O. Wittwer, J. H. Bilgram:** Onset and amplitude of sidebranches in three dimensional growth of xenon dendrites, *Materials Science and Engineering A* 413-414, pp. 447-450, **2005**.
- [77] **H. M. Singer, J. H. Bilgram:** Three-dimensional single crystal morphologies of diffusion limited growth in experiments and phase field simulation, *Materials Science Forum* Vol 508, pp. 105-110, **2006**.
- [78] **E. Brener,** *Phys. Rev. Lett.* 71, pp. 3653, **1993**.
- [79] **Bárcy P.:** A súlytalanság súlya – Pillanatkép a mikrogravitációs kutatásról, *Természet Világa, Világűr*, II. különszám, **2001**.
- [80] **L. L. Regel:** *Materials Science in Space*, Halsted Press, New York, **1987**.
- [81] **V. Mertinger, P. Bárczy:** The effect of gravitation forced convection on structure of Al-Ni eutectic, *Materials Science Forum* Vols. 329-330, pp. 309-316, **2000**.
- [82] **W. R. Wilcox, L. L. Regel:** Influence of convection on the microstructure of fibrous eutectics, *Acta Astronautica* Vol. 38, No 4-8, pp. 511-516, **1996**.
- [83] **J. F. Löffler, A. Peker, S. Bossuyt, W. L. Johnson:** Processing of metallic glass-forming liquids under ultra-high gravity, *Materials Science and Engineering A* 375-377, pp. 341-345, **2004**.
- [84] **R. V. Parfeniev, L. L. Regel:** Gravity application to anisotropic semiconductor materials: from high- to microgravity conditions, *Acta Astronautica* Vol. 48. No. 2-3, pp. 163-168, **2001**.
- [85] **T. L. Sayre, D. N. Riahi:** Effect on rotation on flow instabilities during solidification of a binary alloy, *Int. J. Engng. Sci.* Vol 34, No. 14, pp. 1631-1645, **1996**.
- [86] **D. K. Aidun:** Influence of simulated high-g on the weld size of Al-Li alloy, *Acta Astronautica* Vol. 48, No. 2-3, pp. 153-156, **2001**.
- [87] **P. R. Sahm, G. Zimmermann,** *Materials: Sciences and Applications*, pp. 109-112, http://www.mpg.de/pdf/europeanWhiteBook/wb_materials_109_112.pdf
- [88] **Almár I., Both E., Horváth A., Szabó A.:** *SH Atlasz – Űrtan*, Springer Hungarica Kiadó Kft., **1996**.
- [89] **W. R. Wilcox, L. L. Regel:** Microgravity effect on materials processing: A review, *Euromat 2001*, Rimini, Italy, 10-14 July **2001**.
- [90] **J. E. Simpson, S. V. Garimella:** The influence of gravity levels on the horizontal Bridgman crystal growth of an alloy, *International Journal of Heat and Mass Transfer* 43, pp. 1905-1923, **2000**.
- [91] **K. Chattopadhyay:** Trends and opportunities in basic research in microgravity materials processing, *Current Science*, Vol. 79, N. 3, **2000**.
- [92] **N. Babcsán, F. Garcia-Moreno, D. Leitmeyer, J. Banhart:** Liquid-metal foams – Feasible in-situ experiments under low gravity, *Materials Science Forum* Vol 508, pp. 275-280, **2006**.
- [93] **Q. Huang, X.-H. Luo, Y.-Y. Li:** An alloy solidification experiment conducted on Shenzhou spacecraft, *Advances in Space Research* 36, pp. 86-91, **2005**.

- [94] **G. Kaptay:** On the temperature gradient induced interfacial gradient force, acting on precipitated liquid droplets in monotectic liquid alloys, *Materials Science Forum* Vol 508, pp. 269-274, **2006**.
- [95] **L. Sun, Q. Wu, R. Liu, Z. Qin, Z. Zhou, W. Wang:** Solidification of $\text{Pd}_{40}\text{Ni}_{40}\text{P}_{20}$ alloy on board chinese recoverable satellite, *Materials Science Forum* Vols. 329-330, pp. 265-270, **2000**.
- [96] **J. B. Andrews, L. J. Hayes, Y. Arikawa, S. R. Coriell:** Microgravity solidification of Al-Ni alloys, *Materials Science Forum* Vols. 247-258, pp. 235-246, **2000**.
- [97] **R. Abbaschian, H. de Groh III, E. Leonardi, V. Timchenko, G. de Vahl Davis:** Directional solidification of Bi-Sn on USMP-4, *Materials Science Forum* Vols. 329-330, pp. 235-246, **2000**.
- [98] **S. Rex, U. Hecht, A. Drevermann:** Experimentel performance within the SCA prototype Test 1 using ESA's Solidification and Quench Furnace (MSL-SQF) on ground, *Materials Science Forum* Vol 508, pp. 485-490, **2006**.
- [99] **D. J. Jarvis, O. Minster:** Metallurgy in space, *Materials Science Forum* Vol 508, pp. 1-18, **2006**.
- [100] **Bárczy P., Mertinger V., Gácsi Z., Babcsán N., Meier M.:** Melt Motions During Unidirectional Solidification of Al-Al₃Ni Eutectics. *Materials Science and Engineering A*, vol. 173, pp. 137-141, **1993**.
- [101] **C.-H. Su, S. L. Lehoczky, C. Li, B. Raghothamachar, M. Dudley, J. Szoke, P. Bárczy:** Crystal growth of CdTe gradient freeze in Universal Multizone crystallizator (UMC), *Materials Science Forum* Vol 508, pp. 117-124, **2006**.
