

## 4. Féléves Beszámoló

**Ugi Dávid** ([ugdtaat@caesar.elte.hu](mailto:ugdtaat@caesar.elte.hu))

Fizika PhD program

Témavezető: Ispánovity Péter Dusán

A dolgozat címe: Diszlokációlavinák kísérleti vizsgálata

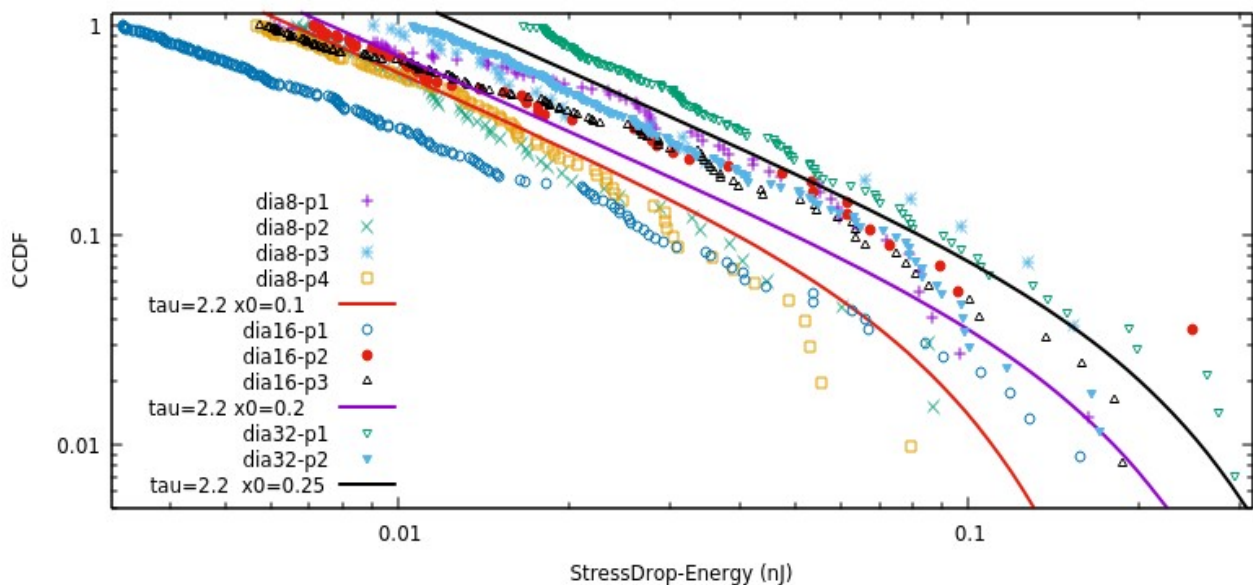
**Bevezetés:** A negyedik félévben az eddigi munkám folytatása és kiegészítése volt a feladatom. Mivel a diszlokáció lavinák által generált jeleket két különböző eszközzel is vizsgáljuk, ezért egy adott lavina által generált, különböző típusú jelek egymásnak való megfeleltetése bonyolult feladat. A feszültséggörbéből származó feszültségesések, valamint az akusztikus emisszió eseményeinek paraméterei kísérleteinkben egyaránt egyszeres diszlokációcsúszásból származnak, így sejtésünk szerint ezek a mennyiségek korrelálnak egymással. Vizsgálataim során ezt a korrelációt többféleképpen próbáltam felfedni, ezzel kísérleti bizonyítékot találni az akusztikus jelek forrásaira és jellemzőire. Megnéztem, hogy az akusztikus események statisztikus eloszlásai hasonló módon viselkednek-e mint a feszültségeséseké, valamint adott deformációs eseményhez tartozó különböző jelek egymásnak való közvetlen megfeleltethetőségét is vizsgáltam. A félév során további vizsgálatok irányultak a különböző deformációs mechanizmusok által keltett jelek összehasonlítására.

