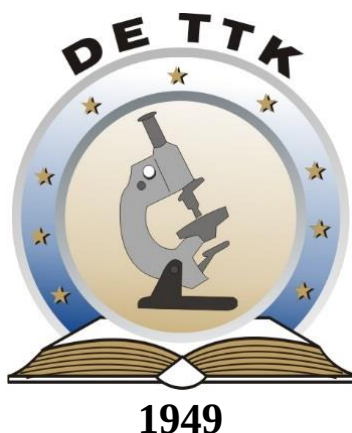




Fázisátalakulást kísérő zajok vizsgálata Ni_2MnGa alakemlékező ötvözetekben

Egyetemi doktori (PhD) értekezés

Tóth László Zoltán

Témavezető:
Dr. Daróczi Lajos

Debreceni Egyetem
Természettudományi és Informatikai Doktori Tanács
Fizikai Tudományok Doktori Iskolája
Debrecen, 2018.

Ezen értekezést a Debreceni Egyetem Természettudományi és Informatikai Doktori Tanács Fizikai Tudományok Doktori Iskolájának Szilárdtestfizika és anyagtudomány programja keretében készítettem a Debreceni Egyetem természettudományi doktori (PhD) fokozatának elnyerése céljából. Nyilatkozom arról, hogy a tézisekben leírt eredmények nem képezik más PhD disszertáció részét.

Debrecen, 2018. 04. 17.

Tóth László Zoltán
doktorjelölt

Tanúsítom, hogy **Tóth László Zoltán** doktorjelölt 2013-2016 között a fent megnevezett Doktori Iskola Szilárdtestfizika és anyagtudomány programjának keretében irányításommal végezte munkáját. Az értekezésben foglalt eredményekhez a jelölt önálló alkotó tevékenységével meghatározóan hozzájárult. Nyilatkozom arról, hogy a tézisekben leírt eredmények nem képezik más PhD disszertáció részét. Az értekezés elfogadását javasolom.

Debrecen, 2018. 04. 17.

Dr. Daróczi Lajos
témavezető

Fázisátalakulást kísérő zajok vizsgálata Ni_2MnGa alakemlékező ötvözetekben

Értekezés a doktori (PhD) fokozat megszerzése érdekében
a fizika tudományágban

Írta: **Tóth László Zoltán** okleveles anyagkutató

Készült a Debreceni Egyetem Fizikai Tudományok Doktori Iskolájának
Szilárdtestfizika és anyagtudomány programja keretében

Témavezető: **Dr. Daróczi Lajos**

A doktori szigorlati bizottság:

elnök:	Dr. Kun Ferenc	
tagok:	Dr. Lendvai János	
	Dr. Erdélyi Gábor	

A doktori szigorlat időpontja: 2017. 04. 20.

Az értekezés bírálói:

Dr.	
Dr.	

A bírálóbizottság:

elnök:	Dr.	
tagok:	Dr.	
	Dr.	
	Dr.	
	Dr.	

Az értekezés védésének időpontja:

Tartalomjegyzék

I. A dolgozatban használt jelek és rövidítések.....	1
II. Bevezetés.....	5
III. Célkitűzések.....	8
IV. Elméleti áttekintés	9
IV.1. Alakemlékező ötvözetek	9
IV.1.1. Alakmemória effektus	9
IV.1.2. Termodinamika, hiszterézis	13
IV.2. Zajemisszió alapuló mérési technikák.....	18
IV.2.1. Termikus emisszió	19
IV.2.2. Akusztikus emisszió.....	22
IV.2.3. Mágneses emisszió.....	24
IV.2.4. Statisztikus analízis.....	28
V. Kísérletek és Adatfeldolgozás	45
V.1. Vizsgált minták	45
V.2. Mintaelőkészítés	46
V.3. Kalorimetria.....	47
V.4. Akusztikus emisszió	49
V.5. Mágneses mérések.....	50
VI. Eredmények	54
VI.1. Termikus és akusztikus emisszió vizsgálata egykristály Ni_2MnGa ausztenit-martenzit átalakulása során	54
VI.1.1. Termikus emissziós mérések.....	54

VI.1.2. Akusztikus emissziós mérések.....	58
VI.1.3. Diskusszió és konklúziók	61
VI.2. Szimultán AE és ME vizsgálatok	65
VI.2.1. Aktivitási görbék.....	65
VI.2.2. Kritikus exponensek	70
VI.2.3. Időbeli korrelációk.....	75
VI.2.4. AE és ME közötti korreláció.....	78
VI.3. A Ni_2MnGa teljes Barkhausen-zaj analízise	82
VII. Összefoglalás	92
VIII. Summary	95
IX. Köszönetnyilvánítás	100
X. Publikációk.....	102
XI. Irodalomjegyzék	106

I. A dolgozatban használt jelek és rövidítések

Az alábbi felsorolás a dolgozatban legtöbbször előforduló, legfontosabb jelöléseket és rövidítéseket tartalmazza.

$\langle V(t S) \rangle$	rögzített méretű lavinák átlagos alakja
$\langle V(t D) \rangle$	rögzített időtartamú lavinák átlagos alakja
A	lavina amplitúdó
a	aszimmetria paraméter 1
A_d	aszimmetria paraméter 2
AE	akusztikus emisszió
At	ausztenit fázis
At_f	ausztenit finish hőmérséklet
At_s	ausztenit start hőmérséklet
At/Mt	ausztenit-martenzit (fázisátalakulás, iránytól függetlenül)
At→Mt	hűtés, ausztenitből martenzit fázisba történő átalakulás
B	mágneses indukcióvektor nagysága
$C(f)$	mért feszültségjel Fourier-transzformáltja
D	lavina időtartam
Di	teljes disszipatív energia
$di(\eta)$	disszipatív energia martenzit hányad szerinti deriváltja
D_m	időtartam normalizációs faktor
DSC	Differential Scanning Calorimeter: differenciális pásztázó kaloriméter
E	csúcsergia
El	teljes rugalmas energia
$el(\eta)$	rugalmas energia martenzit hányad szerinti deriváltja
EMAT	ElectroMagnetic Acoustic Transducer: E-M Akusztikus érzékelő
G_{At}	ausztenit fázis Gibbs szabadenergiája
$g_{At}(\eta)$	ausztenit fázis Gibbs szabadenergiájának martenzit hányad szerinti deriváltja
G_{Mt}	martenzit fázis Gibbs szabadenergiája
$g_{Mt}(\eta)$	martenzit fázis Gibbs szabadenergiájának martenzit hányad szerinti deriváltja
HDT	Hit Detection Time: AE események közti minimális várakozási idő
HLT	Hit Lockout Time: AE holtidő
LMA	Levenberg–Marquardt (legkisebb négyzetes) Algoritmus

M_t	martenzit fázis
ME	mágneses emisszió
M_{t_f}	martenzit finish hőmérséklet
ML	Maximum Likelihood: „legnagyobb valószínűség” (módszer)
M_{t_s}	martenzit start hőmérséklet
$M_t \rightarrow A_t$	fűtés, martenzitből ausztenit fázisba történő átalakulás
N	összes esemény száma
n	zajcsomag eseményszáma
$N(f)$	zajjárulék Fourier-transzformáltja
PID	Proportional–Integral–Derivative (szabályzási módszer)
$Q^\uparrow$	melegítéskor felvett hőmennyiség
$Q^\downarrow$	hűtéskor leadott hőmennyiség
$R(f)$	átviteli függvény Fourier-transzformáltja
S	lavinaméret (terület)
S_E	entrópia
$S(f)$	torzított jel Fourier-transzformáltja
S_m	méret normálási faktor
T	hőmérséklet
T_0	egyensúlyi átalakulási hőmérséklet
TE	termikus emisszió
$V(f)$	feszültségjel Fourier-transzformáltja
$V(t)$	feszültségjel
$\tilde{V}(f)$	visszaállított feszültségjel Fourier-transzformáltja
X	lavinaparaméter, $X = A, E, S, D$
X_0	az X lavinaparaméter levágási értéke
α_X^{AE}	AE kritikus exponens, $X = A, E, S, D$
α_X^{ME}	ME kritikus exponens, $X = A, E, S, D$
β	zajcsomag eseményszám exponens
γ	$S(D)$ függvény exponense
δ	események közti időköz
ΔG	Gibbs szabadenergia változás
$\Delta g(\eta)$	Gibbs szabadenergia változás martenzit hányad szerinti deriváltja
Δs_E	fajlagos entrópiaváltozás
ΔU_c	teljes kémiai energia változás
ε	relatív deformáció
η	martenzit hányad
$\Theta(t)$	optimális Wiener-szűrő

ν	pozitív valós szám
ξ	pozitív valós szám
σ	mechanikai feszültség
$\Sigma(D)$	aszimmetria paraméter 3
τ	várakozási idő
τ_m	várakozási idő limit
$\Phi(t)$	DSC hőáram
Ψ	univerzális skálafüggvény

II. Bevezetés

A napjainkban igen széles körben alkalmazott alakemlékező anyagok története egészen az 1930-as évekig nyúlik vissza. Azóta számos alakemlékező ötvözetet fejlesztettek ki, köztük a legismertebb a NiTi, a CuZnAl, valamint a rendkívül jó tulajdonságokkal rendelkező Ni₂MnGa, amit munkám során vizsgáltam. A fémes alakemlékező ötvözeteken kívül ismerünk még polimer, illetve kerámia alapú rendszereket is.

Ezek az anyagok kiváló tulajdonságaik miatt sok modern eszköz alapját képezik az orvostudománytól az űrkutatásig [1-5]. Készülnek belőlük különböző értágítók, szűrő sztentek, sebészeti manipulátorok, fogászati gyökérimplantátumok, fogszabályzó ívek, gyógyszeradagoló szivattyúk, valamint legújabban az analitikában használatos mikrofluidikai rendszerekhez szivattyúk. Továbbá műhold antennákként, robotikai aktuátoroknak és különböző szabályzóknak is használják ezeket az anyagokat. A teljesség igénye nélkül említett alkalmazások alapján is kijelenthetjük, hogy az alakemlékező ötvözeteknek fontos szerepük van a jelenben, és fontos szerepük lesz a jövőben is, ezért elengedhetetlen, hogy ezen anyagok tulajdonságait, viselkedését minél jobban megismerjük.

Érdekes, viszonylag új terület az alakemlékező anyagokban végbemenő zajjelenségek vizsgálata: az alakemlékezés alapját képző ausztenit-martenzit (At/Mt) átalakulás (lásd később) ugyanis nem folytonosan megy végbe, hanem apró ugrások sorozatával valósul meg. Ezt a szakaszos tulajdonságot főként termikus, akusztikus és mágneses emissziós mérésekkel lehet tanulmányozni. A különböző mérési módszerekkel meg tudjuk mérni az egyes ugrások nagyságát, energiáját, időtartamát. Ha ezen adatsokaságot statisztikai analízisnek vetjük alá és elkészítjük a különböző mért paraméterek valószínűségi sűrűségfüggvényeit, akkor azt találjuk, hogy azokat hatványfüggvényekkel tudjuk leírni, melyek legfontosabb paramétere a kritikus exponens. A törésmechanikából is ismert paraméter elvileg egy-egy átalakulásra, például köbös ausztenitből (At) tetragonális martenzit (Mt) fázisba történő átmenet során anyagtól függetlenül állandó

értékű, így ez alapján univerzalitási osztályokba sorolhatjuk a különböző átalakulásokat.