- [102] **Almár I., Both E.:** A magyarországi űrtevékenység dióhéjban, *Fizikai Szemle* 2004/3, pp. 73. **2004**.
- [103] **I. Aoi, M. Yoshida, S. Murao, H. Nakae:** Gravitational influence on the microstructure of directionally solidified monotectic and eutectic alloys, *Materials Science Forum* Vols. 329-330, pp. 259-264, **2000**.
- [104] **W. J. Boettinger, S. R. Coriell, A. L. Greer, A. Karma, W. Kurz, M. Rappaz, R. Trivedi:** Solidification microstructures: recent developments, future directions, *Acta Materialia* 48, pp. 43-70, **2000**.
- [105] **Gránásy L., Pusztai T., Börzsönyi T.** A polikristályos megszilárdulás térelméleti modellezése, *Magyar Tudomány*, 2005/6, pp. 203.
- [106] **Gránásy L., Pusztai T., Tegze Gy.:** Polikristályos megszilárdulás számítógépes modellezése, *Magyar Tudomány*, 2006/5, pp. 539., **2006**.
- [107] **R. Kobayashi, J. A. Warren, W. C. Carter:** Vector-Valued Phase Field Model for Crystallization and Grain Boundary Formation, *Physica D*. 119, pp. 415-423., **1998**.
- [108] **Gránásy L., Pusztai T., Warren J. A., Douglas J. F., Börzsönyi T., Ferreira V.:** Growth of "Dizzy Dendrites" in a Random Field of Foreign Particles, *Nature Materials* 2., pp. 92-96., **2003**.
- [109] **Gránásy L., Pusztai T., Börzsönyi T., Warren J. A., Douglas J. F.:** A General Mechanism of Polycrystalline Growth, *Nature Materials* 3., pp. 645-650., **2004**.
- [110] **Gránásy L., Pusztai T., Warren J. A.:** Modelling of Polycrystalline Solidification Using Phase Field Theory, *Journal of Physics: Condensed Matter*. 16, R1-R31., **2004**.
- [111] **Gránásy L., Pusztai T., Tegze G., Warren J. A., Douglas J. F.:** Growth and Form of Spherulites. *Physical Review E*. 72, 011605-1-15., **2005**.

- [112] **C. Andersson:** Numerical simulation of dendritic solidification using a phase field model, Licentiate's thesis, Department of Numerical Analysis and Computer Science, Royal Institute of Technology, Stockholm, p. 6., <http://www.nada.kth.se/~chrste/research/index.html>, **2000.**
- [113] **C. Andersson:** Phase-field Simulation of Dendritic Solidification, PhD thesis, Royal Institute of Technology, pp. 51., <http://www.nada.kth.se/~chrste/research/index.html>, **2002.**
- [114] **T. Uehara, T. Inoue:** A Molecular Dynamics Study on Solid-Liquid Interface and its Application to Phase-Field Simulation, Eds.: H. A. Mang, F. G. Rammerstorfer, J. Eberhardsteiner, Fifth World Congress on Computational Mechanics, Vienna, Austria, July 7-12, **2002.** <http://force.energy.kyoto-u.ac.jp/~uehara/publi.html>
- [115] **D. T. J. Hurle, edited by:** Handbook of crystal growth, Elsevier Science Publishers, Amsterdam, **1993.**
- [116] **A. Roósz:** The Effect of Temperature Gradient and Primary Arm Tip Velocity on Secondary Dendrite Arm Spacing at Steady-state Conditions Solidification, Cast Metals, vol. 1, pp. 223-225, **1989.**
- [117] **S. Dündar:** Dendritic solidification in a copper nickel alloy, Turkish J. Eng. Env. Sci. 28., pp. 129-134, **2004.**
- [118] **Gácsi Z., Sárközi G., Réti T., Kovács J., Csepeli Zs., Mertinger V.:** Sztereológia és Képelemzés, egyetemi tankönyv, **2001.**
- [119] **S. A. Saltykov:** Стереометрическая металлография, Москва, Металлургиздат. (**1958**)
- [120] **Sutyák M.:** Irányított kristályosító berendezés hőmérséklet eloszlásának vizsgálata, Diplomamunka, BDMF, **1994.**
- [121] **D. Dooling, L. Porter:** Materials Science – Instruments (Growing Dendrites: IDGE), http://science.msfc.nasa.gov/usmp4/manda_how.htm, **1997.**
- [122] **J. A. Warren, J. S. Langer,** Phys. Rev. E 47, pp. 2702-2712, **1993.**
- [123] **Z. Gácsi:** Irányítottan kristályosított alumínium-réz ötvözet mikroszerkezete, Kandidátusi értekezés, **1992.**
- [124] **Gácsi Z.:** Az anyagok szövetszerkezetének morfológiai anizotrópiája és rendezettsége, doktori értekezés, Miskolc, **2003.**
- [125] **M. A. Chopra, M. E. Glicksman, N. B. Singh:** Metall. Trans. A 19A, pp. 3087, **1988.**
- [126] **Somboonsuk K. J. T. Mason, R. Trivedi:** Met. Trans. A, Vol. 15A, pp. 967-975, **1984.**
- [127] **Póliska Cs.:** A kristályosodás „in situ” vizsgálata, Diplomamunka, Miskolci Egyetem, **2001.**
- [128] **A. Weiss, G. Zimmermann, S. Rex:** Investigation on Morphological, Instability during Directional Solidification on a Sounding Rocket, Third International Conference on Solidification and Gravity, Miskolc-Lillafüred, pp. 98-99, **1999.**
- [129] **Bárczy P.:** Mikrogravitációs kutatások a Miskolci Egyetemen, Hungary, Kohászat, pp. 269-274, **1999.**