**A negyedik félévben elvégzett kutatások ismertetése:** A harmadik félév végére megbizonyosodtunk, hogy a Zn egykristályban generált diszlokációlavinákat három független eszközzel, szimultán módon és a mérési eszköztől függetlenül vagyunk képesek detektálni. Scanning Electron Microscope (SEM) segítségével a deformáció mechanizmusa figyelhető meg, melyhez a deformáció mértéke társítható a nanoindentérral mért feszültségértékek alapján. Továbbá ezen két típusú adat segítségével osztályozhatjuk a deformációhoz tartozó akusztikus emissziót. Az előző félév biztató eredményeit az idei félévben három kísérletsorozattal próbáltam alátámasztani.

(1) Mikrooszlopok méretének hatása:

Ebben a kísérletsorozatban 4 db 8  $\mu\text{m}$  átmérőjű, 3 db 16  $\mu\text{m}$  átmérőjű és 2 db 32  $\mu\text{m}$  átmérőjű oszlopot alakítottam ki, és áprilisban olyan in situ indentációt hajtottam végre rajtuk, melyben az átmérő kivételével az összes paramétert igyekeztem ugyanolyan értéken tartani. A kapott feszültség adatokból a következő információkat lehetett levonni: 10.42 % deformációig vizsgálva, átlagosan 70 feszültségesést találtunk a 8  $\mu\text{m}$ -átmérőjű oszlopok esetén. Ugyanígy 16  $\mu\text{m}$ -es átmérőknél 130 db-ot, valamint 32  $\mu\text{m}$ -en 160 db-ot. Ezek az értékek megfelelő lehetőséget biztosítanak a statisztikai vizsgálatokhoz. Az első ábrán a feszültségesések energiáihoz tartozó komplementer kumulatív eloszlások láthatóak. A feszültségesések energiáit a  $\tau$  által az oszlopon végzett munkának feleltettük meg, mivel ez jól jellemzi az deformáció alatt felszabaduló energiát.

Ebben a kísérletsorozatban a feszültségesések három paraméterét vizsgáltuk: a deformáció alatt zajló, mikrooszlopra ható erő illetve feszültség hirtelen csökkenésének mértéke, és a rugalmas energia hirtelen csökkenése mértéke. Ezen paraméterek eloszlásának hatványkitevője minden esetben  $\tau=2.2$ . A hatványkitevő értéke nem függ az oszlop átmérőjétől, sem a deformáció mértékétől. Mindezek alapján úgy látszik, hogy a hatványkitevő értéke csakis olyan paraméterrel állhat összefüggésben, mely paraméter a kísérletsorozat során nem változott. Ilyen például az anyagi minőség, valamint a diszlokációk kiindulási elrendeződése.



1. ábra: A feszültségesések energiáinak komplementer komulativ eloszlása (CCDF) az azonos átmérőjű oszlopokból származó adatokra illesztett hatványeloszlással

Az eloszlásfüggvény levágása ( $x_0$ ) egyértelmű kapcsolatban áll az oszlopmérettel. Az első ábrán látható, hogy növekvő oszlopméret hatására, az egyes eseményekkor felszabaduló energia növekedik. Jelen beszámolóban nem ábrázolt eredmények alapján, az oszlopkeresztmetszet négyszeresére növelve a feszültségesések levágása körülbelül harmadára esik vissza. Továbbá az erőcsökkenések eloszlásának a levágásáról elmondható, hogy az oszlopméretet növelve ezek az értékek enyhe, de egyértelmű növekedést mutatnak. A feszültségadatokhoz tartozó levágásokról összefoglalva elmondható, hogy azok egyértelműen kapcsolatban állnak az átmérővel, viszont az eloszlások hatványkitevőjéhez hasonlóan, nem mutatnak kapcsolatot a deformációval.