Az At/Mt átalakulás szakaszos jellegét tükröző termikus emissziós (TE) vizsgálatok kevés számban fordulnak elő az irodalomban [6-10] az ilyen jellegű mérések körülményessége és hosszú időtartama miatt. [6, 8, 9] hivatkozásokban a hűtési/fűtési sebességet körülbelül 0.1 K/h -ra csökkentve megmutatták, hogy $\text{Cu}_{67.64}\text{Zn}_{16.71}\text{Al}_{15.65}$ -ban az átalakulás szakaszos jellege kalorimetrikus mérésekkel is kimutatható, s az így kapott csúcsok hatványfüggvény szerinti eloszlást követnek.

Az akusztikus emissziós (AE) mérések terjedtek el a legáltalánosabban [6, 11-15]. [13]-ban mutatták meg, hogy az ausztenit-martenzit átalakuláshoz tartozó kritikus exponens értéke a martenzit fázis szerkezetétől, a variánsok multiplicitásától függ, például az akusztikus események amplitúdójára jellemző exponens monoklin martenzit struktúrára $\alpha_A^{AE} = 3.0$, míg ortorombosra $\alpha_A^{AE} = 2.4$, valamint tetragonális martenzit struktúrára $\alpha_A^{AE} = 2.0$.

Ferromágneses Ni_2MnGa mintában a külső mágneses tér [11] illetve egytengelyű nyomófeszültség [12] hatását vizsgálták az akusztikus emisszióból kapott exponensekre. Mindkét esetben körülbelül 25 %-kal csökkentek a hatványkitevők a külső kényszerek hatására. Ezt azzal lehet magyarázni, hogy a külső mágneses tér, illetve nyomófeszültség hatására változik a martenzit variánsok multiplicitása, ami maga után vonja a kitevők változását is.

Az irodalomban eddig mindössze két publikációban [6, 9] foglalkoztak azzal, hogy a termikus és akusztikus emisszió exponenseit összehasonlítsák. Réz alapú ötvözetekre azt kapták, hogy a két mérési módszerrel kapott hatványkitevők hibahatáron belül megegyeznek.

Mágneses emisszió (ME) hallatán legtöbbször a klasszikus Barkhausen-zajt értjük. Mágneses zajokat azonban nem csak a külső mágneses tér változtatásával lehet kiváltani. Ferromágneses alakemlékező ötvözetekben a strukturális változások és a mágneses domén szerkezet megváltozása között erős kölcsönhatás van a magneto-elasztikus csatolás következtében.

Ezért ezekben az anyagokban ausztenit-martenzit átalakulás során [16-19] vagy a martenzit variáns struktúra megváltozása révén [20] akár külső mágneses tér jelenléte nélkül is mágneses zajok detektálhatóak.

Az irodalomban elsők között tanszékünkön vizsgálták a mágneses emissziót martenzites átalakulás közben $\text{Ni}_{12}\text{MnGa}$ -ban, melyre $\alpha_A^{ME} = 3.0 \pm 0.15$ hatványkitevő adódott [16]. $\text{Ni}_{54.35}\text{Mn}_{23.18}\text{Ga}_{22.47}$ és $\text{Fe}_{70}\text{Pd}_{30}$ egykristályokban differenciális pásztázó kalorimétert (DSC), polarizációs interferometriát és mágneses detektortekercseket használva [17]-ben azt kapták, hogy hűtéskor ($\text{At} \rightarrow \text{Mt}$) a strukturális változást mintegy 2°C -os késéssel követi a mágneses emisszió. Fűtéskor ($\text{Mt} \rightarrow \text{At}$) fordított sorrendet figyeltek meg. [19]-ben ennek ellentmondó eredmény adódott, a mágneses és akusztikus emisszió lavinái a DSC jellel egy időben jöttek, azonban annak a bal, azaz az alacsony hőmérsékletű felére csoportosultak. Meghatározták mind a mágneses, mind az akusztikus emisszió kritikus exponenseit. Ezek szokatlanul nagynak adódtak ($\alpha_A^{ME} \sim 4 - 5$ és $\alpha_A^{AE} \sim 3.6$ fűtésre és $\alpha_A^{AE} \sim 4.9$ hűtésre) a korábbi, $\alpha_A^{AE} \sim 2.9$ értékhez képest (melyeket megegyező [12] vagy eltérő [11, 21] összetételű $\text{Ni}_{12}\text{MnGa}$ -on mértek). Továbbá vizsgálták a mágneses és akusztikus események közötti korrelációt is az összetartozó mágneses és akusztikus jelek között eltelt időtartamok vizsgálatával. Eredményként kismértékű korreláció adódott.

Az előbb felsoroltakból megállapíthatjuk, hogy az At/Mt átalakulás zajos természetének vizsgálata jelenleg egy igen aktívan kutatott terület, és sok megválaszolandó kérdés van még, amivel érdemes foglalkozni.

III. Célkitűzések

Munkám során ferromágneses egykristály Ni_2MnGa alakemlékező ötvözetben tanulmányoztam az ausztenit-martenzit átalakulás szakaszos jellegét különböző eredetű zajok vizsgálatával. A kutatás célja az volt, hogy a bevezetőben felsorolt ellentmondásos eredményeket igazoljam vagy megcáfoljam. Munkám által így teljesebb képet kaphatunk az alakemlékező anyagok működéséről, melynek pontos ismerete elengedhetetlen az új, jobb tulajdonságokkal rendelkező anyagok fejlesztéséhez és felhasználásához.

Termikus emisszió tanulmányozása: vizsgálni kívántam a hűtési/fűtési sebesség, valamint a felület minőségének hatását a zajesemények számára, és a hatványkitevőkre. Ezen felül tisztázni akartam a termikus és az akusztikus emisszió kritikus exponenseinek viszonyát ferromágneses ötvözetekben, továbbá azt is, hogy a martenzit ikerhatárok mozgékonyságának van-e valamilyen hatása a kritikus exponensekre.

Céлом volt szimultán mérésekkel vizsgálni a termikus, az akusztikus és a mágneses zajok koincidenciáját és a korrelációt az akusztikus és mágneses jelek között. A mágneses és akusztikus jelekre külön-külön is megvizsgáltam a jelek közötti várakozási idők statisztikus tulajdonságait. A kritikus exponensek értékeit, a mágneses lavinák átlagos alakját és ferdeségét is vizsgálni akartam a külső mágneses tér függvényében.

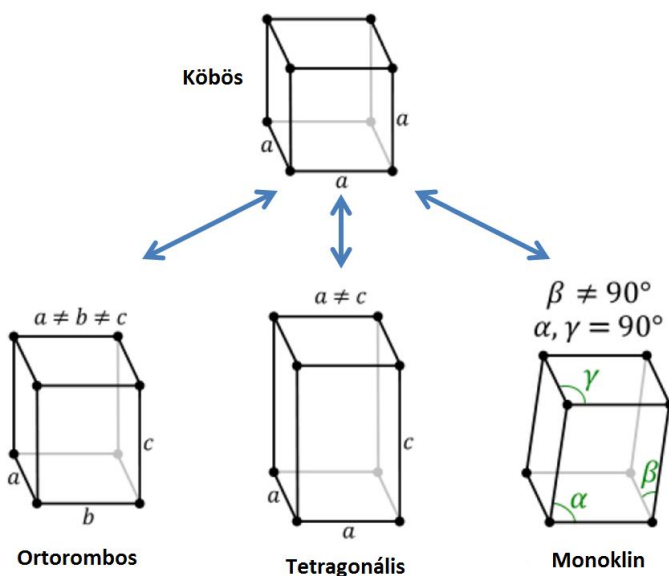
A dolgozatban először összefoglalom az alakemlékező anyagok legfontosabb tulajdonságait (IV.1. fejezet), majd áttekintést adok a martenzites anyagokban megfigyelhető zajjelenségekről (IV.2. fejezet). A termikus (IV.2.1.), akusztikus (IV.2.2.) és mágneses (IV.2.3.) zajok eredetének és legfőbb sajátosságainak részletezése után a zajokból kiszámítható statisztikus tulajdonságok leírása következik (IV.2.4.). Ezeket követi az általam vizsgált minták és a mérések kivitelezése során alkalmazott eszközök ismertetése (V. fejezet), végül az eredményeim részletes leírása, valamint az irodalomban található eredményekkel való összevetése, értelmezése (VI. fejezet).

IV. Elméleti áttekintés

IV.1. Alakemlékező ötvözetek

IV.1.1. Alakmemória effektus

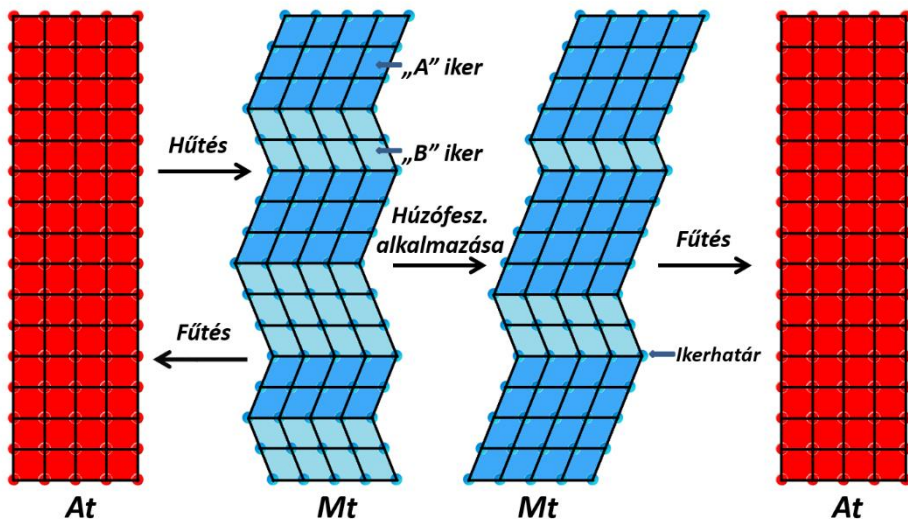
Az alakemlékező anyagok valamilyen külső behatásra (mely lehet hő, mágneses tér, fény, nedvesség, vagy egyéb inger) jelentős, akár 13 % [22] alakváltozásra képesek. Az ilyen ötvözetek könnyen deformálhatóak, azonban például a hőmérséklet növelésével visszanyerik eredeti alakjukat, ezt nevezzük alakmemória effektusnak. Ezt először AuCd ötvözetben 1932-ben figyelte meg A. Ölander, majd néhány év múlva Greninger és Mooradian a martenzit fázis eltűnését és megjelenését tapasztalta. Az alakemlékezés jelenségét az AuCd rendszerben csak jóval később Kurdjumov és Khandros (1949), valamint Chang és Read (1951) magyarázta meg a termoelasztikus egyensúly segítségével, majd később (1963) Buehler NiTi ötvözetekben.