Az eloszlások levágásának további viselkedését a következőképpen vizsgáltam. Egy adott kísérlet adatait a vizsgálandó paraméter alapján sorbarendeztem, majd kettéosztottam. A kettéosztást követően az adatok két csoportja jött létre. Az egyik csoport a vizsgált paraméter, - például feszültségesés – kis értékeihez, a másik a nagy értékeihez tartoznak. A csoportokon belüli eseményszám még mindig elegendő mennyiségű adatot tartalmazott a statisztikus vizsgálatokhoz. Az ilyen vizsgálatokból kiderült, hogy a feszültségesések energiái nem függenek a feszültségesés közepénél mért erőtől. Viszont ha a jeleket a feszültségesés kezdetekor fellépő erők alapján rendezzük, akkor egyértelmű kapcsolat található a levágással. Vagyis ha a feszültségesés kezdetekor nagyobb feszültség volt jelen az oszlopban, akkor a deformáció energiájára egyértelműen nagyobb értékeket kapunk. Továbbá, ha az eseményeket a feszültségesések méretei alapján rendezzük, az előbbi összefüggést szintén visszakapjuk. Ez a fajta viselkedés azt támasztja alá, hogy a feszültségesés mérete az esemény indulásakor fennálló feszültségtől függ, azaz feszültségesés közben az indentor rugó-tű rendszere ugyan leköveti a deformációt, viszont az érdemi események már a feszültségesés legelején eldőlték. Ezért megalapozottnak látom a jövőbeli dinamikai kísérletek elvégzését.

Az előző bekezdésben tárgyalt elrendezés további kapcsolatokat tár fel az akusztikus és mechanikai jelek között. A feszültségesések mérete szerint rendezve az adatokat, és adott kísérlet alatt külön vizsgálva a nagy és a kis jelek eloszlásait azt tapasztalhatjuk, hogy a feszültségesés méretének eloszlásának levágása ugyanolyan mértékben – körülbelül másfélszeresére – növekszik a feszültségesések méretével, mint az amplitúdó eloszlásának levágása. Ugyanilyen összefüggés látható a feszültségadatok energiája és az akusztikus jelek energiáinak levágásai között.

Az akusztikus jelek megkereséséhez két különböző módszert választottam. Az egyik algoritmus azokat a jeleket tekinti különbözőnek, melyek között az detektált elektromos feszültség 20  $\mu$ s-ig a választott határérték alatt marad. (Ezt az időértéket az irodalom hit dead time azaz hdt-

nek nevezi.) Ez a módszer kiválóan alkalmas az egyéni jelek megkülönböztetésére. A második algoritmusban csak azokat a jeleket különböztettem meg, melyek 1 ms-on kívül esnek egymástól. Ennek a módszernek a motivációját a mechanikai feszültségadatok szolgáltatták, mivel a mechanikailag detektált lavinák általános időtartama 1 ms.  $Hdt=1$  ms esetén a 8  $\mu\text{m}$ -es oszlopoknál 10.42% deformációig nézve átlagosan 200 db, míg 16  $\mu\text{m}$ -es átmérőnél 280 db, valamint 32  $\mu\text{m}$  esetén 1000 db akusztikus jelet detektáltunk.