1. ábra. Martenzites átalakulásoknál leggyakrabban előforduló kristályszerkezetek elemi cellái. A felső, köbös kristály az anyafázisra, míg az alsó sorban található ortorombos, tetragonális és monoklin cellák a martenzit fázisra jellemzőek.

Az alakemlékezés alapja, hogy az alakemlékező ötvözetek rendelkeznek egy magas hőmérsékleten stabil, magas kristálytani szimmetriájú fázissal, amit ausztenitnek vagy anyafázisnak nevezünk, valamint egy (vagy több) alacsony hőmérsékleten stabil alacsonyabb szimmetriával rendelkező fázissal, amit martenzitnek hívunk. Az ausztenit fázis lehet lapközepes vagy térközepes köbös szerkezetű, míg a martenzit fázis általában tetragonális, ortorombos, vagy monoklin, melyek primitív elemi celláit az 1. ábra szemlélteti.

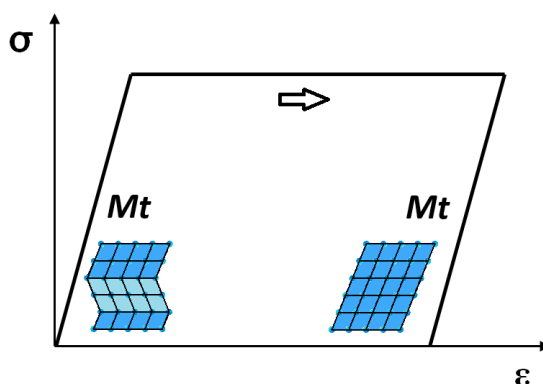
Az ausztenit fázisból indulva az anyag hűtés során az atomok koordinált, rövidtávú elmozdulásával végbemenő átalakulással jut el a martenzit fázisba. Az átalakulás elsőrendű fázisátalakulás, melynek során az anyag kémiai összetétele még lokálisan sem változik meg.



2. ábra. Az ausztenit-martenzit átalakulás vázlatos rajza.

Az ausztenit-martenzit átalakulás felfogható a két fázist elválasztó invariáns határfelület az un. habitussík elmozdulásaként is. A habitussík az átalakulás során nem fordul el és nem torzul, így a rácsorzulásból eredő többletenergiának a határfelületen minimuma van. Az átalakulás ezért előszeretettel terjed a habitussík mentén [23]. A martenzit képződése során hat az anyagra egy külső alakkényszer, amit a még meglévő ausztenit fázis

diktál. Így, mivel a két fázisnak különbözik az elemi cellája, a martenzit képződése során mechanikai feszültségek lépnek fel, melyeket két módon tud csökkenteni az anyag: rácsinvariáns csúszással (ez az esetek nagy részében rétegződési hibák kialakulásával jár), vagy ikresedéssel, azaz többféle irányultságú martenzit variáns (iker) képződésével. A 2. ábra vázlatosan szemlélteti a kialakuló martenzit variáns szerkezetet, valamint az alakemlékező anyagok működését. Az ikresedés következtében véletlenszerűen rendeződött martenzitvariánsok az anyag felületén mikroszkóp alatt jól láthatóak, ez a martenzit fázis tipikus ismertető jele, a felületi relief.



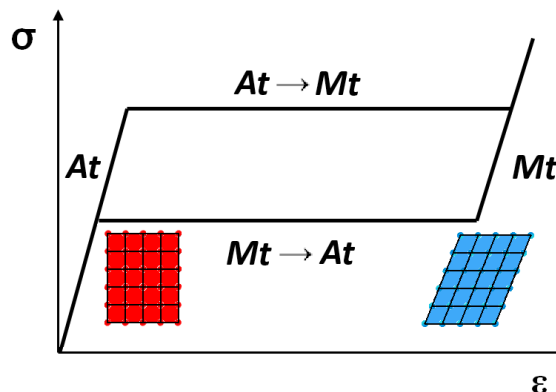
3. ábra. Alakemlékező anyagok szuperplasztikus viselkedése feszültség-deformáció ($\sigma - \varepsilon$) diagramon.

Martenzites állapotban egytengelyű húzófeszültségnek kitéve az anyagot a martenzit variánsok átrendezésével nagy maradó alakváltozást lehet létrehozni, melynek nagysága fémes ötvözeteknél akár 13 % is lehet. Ezt a jelenséget szuperplasztikus viselkedésnek nevezzük. A 3. ábrán látható a szuperplasztikus viselkedés feszültség-deformáció ($\sigma - \varepsilon$) diagramja. A martenzit variáns struktúra átrendezéséhez szükséges feszültség mértéke a tiszta fémekre jellemző plasztikus deformációt létrehozó feszültség töredéke (Ni_2MnGa -ban kb. $0.1 - 1 \text{ MPa}$). A martenzit variánsok átrendeződése a deformáció szempontjából kedvező irányban álló martenzit variánsok térfogathányadának növekedésével megy végbe. A variánsok közötti átalakulás – hasonlóan az ausztenit-martenzit átalakuláshoz – a különböző martenzit variánsokat elválasztó határ, az

ikerhatár mozgásával történik. Ni_2MnGa -ban a mozgékony ikerhatároknak két típusa létezhet: az ún. I-es és a II-es típus [4]. Az I-es. típus kevésbé mozgékony, kritikus feszültsége a hőmérséklettől erősen függő 1 MPa körüli érték. A II-es típus kritikus feszültsége 0.1 MPa nagyságrendű és a hőmérséklettől független [24].

Ezután martenzit fázisból felmelegítve az anyagot kialakul az ausztenit fázis, és mivel a köbös fázisnak nincsenek variánsai, az anyag visszanyeri az eredeti alakját: ezt nevezzük egyutas alakmemória effektusnak. Az egyutas alakmemória effektuson alapszik nagyon sok alkalmazás, például a műhold antennák, vagy a különböző orvosi rögzítő kapcsok, értágítók, fogászati gyökérimplantátumok. Ha a martenzit fázisbeli alakváltozást külső erővel (illetve az ennek megfelelő feszültséggel) – mint pl. rugó, súlyerő vagy ellenütemben működő másik alakmemória elem segítségével – idézzük elő, akkor periodikusan működő gépet szerkeszthetünk. Ilyen elven gyógyszeradagoló szivattyú vagy akár robotkar is készíthető.

Ciklizálással, azaz egy adott deformáció sokszori alkalmazásával, el lehet érni, hogy az anyag megtanulja a martenzit fázisbeli alakját is, azaz hogy lehűtésekor ne véletlenszerű, hanem egyből a kívánt martenzit struktúra alakuljon ki. Ez a kétutas alakmemória effektus.



4. ábra. Alakemlékező anyagok szuperelasztikus viselkedése feszültség-deformáció ($\sigma - \epsilon$) diagramon.

Ausztenit fázisban nem csak hűtéssel tudjuk kiváltani a martenzites átalakulást, hanem húzófeszültség alkalmazásával is. Ilyenkor egyből a

deformáció irányának kedvező orientációjú monovariáns martenzit szerkezet alakul ki. A húzófeszültséget megszüntetve az anyag visszaalakul ausztenit fázisba, és visszanyeri eredeti alakját. Eközben az anyag végig közel állandó húzóerőt tud kifejteni, ezért ezt a jelenséget szuperelasztikus viselkedésnek nevezzük, amit a 4. ábrán szemléltetnek feszültség-deformáció ($\sigma - \varepsilon$) diagramon. A szuperelasztikus viselkedést használják ki például az alakemlékező anyagból készült fogszabályzó ívek és sebészeti manipulátorok alkalmazása során.

Ferromágneses alakemlékező ötvözeteknél ismert a mágneses alakmemória effektus. Ha egy ferromágneses ötvözetet martenzites állapotban mágneses térbe helyezünk, akkor a tér növelésével növekszik azon martenzit variánsok térfogathányada, amelyek könnyű mágnesezési iránya közel van a mágneses tér irányához, és így makroszkopikus alakváltozás jön létre [25]. Az alakváltozás megmarad akkor is, ha kikapcsoljuk a mágneses teret. Az eredeti alakot csak az alakváltozással ellentétes nyomóerővel [25], vagy felmelegítéssel tudjuk visszanyerni. Ez a viselkedés már viszonylag kis mágneses terek hatására is jelentkezik, és ha a minta méreteit csökkentjük [26] gyorsan végbemegy, így számos alkalmazás alapja lehet [3, 27]. Mágneses tér alkalmazásával ausztenites állapotban is ki lehet váltani a tér irányának megfelelő orientációjú martenzit fázis kialakulását [28, 29]. Ez utóbbi teljesen analóg a feszültség indukált szuperelasztikus viselkedéssel. Azonban az ehhez szükséges mágneses tér nagysága meglehetősen nagy a martenzit variánsok átrendezéséhez szükséges mágneses tér nagyságához képest.

IV.1.2. Termodinamika, hiszterézis

Az ausztenit-martenzit rendszer Gibbs-féle szabadenergia különbsége az alábbi módon írható fel [30]:

$$\Delta G(\eta) = G_{At}(\eta) - G_{Mt}(\eta) \quad (1)$$

A fenti összefüggésben η az átalakult anyaghányad (a martenzit hányada a rendszerben, $0 \leq \eta \leq 1$), G_{Mt} és G_{At} a martenzit és ausztenit fázisokra jellemző szabadentalpiák. A két fázis egyensúlyban van, ha a rendszer szabadentalpiája minimális, azaz, ha a teljes szabadentalpia változás átalakult hányad szerinti deriváltja nulla:

$$\frac{\partial \Delta G(\eta)}{\partial \eta} = g_{Mt}(\eta) - g_{At}(\eta) = \Delta g(\eta) = 0, \quad (2)$$

ahol $g_{Mt}(\eta)$ és $g_{At}(\eta)$ a martenzit illetve az ausztenit fázis szabadenergiájának átalakult hányad szerinti deriváltjai ($g_i(\eta) = \partial G_i / \partial \eta$, $i = Mt, At$).

A $\Delta g(\eta)$ fajlagos szabadentalpia változás általánosan három tag összegéből áll:

$$\Delta g(\eta) = \Delta g_c + el(\eta) + di(\eta), \quad (3)$$

ahol Δg_c a kémiai szabadenergia járulék, ami a fázisokra jellemző kristályszerkezethez, atomi elrendeződéshez köthető szabadenergia és $el(\eta)$ valamint $di(\eta)$ a rugalmas és disszipatív energiák η szerinti deriváltjait jelölik.

Nem kémiai jellegűek az átalakulás folyamatához kapcsolódó $el(\eta)$ rugalmas (elasztikus) és $di(\eta)$ disszipatív járulékok. Az előbbi a két fázis fajtérfogatának különbsége folytán a kristályrácsban fellépő rugalmas energiát, az utóbbi pedig a fázisokat elválasztó határfelületek mozgása során fellépő veszteségeket írja le. Mindkettő az átalakult hányadtól függ, mivel az átalakulás folyamatához kapcsolódnak. A csak a két fázis minőségétől függő Δg_c értéke az átalakult hányadtól függetlennek tekinthető. A kémiai tag külső erők jelenlétében a következő alakban írható fel:

$$\Delta g_c = \Delta u - T \Delta s_E - \sigma V_m \varepsilon^{tr} + p \Delta v - B \Delta m^{tr}, \quad (4)$$

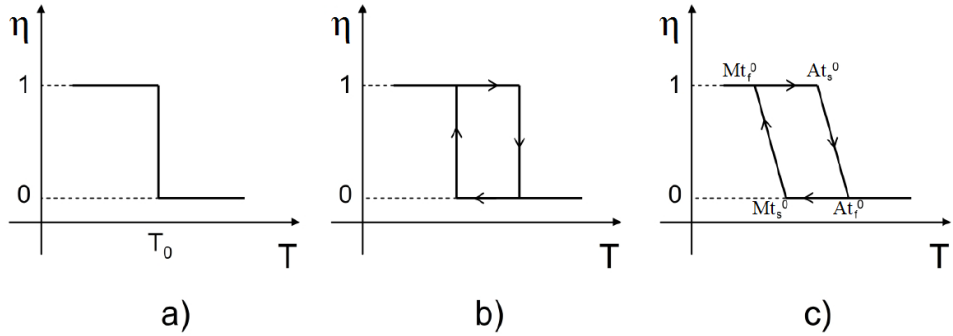
abban az esetben, ha egytengelyű feszültség, hidrosztatikai nyomás és mágneses tér is jelen van. Az előbbi kifejezésben Δu a belső energia

megváltozása, T a hőmérséklet, Δs_E az entrópiaváltozás, σ a mechanikai húzófeszültség, V_m a moláris térfogat, ε^{tr} a hosszváltozás, p a hidrosztatikai nyomás, Δv az átalakulás közbeni térfogatváltozás, B a mágneses tér nagysága és Δm^{tr} a mágnesezettség megváltozása az átalakulás során.

A Δu , Δs_E és Δv mennyiségeket függetlennek tekinthetjük η -tól, azonban a ε^{tr} -t és Δm^{tr} -t tartalmazó tagok tenzor jellegűek, így ezen mennyiségek térfüggése a mágneses domén/martenzit variáns szerkezet megváltozásával áll kapcsolatban. Ezért mechanikai feszültség és mágneses tér jelenléte nélkül pl. hűtéssel multivariáns martenzit és mágneses domén szerkezet alakul ki, míg kellően nagy σ vagy B hatására jól orientált, monovariáns martenzit struktúra jön létre [30].

Ha az elasztikus és disszipatív járulékok elhanyagolhatóak, valamint nincs jelen mechanikai feszültség, hidrosztatikai nyomás illetve mágneses tér, akkor a $\Delta g_c = \Delta u - T\Delta s_E = 0$ egy egyensúlyi $T_0 = \Delta u / \Delta s_E$ hőmérsékleten fog teljesülni. T_0 alatt a martenzit fázis szabadenergiája kisebb és ezért itt a martenzit fázis stabil, T_0 felett pedig az ausztenit fázis szabadenergiája kisebb, így a T_0 felett az ausztenit lesz stabil. Az 5/a. ábra szemlélteti a martenzit hányadot (η) a hőmérséklet függvényében abban az esetben, ha $el(\eta) = di(\eta) = 0$. A habitussík mozgása azonban nem akadálymentes, az átalakulás megindításához energia befektetés szükséges (ebbe beleérthetjük az új fázis nukleációs energiáját is) amit mindkét irányban a kémiai energia fedez. Ezért az átalakulás megindításához hűtés esetén túl kell hűteni, fűtés esetén pedig túl kell fűteni a rendszert: megjelenik a hiszterézis viselkedés (5/b. ábra: arra az esetre vonatkozik, amikor $el(\eta) = 0$ és $di(\eta)$ állandó). A hiszterézis görbe által bezárt terület arányos a disszipatív energiával. A martenzit fázis kialakulása során rugalmas feszültségek keletkeznek az anyagban, melyek termoelasztikus viselkedést eredményeznek. Ha hűtésekor a rugalmas feszültségek egyre növekvő energijáruléka (pl. ha $el(\eta)$ lineárisan függ η -tól) egyensúlyba kerül a kémiai energia járulékkal, akkor a martenzit fázis növekedése megáll. Ahhoz, hogy tovább folytatódjon az átalakulás, a rendszert még nagyobb mértékben kell túlhűteni. Fűtésekor azonban a rugalmas energia járuléka segíti az ausztenit képződését, így a hiszterézisgörbe eddig

függőleges oldalai ferdek lesznek (5/c. ábra). A hűtésekor betárolt rugalmas energia fűtésre felszabadul, ezért a rugalmas energia járulék hűtésre pozitív, fűtés esetén pedig negatív előjelű mennyiségként kezelendő.



5. ábra. Martenzit hányad a hőmérséklet függvényében a): csak a kémiai energijárulékok figyelembevételével, b) a disszipatív, c) elasztikus és disszipatív járulékok figyelembevételével. Ábra forrása: [31].

Az 5/c. ábrán szemléltetett hiszterézis görbe sarokpontjait martenzit start (Mt_s) és finish (Mt_f) illetve ausztenit start (At_s) és finish (At_f) hőmérsékleteknek nevezzük, mely hőmérsékleteken megindul, illetve befejeződik a martenzit és ausztenit fázisok képződése. A fenti hőmérsékleteket T_0 , $el(\eta)$ és $di(\eta)$ ismeretében adott σ mellett a következőképpen számolhatjuk [30]:

$$Mt_s(\sigma) = T_0(\sigma) - \frac{di_0 + el_0}{-\Delta s_E} \quad (5)$$

$$Mt_f(\sigma) = T_0(\sigma) - \frac{di_1 + el_1}{-\Delta s_E} \quad (6)$$

$$At_s(\sigma) = T_0(\sigma) + \frac{di_1 - el_1}{-\Delta s_E} \quad (7)$$

$$At_f(\sigma) = T_0(\sigma) + \frac{di_0 - el_0}{-\Delta s_E}, \quad (8)$$

ahol di_0 és el_0 a $\eta = 0$ -hoz, di_1 és el_1 a $\eta = 1$ -hez tartozó disszipatív és rugalmas energia járulékok, melyek függhetnek σ -tól vagy T -től. Ha $el_0 = 0$, akkor a hiszterézis görbéből T_0 meghatározható:

$$T_0 = \frac{Mt_s + At_f}{2}. \quad (9)$$

Az átalakulás során DSC-vel mérhető hőmennyiségeket fűtésben és hűtésben a következő módon adhatjuk meg (a felső indexben lévő nyílak a hőmérsékletváltozás irányára utalnak):

$$Q^\downarrow = \int [\Delta u_c^\downarrow + el(\eta) + di(\eta)] d\eta = \Delta U_c + El + Di \quad (10)$$

$$Q^\uparrow = \int [-\Delta u_c^\downarrow - el(\eta) + di(\eta)] d\eta = -\Delta U_c - El + Di. \quad (11)$$

A fenti egyenletben El és Di az átalakulást kísérő teljes rugalmas illetve disszipatív energia, valamint $-\Delta u_c^\downarrow = \Delta u_c^\uparrow$, és $\int \Delta u_c^\downarrow = \Delta U_c < 0$.

(10) és (11) összegét és különbségét véve a disszipatív energia, illetve a belső energia változása plusz a rugalmas energia számolható:

$$Q^\uparrow + Q^\downarrow = 2Di \quad (12)$$

$$Q^\uparrow - Q^\downarrow = -(2\Delta U_c + 2El). \quad (13)$$

Ezek az összefüggések csak abban az esetben érvényesek, ha a rendszer ugyanabba a termodinamikai állapotba tér vissza, ahonnan kiindult, és a két fázis fajhője megegyezik. A DSC-vel mért görbékből meghatározható az átalakult anyaghányad a hőmérséklet függvényében. Ez egy az 5/c. ábrán láthatóhoz hasonló hiszterézisgörbe, amelynek hűtéshez tartozó ága az $Mt_s - T$ hőmérséklettartományhoz tartozó entrópiaváltozás, illetve az átalakulást kísérő teljes entrópiaváltozás ($Mt_s - Mt_f$ hőmérsékleti tartományban) arányából számítható [30]:

$$\eta(T^\downarrow) = \frac{\int_{Mt_s}^T \frac{dQ^\downarrow}{T}}{\int_{Mt_s}^{Mt_f} \frac{dQ^\downarrow}{T}}. \quad (14)$$

A felső indexben lévő nyilak a hőmérsékletváltozás irányára utalnak. A hiszterézis görbéket azért az $\int dQ/T$ entrópia produktum alapján határozzuk meg, mert a teljes ciklusra vett entrópia produktum (a felvett és leadott hő összegével ellentétben) zérus [32]. A hiszterézis görbe fűtéshez tartozó ágára ($\eta(T^\uparrow)$) (14)-hez hasonló összefüggés adódik, melyben az integrálok At_s és T valamint At_s és At_f között futnak.

IV.2. Zajemisszió alapuló mérési technikák

A különböző eredetű zajok vizsgálata manapság igen széles körben elterjedt. Zaj alatt nem csak a hétköznapi értelemben vett akusztikus zajokat értjük, hanem sok más, az akusztikus zajokhoz hasonló természetű jelenséget, például mágneses vagy akár termikus zajokat. Közös jellemzőjük, hogy kisebb-nagyobb eseményekből, jelcsomagokból, lavinákból állnak, melyek első ránézésre teljesen véletlenszerűen követik egymást.

Martenzites átalakulások esetén sem a habitussíkok, sem az ikerhatárok mozgása nem folytonos. Mozgásukat a kristályhibák, szemcsehatárok, vagy a képződő martenzit magok rugalmas tereinek átlapolásai (termoelasztikus hatások) akadályozzák. Ezen szakaszos jelleg teszi lehetővé, hogy a martenzites átalakulásokat különböző zajmérési technikák segítségével tanulmányozhassuk.

Statisztikus analízissel elkészíthetjük valamely vizsgált paraméter valószínűségi sűrűségfüggvényét, mely megmutatja, hogy a rögzített jelsokaságban egy adott érték milyen valószínűséggel fordul elő. A valószínűségi sűrűségfüggvényeket a legtöbb esetben hatványfüggvénnyel lehet illeszteni:

$$P(X) = CX^{-\alpha_x} \quad (15)$$

ahol X a vizsgált zajparaméter ($X = A, E, S, D$; ahol A , E , S és D jelöli az amplitúdót, az energiát, a méretet valamint az időtartamot), C egy

normálási faktor, α_X pedig az X paraméterre jellemző hatványkitevő. A rendszer véges méretei miatt bizonyos nagyságnál nagyobb lavinák nem fordulhatnak elő. Ezt egy exponenciális levágási tényezővel vehetjük figyelembe:

$$P(X) = CX^{-\alpha_X} \exp\left(-X/X_0\right) \quad (16)$$

melyben X_0 a levágási érték. A hatványfüggvény szerinti eloszlás annak a jele, hogy a rendszer közel van a kritikus viselkedéshez*. Az illesztés legfontosabb paramétere az α_X hatványkitevő, melyet gyakran neveznek kritikus exponensnek. A kritikalitást mutató rendszerek lehetnek önszerveződő vagy vezérelt rendszerek. Vezérelt kritikusság esetén a hatványfüggvény paraméterei a hajtóerőtől (pl. Barkhausen-zaj esetén a külső mágneses tértől) függenek, míg önszerveződő kritikusság esetén csak a rendszer méreteitől [33]. A Barkhausen-zaj, illetve a martenzites átalakulások során mérhető zajjelenségek valószínűleg mind a vezérelt kritikus viselkedéshez tartoznak.