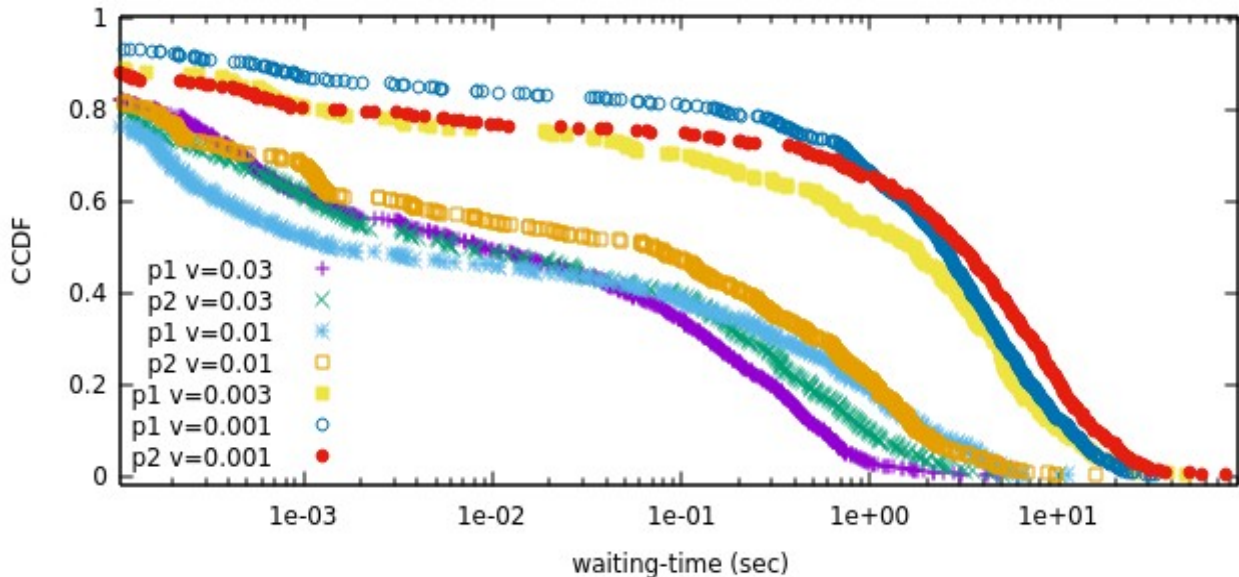
$Hdt=20$   $\mu\text{s}$  választással nagy szórás mellett körülbelül kétszeres mennyiségű akusztikus eseményt találhattunk. Ezeket az eseményeket vizsgálva az amplitúdók eloszlásának a hatványkitevője 2.7, az energiáé 1.6. Összhangban a mechanikai adatokkal ezek az értékek nem függenek sem az átmérőtől, sem a deformációtól. Azonban a  $hdt=1$  ms választással az amplitúdók eloszlásának a hatványkitevője 2.3-ra, míg az energiáé 1.5-re csökken. Az amplitúdó eloszlása igen figyelemreméltó, mivel arra utal, hogy az akusztikus emisszióból és a feszültségből számolt eloszlások különbözősége nem anyagi tulajdonságokból, hanem pusztán a mérési módszerből adódik. Tehát ha a nagyobb időfelbontással rendelkező akusztikus adatok felbontását hozzáigazítjuk a feszültségadatokéhoz ( $hdt=1$  ms), akkor ugyanolyan tau hatványkitevőt figyelhetünk meg.

Az energia eloszlásának  $hdt$  függése nem hasonlít az amplitúdónál tapasztaltakhoz. Ez abból adódik hogy  $hdt=1$  ms esetén az akusztikus jel négyzetintegrálja sokkal több zajt tartalmaz, ennek megfelelően, ezekben az esetekben már az eloszlás skálafüggetlen volta is vitatható. A további összefüggések keresésére azt a módszert alkalmaztam, hogy az akusztikus jelek paramétereinek értékét összeadtam abban az esetben, ha azok az események ugyanazon feszültségeséshez tartoznak. Az ilyen összeadott értékek eloszlásainak levágása nem adja vissza azt az oszlopátmérővel való összefüggést, amit a mechanikai feszültségeséseknél tapasztaltunk. Viszont amíg az akusztikus jelek eloszlásának levágásai összeadás nélkül teljesen függetlenek az oszlop átmérőjétől, addig összeadogatás után a 8  $\mu\text{m}$ -es esetek levágásai - mind az energia, mind az amplitúdó terén - határozottan kisebbek a 16  $\mu\text{m}$  és 32  $\mu\text{m}$ -es oszlopok levágásainál (utóbbi kettő levágásai ugyanoda esnek). Ez ismét arra enged következtetni, hogy a megfelelő akusztikus eseményeket összeadva, ugyanolyan eloszlásokat kaphatunk, mint a mechanikai feszültségesések eloszlásai.