Munkám során ausztenit-martenzit átalakulás közben tapasztalható termikus, akusztikus és mágneses zajok vizsgálatával foglalkoztam, melyek legfontosabb tulajdonságait zajtípusonként részletezem.

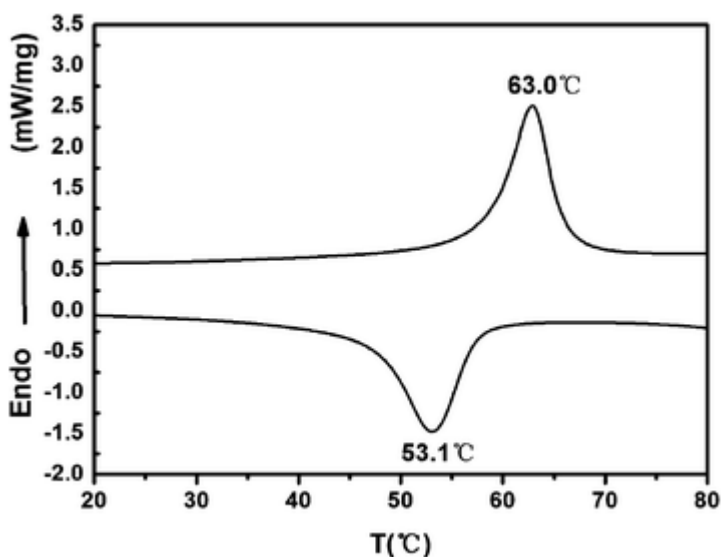
IV.2.1. Termikus emisszió

Termikus emisszió alatt általában az elsőrendű ausztenit-martenzit fázisátalakulás közben felszabadult vagy elnyelt látens hőt, termikus emissziós mérés alatt pedig ennek pl. differenciális pásztázó kaloriméterrel történő mérését értjük. Dolgozatom további részében termikus emisszió alatt az At/Mt átalakulás szakaszos jellegét kimutató termikus emissziós

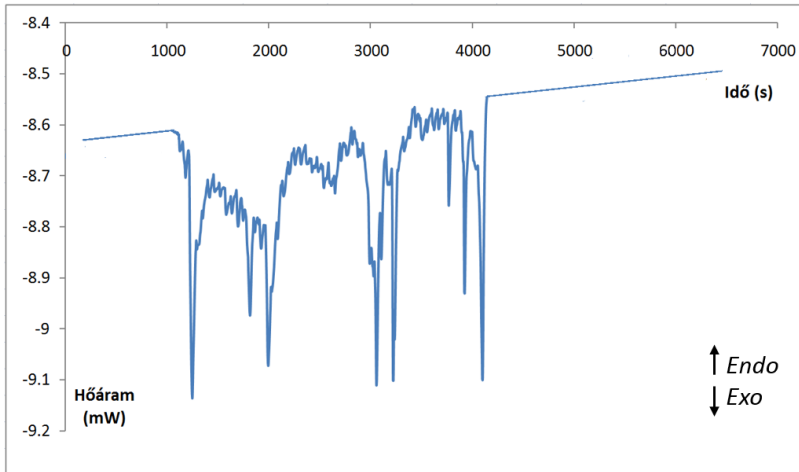
* Kritikus viselkedés esetén a rendszer kritikus tartományban van, melyet egy divergáló korrelációs függvény paraméterbeli közelsége hoz létre. Jelen esetben divergáló mennyiség lesz az egyes zajesemények amplitúdója, energiája, időtartama, stb.

vizsgálatokat értem, melyek az irodalomban csak kevés számban fordulnak elő [6, 8-10].

A differenciális pásztázó kaloriméter egy mintát tartalmazó, illetve egy üres (referencia) kemence teljesítményének különbségét (Φ) adja meg a hőmérséklet vagy az idő függvényében. Egy hagyományos DSC mérés során, ahol a fűtési sebesség 10 K/min körül van, a martenzites átalakulás szakaszos jellege nem figyelhető meg, csak egy-egy integrált csúcs látható a fűtési és hűtési görbén, ahogy azt a 6. ábra szemlélteti. Habár a habitussík mozgásának sebessége a hangsebesség tartományába esik, azaz egy-egy ugrás során a látens hő nagyon rövid idő alatt szabadul fel, az általa okozott hőmérsékletváltozás csak jóval lassabban, hővezetéssel jut el a kaloriméter hőmérőjéhez. A berendezés időállandója emiatt a habitussík ugrások időtartamához képest nagy, ezért a szakaszos jelleg kimutatásához a fűtési/hűtési sebességet lényegesen csökkenteni kell. A 7. ábra szemléltet egy általam Ni_2MnGa egykristály mintán mért DSC görbét lassú hűtési sebesség esetén. Az általam végzett méréseknél a sebesség 0.02 K/min (1.2 K/h) körül volt, de az irodalomban találunk ettől még lassabb méréseket is (0.3 K/h [6], 0.005 K/h [8]).



6. ábra. Tipikus DSC görbe, mely a szokásos, 10 K/min körüli mérési sebességeknél adódik.



7. ábra. A hűtési/fűtési sebességet nagymértékben lecsökkentve az At/Mt átalakulás szakaszos jellege DSC-vel is kimutatható. A nyilak az endoterm és az exoterm folyamatok irányát jelölik.

A fűtési/hűtési sebességen kívül, mint ahogy megmutattam [34], és a későbbiekben részletesen tárgyalom, fontos szerepe van a minta felületi érdességének, valamint a minta tömegének is. Egy érdekesebb mintán nagyobb zajaktivitás várható, mint egy ugyanakkora tömegű, de polírozott felületű mintán [34, 35].

Ha a fenti paramétereket a legoptimálisabban választjuk is meg, és sok, egymástól különálló csúcsot ad a DSC mérés, a nagy időállandó miatt akkor is előfordulhatnak átlapoló csúcsok, melyek szuperpozíciója alkotja a teljes DSC spektrumot, ahogy ez a 7. ábrán is határozottan látszik. A DSC tulajdonságaiból adódóan az egyes habitussík-ugráshoz tartozó csúcsok jelentős részét kitevő lecsengő részt exponenciális függvénnyel adhatjuk meg: $\Phi(t) = \Phi_{max} e^{-t/\tau_{DSC}}$. Az exponenciálisan lecsengő rész minden csúcsra egyforma, τ_{DSC} időállandója a rendszerre jellemző érték. Ha azon idő alatt, amíg tart a lecsengés, jön egy következő esemény, akkor ahhoz hozzáadódik az előbbi lecsengő rész járuléka. Ezáltal a csúcs nagyobbak adódik, ami a statisztikus analízis során gondot okoz, így korrekcióra van szükség.

Egy különálló csúcs esetén (lásd pl. a későbbi VI. fejezet 25. ábráját) idő szerint integrálva a DSC görbét megkapjuk az esemény energiáját. [6]-ban

megmutatták, hogy ez az integrál – az exponenciális lecsengés miatt – arányos a csúcs nagyságával:

$$E_i = \int_{t_i}^{t_i+D_i} \Phi(t) dt \approx \Phi_{max} \tau_{DSC} \propto \Phi_{max} \quad (17)$$

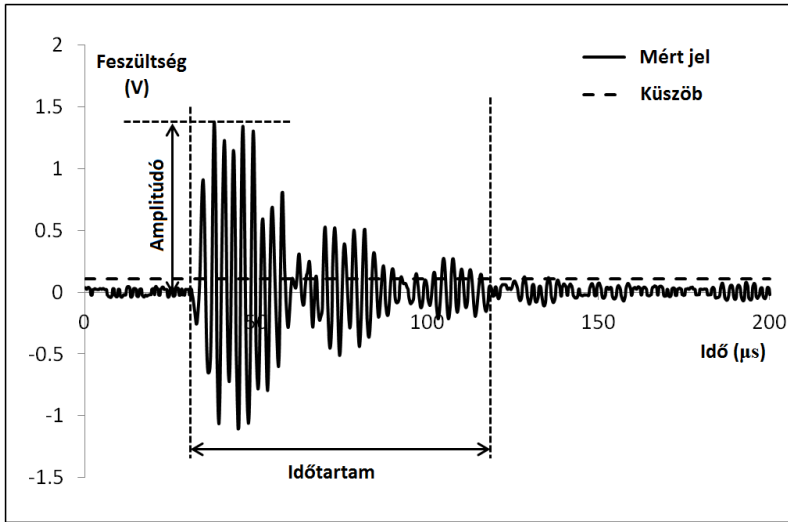
ahol E_i az i -edik csúcs energiája, t_i a kezdete, D_i az időtartama és Φ_{max} a csúcs amplitúdója. Így tehát a csúcsenergia eloszlás kiszámításához – a lecsengések levonása után - elegendő minden csúcshoz csupán az amplitúdóját meghatározni.

IV.2.2. Akusztikus emisszió

A szilárdtestekben tárolt energia felszabadulása közben keletkező rugalmas hullámcsomagot akusztikus emisszióknak nevezzük. Az akusztikus emisszió forrásai lehetnek diszlokációs mozgások, fázisátalakulások, súrlódások, törések, vagy repedés keletkezése és terjedése.

Alakemlékező ötvözetek esetén a habitussík súrlódó mozgása miatt fellépő disszipatív energia részben hanghullámok formájában szabadul fel. Ezen kívül fűtésekor a hűtés közben betárolt rugalmas energia egy része is felszabadulhat, valamint hűtésekor a frissen kialakult martenzit variánsok relaxációja [36] is felléphet, melyek akusztikus emisszió keltésével járnak. Továbbá martenzites állapotban deformációval vagy mágneses térrel átrendezve a martenzit variáns struktúrát, szintén akusztikus hullámokat kelthetünk az anyagban.

A mintához megfelelően csatolt szenzorral, amely általában piezoelektromos mikrofon, detektálni tudjuk ezen hanghullámokat, és a 8. ábrán bemutatott jelalakot kapjuk. A folytonosan felvett jelből a szokásos küszöbszinten alapuló módszerrel választjuk el az egyes akusztikus eseményeket: egy esemény kezdete az az időpont, amikor a feszültség átlép egy előre megadott küszöbfeszültséget. A küszöbfeszültség értékét úgy választjuk meg, hogy a rendszer maximális alapzaja éppen ezen feszültség érték alatt legyen.



8. ábra. Tipikus akusztikus emissziós jelforma és a legfontosabb paraméterei.

Feszültség-idő grafikonon egy akusztikus esemény sok egymást oszcillálva követő csúcsból áll, melyek amplitúdói a rövid felfutást követően tekintve hogy a pillanatszerű gerjesztés megszűnése után a jel csillapított rezgésként értelmezhető, exponenciális lecsengést mutatnak. Ezért egy esemény végének meghatározása nem triviális. Az egyik lehetséges definíció az esemény végére az lehet, hogy akkor van vége egy eseménynek, ha a burkoló görbe a küszöbszint alá kerül. Ez azonban az adatfeldolgozás során viszonylag nagy számítási kapacitást igényel. A legelterjedtebb módszer a következő: definiálunk egy időtartamot (hit detection time, HDT [37]), amely egy várakozási időt jelent, akkor van vége egy eseménynek, ha a jelszint abszolút értéke ezen idő alatt végig a küszöbfeszültség értéke alatt marad (abszolút értékben). A HDT általában $10 - 100 \mu s$ nagyságrendű érték. A minta oldaláról, vagy egyéb helyekről visszaverődő reflexiók detektálásának elkerülése érdekében szokásos egy holtidőt is definiálni (hit lockout time, HLT [37]), amelyen belül érkező akusztikus eseményeket nem vesszük figyelembe. A csúcsok közül az abszolút értékben legmagasabb csúcs nagyságát (feszültségét) nevezzük az esemény amplitúdójának. Az esemény időtartama alatt természetesen az esemény kezdete és vége között eltelt időt értjük. Az energia (E_i) kiszámításához a feszültségjel négyzetét integráljuk az esemény időtartama (D_i) alatt [13]:

$$E_i = \frac{1}{R} \int_{t_i}^{t_i + D_i} V^2(t) dt, \quad (18)$$

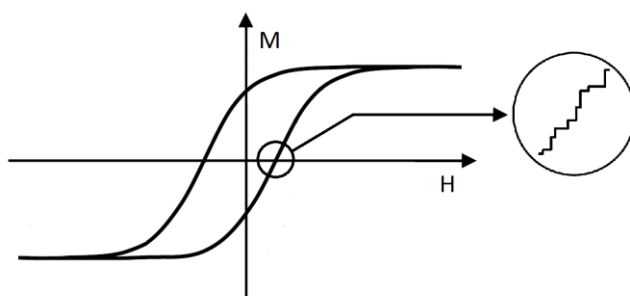
ahol $V^2(t)$ a feszültségjel négyzete, R pedig egy tetszőleges nagyságú ellenállás, melynek nagysága általában az erősítő bemeneti ellenállása.[†]

IV.2.3. Mágneses emisszió

Mágneses zajok detektálására ferromágneses anyagokban van lehetőség. A ferromágneses anyagokban az atomok rendelkeznek eredő mágneses momentummal, amelyeket a kicserélődési kölcsönhatás igyekszik azonos irányba beállítani. Ez a rendezettség egy adott hőmérséklet (Curie-hőmérséklet) felett megszűnik, és az anyag paramágnesessé válik. Makroszkopikus méretű anyagban az összes momentum azonos irányba állása kedvezőtlen a mintán kívüli szórt mágneses tér energiájának növekedése miatt. A szórt tér csökkentése miatt az anyagban különböző irányokban telítésig mágnesezett tartományok ún. domének alakulnak ki.

Az egymás mellett elhelyezkedő doméneket doménfalak választják el, melyeken belül az atomok mágnesezettségének iránya fokozatosan fordul át. A doménfalak vastagságát két kölcsönhatás határozza meg: a kicserélődési kölcsönhatás (ez rendezi a momentumokat) és az anizotrópia. Ha csak a kicserélődési kölcsönhatás hatna, a szomszédos momentumok közötti szögelfordulás nagyon kicsi lenne, vastag doménfalakat eredményezne. Az anizotrópia miatt azonban energetikailag kedvezőtlen, ha sok momentum áll a könnyű mágnesezési iránytól eltérő irányban. Így egy kompromisszum jön létre, mely általában 50 – 1000 atomi réteg vastagságú doménfalakat eredményez.

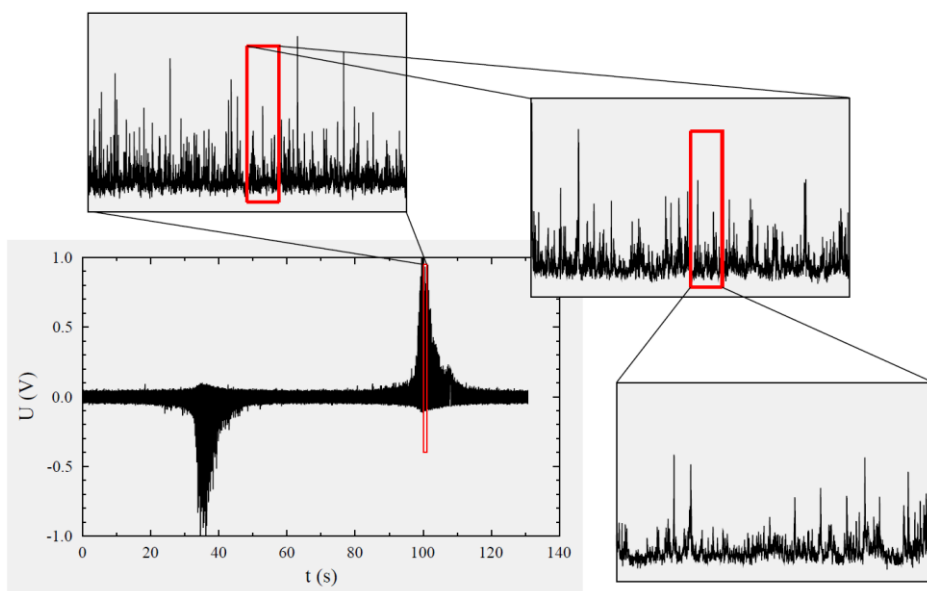
[†] A mérések egy részénél használt Sensophone AED-404 készülék (18)-tól eltérő módon számítja az akusztikus események energiáit. Egy, az akusztikus emissziós méréstechnikában gyakran használt közelítést alkalmaz, mely egyszerűen az amplitúdó négyzetét tekinti az esemény energiájának.



9. ábra. Mágneses hiszterézis görbe. A kinagyított részen megfigyelhető, hogy a mágnesezettség változása nem folytonosan, hanem szakaszosan, apró ugrások sorozatával valósul meg.

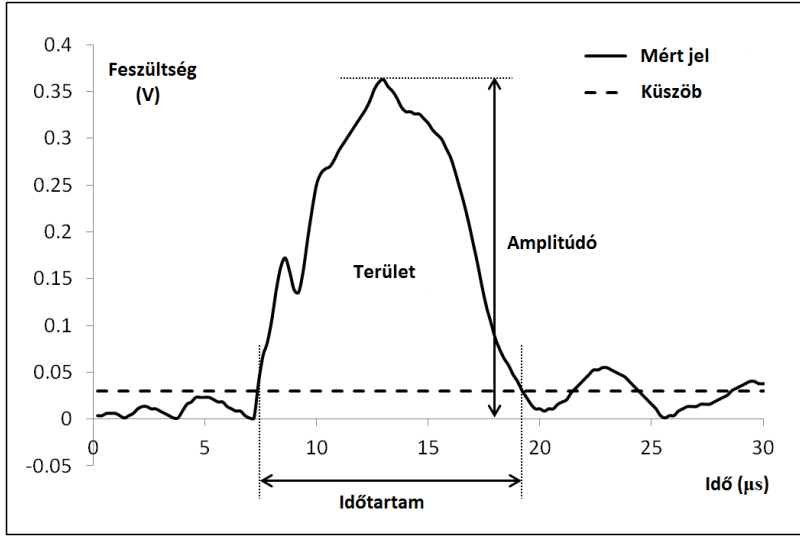
A 9. ábra szemlélteti egy ferromágneses anyag mágnesezési görbét. A vízszintes tengelyen a külső térerősség, a függőleges tengelyen a mágnesezettség szerepel. A gerjesztő teret növelve az origóból egy telítési értékig növelhető a mágnesezettség. Az eredő mágnesezettség változása a doménfalak mozgásával megy végbe: a külső gerjesztő térrel egy irányba álló mágnesezettségű domének térfogathányada növekszik a kedvezőtlen irányba álló domének rovására. Egy olyan kristályban, ahol a kristályhibák (diszlokációk, zárványok, szennyezőatomok, stb.) feszültségeket keltenek, lokális könnyű mágnesezési irányok alakulnak ki. A lokális könnyű irányok gátolják a doménfalak mozgását, ezért a doménfalak mozgatása energiát igényel. A hiszterézis görbe területe az egy ciklus alatti energia veszteséget mutatja.

A doménfalak akadályoztatott mozgásának a hiszterézis viselkedés kialakulása mellett a másik következménye, hogy a doménfalak mozgása szakaszos lesz, mely Barkhausen effektushoz vezet. Ha kinagyítjuk a 9. ábra görbéit, azok nem simák, lépcsőszerű ugrások vannak rajta. Minden egyes ugrás alkalmával az anyag egy kis térfogatelemében a mágnesezettség iránya ugrásszerűen megváltozik. Ez a minta köré helyezett detektortekercsben a fluxus megváltozását jelenti, mely a tekercsben feszültséget indukál. A tekercs által detektált jel feszültségét mutatja a 10. ábra az idő függvényében. Ha kinagyítjuk a zajcsomagot, a rendezetlennek tűnő jelleg megmarad, a zajspektrum önazonos jellegű. A Barkhausen-zaj érzékeny a külső és belső feszültségekre, így sok fontos technikai alkalmazás alapszik ilyen zajmérési technikán.



10. ábra. Tipikus Barkhausen-zaj spektrum egy teljes mágnesezési periódusra. Kinagyítva a jelet jól megfigyelhető a zaj rendezetlen jellegének megmaradása. (Kép forrása:[38])

Mágneses zajt azonban nem csak a mágnesezettség változtatásával lehet gerjeszteni. Az irodalomban találhatók példák olyan esetekre amikor a mágneses emissziót fázisátalakulással [16-19], képlékeny alakítással [39, 40], töréssel [41] vagy a martenzit variáns szerkezet változtatásával [20] hozták létre. Dolgozatomban a fenti lehetőségek közül az ausztenit-martenzit fázisátalakulás közben detektálható mágneses zajok vizsgálatával foglalkoztam. Ferromágneses alakemlékező ötvözetek esetén a magnetoelasztikus csatolás révén erős kölcsönhatás van a kristályszerkezeti változások és a doménszerkezet megváltozása között, mely külső mágneses tér nélkül is mágneses emissziót vált ki az anyagban ausztenit-martenzit fázisátalakulás során és martenzit fázisban a variáns-szerkezet változása esetén is.



11. ábra. Egy doménfal ugrás hatására keletkező tipikus ME jelalak, és a legfontosabb paraméterek.