## (2) Az indentáció sebességének hatása:

Ebben a kísérletsorozatban hét darab, 8  $\mu\text{m}$  átmérőjű oszlopot vizsgáltam, melyekben négy különböző indentációs sebességgel hajtottam végre a mérést  $v_1=0.03$   $\mu\text{m/s}$  tól  $v_4=0.001$   $\mu\text{m/s}$ -ig. Az előző részben tárgyalt elemzést ezeken az adatokon elvégezve azt kaptam, hogy az eloszlások levágása és hatványkitevője független a sebességtől.

A 2. ábrán, a szomszédos akusztikus események között eltelt idő ( $wt$ ) eloszlását szemléltetem. Ezekből kiderül, hogy a  $wt$  maximális értékei egyértelmű kapcsolatban állnak az indentáció sebességével. Az indentáció sebességét a két véglet között 30-szorosára növelve azt tapasztaljuk, hogy az akusztikus jelek között eltelt maximális idők szintén 30-szorosára növekedtek. A második ábra további információval is szolgál. Az ábrán látható, hogy 1 ms és 100 ms között elhanyagolható mennyiségű adat van, így két típusú jelet különböztethetünk meg. Az előző részben már tárgyaltuk, hogy azon akusztikus jelek, amelyek 1 ms-on belül esnek, szinte minden alkalommal ugyanazon feszültségeséshez tartoznak. Ezen jelek mennyiségi aránya az összes jelhez képest nő az indentáció sebességével. Mivel a kísérletek során igen közeli eseményszámokat figyelhattunk meg, ezért levonhatjuk a következtetést, hogy a jelek száma az oszlopmérettől függ, az indentáció sebességétől független.



2. ábra: 8  $\mu\text{m}$  átmérőjű mikrooszlopokon detektált szomszédos akusztikus jelek időbeli távolságának CCDF eloszlása, az indentáció sebességének függvényében

### (3) Mg egykristály orientációjának hatása

Ezen kísérletsorozat öt különböző orientációt vizsgált tíz mikrooszlop kísérlet során. A mikrooszlopokat az előző félévben a Prágai Charles University vendégeként Petr Harcuba segítségével készítettem, majd áprilisban a Prágai kollégák részvételével budapesten végeztük a kísérleteket. A kapott eredmények kiértékelése idő hiányában még nem készültek el. A kísérletek alatt, az ikresedésre orientált kompressziók során a SEM felvételeken tanui lehettünk ikerkristályok keletkezésének, majd az ikerhatások növekedésének. Ezeknél az eseményeknél, az ikerkristály keletkezésekor detektált akusztikus jel tisztán és nyilvánvalóan megkülönböztethető a diszlokációcsúszásból származó jelektől.

**Publikációk:** Heczel A, Kawasaki M, Ugi D, Jang J-I, Langdon TG, Gubicza J. The influence of chemical heterogeneities on the local mechanical behavior of a high-entropy alloy: A micropillar compression study. MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING A-STRUCTURAL MATERIALS PROPERTIES MICROSTRUCTURE AND PROCESSING 721: pp. 165-167.(2018)

**Konferenciák a negyedik félévben:** A félév során a szeptemberben megrendezésre kerülő Dislocation 2019 Conference konferenciára poszter prezentációjára jelentkeztem. Továbbá május elején a Kosztolányi Dezső Gimnáziumban a teljes 11. osztályos évfolyamnak tartottam ismeretterjesztő előadásokat az elektronmikroszkópia témakörében

**Oktatási tevékenység a negyedik félévben:** A modern fizika laboratóriumban 7 alkalommal tartottam 2-2 négyórás gyakorlatot Fizika Bsc hallgatóknak az alábbiak közül:

- Hőmérsékleti sugárzás
- Az elemi töltés meghatározása
- Atomok gerjesztési potenciálja
- Hidrogén és alkálifémek spektruma
- Elektron fajlagos töltése