Az előbb említett módon kiváltott egyedi mágneses jelek feldolgozása a Barkhausen-zaj kiértékelésével megegyező módon történik. A 10. ábrán bemutatott jelsorozat egy egyedi jeléhez hasonló jel látható a 11. ábrán. Az akusztikus jelekhez hasonlóan meghatározunk egy küszöbfeszültséget, amit ha meghalad a feszültségjel abszolút értéke, azt tekintjük a mágneses jel (lavina) kezdetének. Mágneses jelek esetében nincs HDT vagy HLT, a jel végének egyszerűen azt tekintjük, amikor a feszültség abszolút értéke a küszöb alá esik. Az időtartam, az amplitúdó és az energia definíciója megegyezik az akusztikus emisszióknál tárgyalt definíciókkal. Mágneses zajoknál mindez kiegészül még a lavina területével (S , másképpen méretével), mely a mágneses fluxus változását adja meg egy doménfal ugrás során, és SI egysége a weber (Wb). Az i -edik lavina S_i területét a $V(t)$ feszültségjelből a következőképpen számíthatjuk:

$$S_i = \int_{t_i}^{t_i+D_i} |V(t)| dt. \quad (19)$$

IV.2.4. Statisztikus analízis

IV.2.4.1. Szűrés

Ha a mért zajban a jelek amplitúdója nem elég nagy (pl. vékonyrétegeknél) és ezáltal rossz a jel/zaj viszony, szükség lehet a jel szűrésére, mely Wiener-dekonvolúcióval [42] történhet. Mérés során az érzékelőben keletkező $V(t)$ jelet maga az érzékelő és az ahhoz kapcsolódó erősítő is módosítja, ennek következtében a kimeneten egy $S(t)$ "torzított" jelet mérünk. A kimenő jel $S(f)$ Fourier-transzformáltjának és a bemenő jel $V(f)$ Fourier transzformáltjának hányadosa a rendszerre jellemző $R(f)$ átviteli függvény:

$$S(f) = R(f)V(f). \quad (20)$$

A rendszer válaszfüggvénye által torzított jelhez hozzáadódik még a rendszer alapzaja ($N(t)$), így adódik a mért $C(t)$ jel:

$$C(t) = S(t) + N(t). \quad (21)$$

Az eredeti jel Fourier-transzformáltját legjobban megközelítő $\tilde{V}(f)$ függvényt a következő módon lehet megközelítőleg visszaállítani:

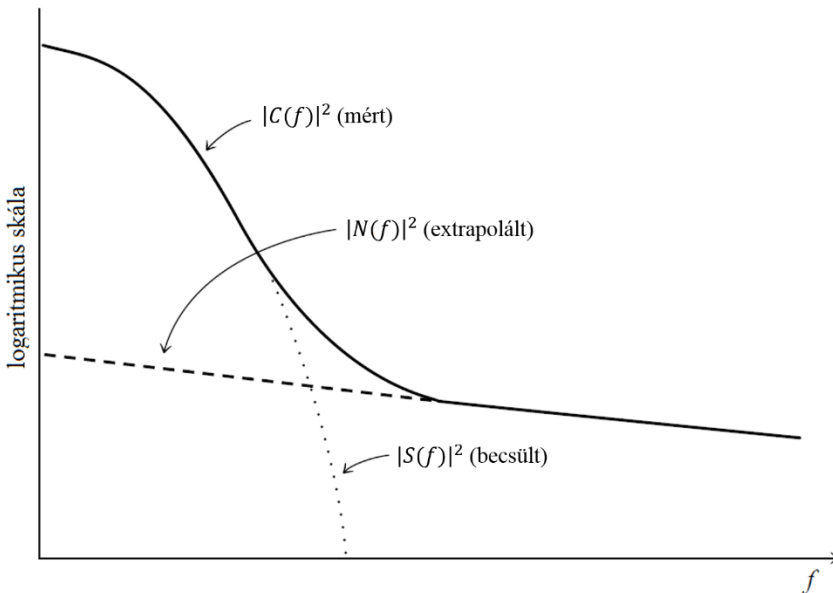
$$\tilde{V}(f) = \frac{C(f)\theta(f)}{R(f)}, \quad (22)$$

ahol $C(f)$ a zajjal terhelt 'torzított' jel Fourier-transzformáltja ($C(f) = S(f) + N(f)$), $\theta(f)$ pedig az optimális Wiener-szűrő. $\tilde{V}(f)$ akkor lesz legközelebb $V(f)$ -hez, ha a szűrőt a következő módon definiáljuk:

$$\theta(f) = \frac{|S(f)|^2}{|S(f)|^2 + |N(f)|^2}. \quad (23)$$

$\theta(f)$ értéke közel 1 abban a frekvenciatartományban, ahol a zaj járuléka elhanyagolható, és közel nulla, abban a frekvenciatartományban, ahol a zaj domináns. Azonban sem $S(f)$ -t, sem $N(f)$ -t nem ismerjük, mindössze $C(f)$ -t tudjuk meghatározni. $C(f)$ -re viszont igaz, hogy $|C(f)|^2 \approx |S(f)|^2 + |N(f)|^2$. Ezért ábrázolva a jel spektrális teljesítmény-sűrűségét,

$|C(f)|^2$ -t lehetőség van $S(f)$ -t és $N(f)$ becslésére. A 12. ábrán látható, hogy jól elkülöníthető az a magas frekvenciatartomány ahol a zaj a domináns, amely féllogaritmikus grafikonon egyenes szakaszként jelenik meg. Ezt a részt extrapoláljuk arra a tartományra, ahol $|S(f)|^2$ járuléka a meghatározó, így kapjuk meg $|N(f)|^2$ -t. Végül az $|S(f)|^2$ függvényt $|C(f)|^2$ -ből egyszerű kivonással kaphatjuk meg.



12. ábra. Az optimális Wiener-szűrő meghatározásához szükséges bemeneti adatok becslése, a tiszta jel és a zaj spektrális teljesítmény-sűrűségének elkülönítése. (Kép forrása: [42].)

A rendszer átviteli függvényét elsősorban a detektortekercs paraméterei (induktivitás, kapacitás, ohmikus ellenállás), valamint az erősítő frekvencia átvitele határozzák meg. Ezek külön-külön aluláteresztő szűrőkként hatnak a jelre. $R(f)$ meghatározható, ha pl. egy próba egységugrást rögzítünk a mérőkártyával egyszer úgy, hogy a minta a detektortekercssel együtt és az erősítő is a rendszer része, egyszer pedig ezek nélkül csak a nyers jelet. A két jelet ezután deriváljuk, majd ezek Fourier-transzformáltjának hányadosa adja a rendszer válaszfüggvényét.

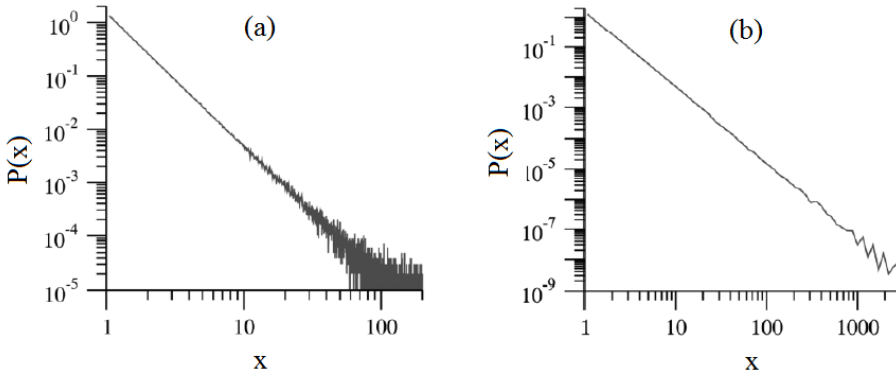
Szűrés után inverz Fourier transzformációval állítjuk vissza a jelet. A szűrés befejeztével a jelsorozatot a korábban tárgyaltaknak megfelelően

egyedi eseményekre (lavinákra) bontjuk, mindig a jel típusának (TE, AE vagy ME) megfelelő szempontok alapján.

Az egyedi események elkülönítése zajtípustól függően a korábban leírtak szerint történik. A jelek különböző paramétereinek (amplitúdó, terület, energia, időtartam) kiszámítása után azok statisztikai analízise következik. A legalapvetőbb dolog, amit meghatároznak az a zajaktivitás. Zajaktivitás alatt az időegység (vagy hőmérsékletegység) alatt detektált egyedi események darabszámát értjük, amelyet a mérés során változtatott paraméter (hőmérséklet, deformáció, stb.) függvényében ábrázolunk. Termikus jelek esetén az aktivitás alatt magát a DSC görbét értjük. Különböző típusú zajok együttes, szimultán mérésével a közös grafikonon ábrázolt aktivitás görbékből értékes következtetések vonhatóak le az átalakulással kapcsolatban.

IV.2.4.2. Kritikus exponensek

A statisztikus analízis következő lépése a különböző jelparaméterek valószínűségi sűrűségfüggvényeinek ábrázolása. A sűrűségfüggvényeket valamilyen dobozolási eljárással szokás meghatározni. Első lépésként megkeressük a dobozolni kívánt adathalmazban a legkisebb és a legnagyobb elemet. A legkisebb és legnagyobb elem által határolt tartományt ezután felosztjuk tetszőleges számú (általában 20 – 40) részre, ezek lesznek a dobozok. A dobozok szélességét lehet egyformára (lineáris dobozolás) vagy logaritmikusan növekvő méretűre (logaritmikus dobozolás) választani. Ha a legkisebb és a legnagyobb elem darabszáma között több nagyságrend különbség van, és a legnagyobb eseményekből kevés van, az eloszlásfüggvények jobb oldali végén gyakran jelentős statisztikus fluktuációk lépnek fel. Ezeket logaritmikus dobozolással lehet csökkenteni [43] (13. ábra).



13. ábra. Számítógéppel generált, 2. 5-es hatványkitevőjű hatványfüggvény szerint eloszló 1 millió szám lineárisan (a) és logaritmikusan (b) dobozolva. (Kép forrása: [43])

A dobozok definiálása után minden egyes adatot a nagysága szerint betesszük valamelyik dobozba. Az X_i nagyságú adathoz tartozó doboz sorszámát (j) a következő módon számítjuk:

$$j = \left\lceil \frac{\lg(X_i) - \lg(X_{\min})}{\lg(\text{doboz szélesség})} \right\rceil, \quad (24)$$

ahol $X_{\min}$ az adathalmaz legkisebb eleme, és a

$$\text{doboz szélesség} = \frac{\lg(X_{\max}) - \lg(X_{\min})}{\text{dobozok száma}}. \quad (25)$$

$X_{\max}$ természetesen az adathalmaz legnagyobb eleme. Mivel az egyes dobozok méretei nem egyformák az így számolt eloszlás torzít, pl a (15) szerinti hatványfüggvénnyel leírható eloszlás esetén α_X helyett $\alpha_X - 1$ hatványkitevőjű eloszlást eredményez. Korrekcióra van szükség a helyes eloszlás kiszámolásához, az egyes dobozokba került események számát (y_j) el kell osztani a transzformáció Jakobi mátrixának a determinánsával, azaz esetünkben a dobozok szélességével:

$$y'_j = \frac{y_j}{\lg(\max_j) - \lg(\min_j)}, \quad (26)$$

ahol y'_j a j -edik dobozban lévő események korrigált száma, $\max_j$ és $\min_j$ a j -edik doboz felső és alsó határa.

Az elkészített eloszlást lenormáljuk a saját integráljával, hogy valószínűségi sűrűségfüggvényt kapjunk (melynek görbe alatti területe 1). A korábban említett hatványfüggvény szerinti eloszlást feltételezve egy tetszőleges lavinaparaméter ($X = A, E, D, \dots$) valószínűségi sűrűségfüggvényére a következő összefüggés adódik:

$$P(X) = \frac{X^{-\alpha_X} \exp(-X/X_0)}{\int_{X_{min}}^{\infty} X^{-\alpha_X} \exp(-X/X_0) dX}. \quad (27)$$

A fenti egyenletben α_X a kritikus exponens, X_0 a levágási érték, X_{min} pedig az adatsokaságban előforduló legkisebb elem értéke.

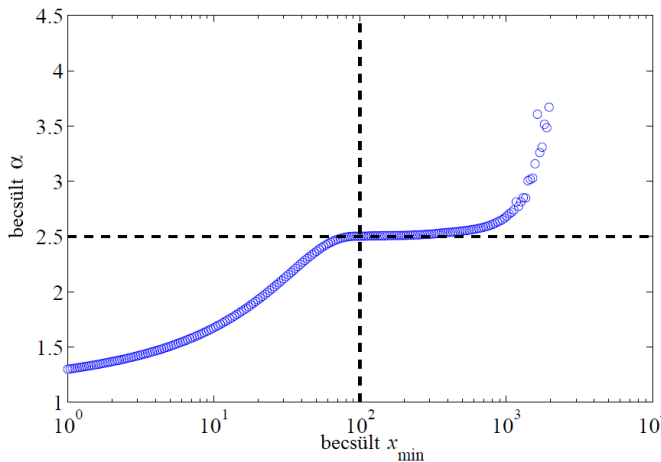
A valószínűségi sűrűségfüggvények legfontosabb paramétere a kritikus exponens. Az exponensek meghatározása több módon történhet. Legegyszerűbben úgy állapítható meg a hatványkitevő, hogy a log-log skálán ábrázolt görbe egyenes szakaszára egyenest illesztünk, melynek meredeksége megegyezik a hatványkitevővel. Ha a levágási értékre is szükség van, akkor egy három paraméteres nemlineáris görbeillesztést kell végezni, például Levenberg-Marquardt legkisebb négyzetes algoritmussal (LMA).

A kritikus exponens legkifinomultabb meghatározása Maximum-Likelihood (legnagyobb valószínűség, ML) becsléssel történik. Az ML módszerhez nem szükséges dobozolni az adatokat, így a kitevő értékét nem befolyásolja a dobozolás (mely ha nem megfelelően lett elvégezve, torzíthatja az eloszlást). A kritikus exponens értékét az alábbi összefüggés adja meg [44]:

$$\alpha_X = 1 + k \left[\sum_{i=1}^k \ln \frac{X_i}{X_{min}} \right]^{-1}, \quad (28)$$

ahol α_X a kritikus exponens, X_i az i -edik adat, X_{min} a legkisebb adat, amire a kiértékelést elvégezzük, k pedig az adathalmaz számossága. Az előbbi egyenletben az egyetlen szabad paraméter az X_{min} , mely nem mindig egyenlő a mérés során begyűjtött legkisebb adattal. A valószínűségi sűrűségfüggvény ugyanis esetenként eltér a hatványfüggvény szerinti

eloszlástól. Kiértékeléskor a küszöb érték helytelen megválasztása esetén a görbe eleje tartalmazhat olyan zajjárulékokat, amelyek nem a mintából származnak, hanem a környezetből, vagy a rendszer alapzajából. Ilyen esetben a valószínűségi sűrűségfüggvény eleje felfelé vagy lefelé görbülhet, amely szakaszt ha bele vesszük az ML becslésbe, a kitevőre valótlan értéket kapunk. Ennek elkerülése végett az ML becslést több X_{min} értéknél kell elvégezni. A kapott hatványkitevőt az X_{min} függvényében ábrázolva (14. ábra) egy olyan görbét kapunk, amelyen ha jól számoltunk, egy plató található, azaz egy olyan tartomány, amelyen belül a hatványkitevő nem függ a levágási értéktől. A plató eleje adja a helyes levágási értéket, a plató átlagértéke pedig a helyes exponenst.



14. ábra. A Maximum-Likelihood módszer alkalmazása egy 5000 adatból álló szimulált, 2.5 meredekségű eloszlásra. A kritikus exponenst a levágás függvényében ábrázolva a plató átlagértéke adja meg az exponens helyes értékét, a plató kezdete pedig a levágás helyes értékét. Kép forrása: [44]

A Maximum-Likelihood becslésnek nagy hátránya viszont, hogy a valószínűségi sűrűségfüggvény exponenciálisan levágó végét nem tudja kezelni, mely gyakran jelentkezik, főleg mágneses jelek esetén. Ha az exponenciálisan levágó rész jelentős, a becslés a valósnál nagyobb értéket ad a kitevőre, így ebben az esetben az LMA algoritmus használata a célravezetőbb.

A kritikus exponens mindig az adott folyamatra jellemző, vagyis az exponens értéke alapján univerzalitási osztályokba sorolhatóak a különböző folyamatok. Martenzites átalakulásoknál akusztikus emisszió esetén a martenzit szimmetriának van döntő szerepe a kritikus exponens értékére nézve. A különböző univerzalitási osztályokhoz tartozó amplitúdó (α_A^{AE}) és energia (α_E^{AE}) hatványkitevőket [13] alapján az 1. táblázat tartalmazza.

Mt-szimmetria	α_A^{AE}	α_E^{AE}	Multiplicitás
Monoklin	3.0 ± 0.2	2.0 ± 0.2	12
Ortorombos	2.4 ± 0.1	—	6
Tetragonális	2.0 ± 0.3	1.6 ± 0.1	3

1. táblázat. A különböző martenzit szimmetriákhoz tartozó amplitúdó és energia exponensek akusztikus emisszió esetén.

Az 1. táblázat utolsó oszlopában a martenzit fázis multiplicitása arra utal, hogy egy adott köbös ausztenites kristályból hány féle különböző térbeli orientációjú martenzit variáns képződhet.

IV.2.4.3. Skálaszabály, átlagos lavinaalak

A zajokat alkotó események, lavinák különböző paraméterei nem függetlenek egymástól, közöttük skálaszabályok érvényesek. Legismertebb ezek között az amplitúdó és az energia viszonyára vonatkozik. Az amplitúdó eloszlást jellemző α_A , az energiák eloszlását jellemző α_E , az időtartameloszlást jellemző α_D és a csúcsterület eloszlást jellemző α_S hatványkitevők között a következő összefüggések állnak fenn [13, 45, 46]:

$$\frac{\alpha_A - 1}{\alpha_E - 1} = z \quad (29a)$$

$$\frac{\alpha_D - 1}{\alpha_S - 1} = \gamma \quad (29b)$$

$$\frac{\alpha_E - 1}{\alpha_D - 1} = 2 - \frac{1}{\gamma} \quad (29c)$$

A (29a)-ban a z paraméter értékére általában 2 adódik, ami annak a jele, hogy az energia arányos az amplitúdó négyzetével. Ezért gyakran a lavínak energiáit egyszerűen az amplitúdó négyzetéből számolják, nem a jel négyzetének integrálásával.

A lavinaterület, vagy másképpen lavinaméret és az időtartam hatványkitevői között fennálló (29b) skálaszabályban szereplő γ paraméter megfelel a terület-időtartam kapcsolatát leíró (30) hatványfüggvény exponensének [47, 48]:

$$\langle S(D) \rangle = \int_0^D \langle V(t|D) \rangle dt \sim D^\gamma. \quad (30)$$

A γ exponens értéke anyagtól és zajmodelltől függően 1.5 – 2 közötti érték [49].

Az átlagos lavinaalakoknak kiemelt szerepük van, mert az átlagos lavinaalak teremt közvetlen kapcsolatot az elmélet és a kísérlet között. Az elméleti modellek alapján meg lehet adni a doménfalak mozgásegyenletét, majd ennek megoldásából adódik a doménfal átlagos sebessége (térbeli átlag) az idő függvényében, mely éppen a kísérletileg meghatározható átlagos jelalaknak felel meg.

A γ paraméter megjelenik a lavínák átlagos alakjában is. (30)-ból következik, hogy $\langle V(t|D) \rangle \sim D^{\gamma-1}$. Így az adott időtartamú lavínák alakjára a következő összefüggés adódik [50, 51]:

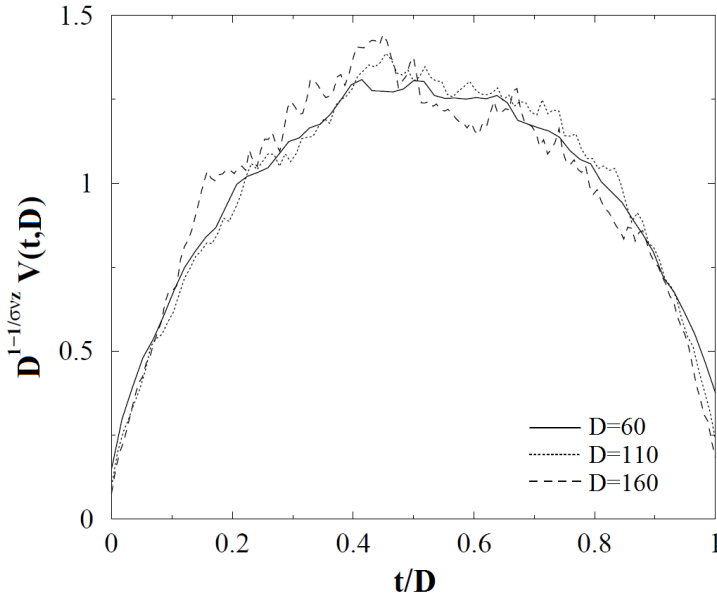
$$\langle V(t|D) \rangle = D^{\gamma-1} f_{shape}(t/D), \quad (31)$$

melyben $f_{shape}(t/D)$ a csúcs alakját leíró univerzális skálafüggvény (t a futó idő). D -vel, illetve $D^{\gamma-1}$ -el történő normálás után tehát a különböző

időtartamokra meghatározott átlagos lavinaalakok összeskálázódnak (15. ábra). Az univerzális lavinaalakot az

$$f_{\text{shape}}(t/D) \propto \left[\frac{t}{D} \left(1 - \frac{t}{D} \right) \right]^{\gamma-1} \quad (32)$$

összefüggéssel közelíthetjük, mely megközelítőleg egy invertált parabola alakú függvény [51].



15. ábra. Különböző rögzített időtartamokhoz tartozó átlagos lavinaalakok összeskálázódása.
Kép forrása: [52]

A lavinaalakra kapott képlet szimmetrikus alakot eredményez, azonban a valóságban ritkán kapunk szimmetrikus átlagos lavinaalakokat. Az aszimmetriát is figyelembe véve az átlagos lavinaalakra a következő összefüggés adódik:

$$\langle V(t|D) \rangle \propto D^{\gamma-1} \left[\frac{t}{D} \left(1 - \frac{t}{D} \right) \right]^{\gamma-1} \left[1 - a \left(\frac{t}{D} - \frac{1}{2} \right) \right], \quad (33)$$

ahol " a " az aszimmetria paraméter. $a = 0$ szimmetrikus alakot, míg $a > 0$ és $a < 0$ pozitív illetve negatív ferdeséget eredményez [49]. Az átlagos lavinaalak pozitív és negatív ferdesége alatt azt értjük, hogy a maximum a $t/D = 0.5$ közéértékhez képest balra illetve jobbra van eltolódva. A

lavinaalakok ferdesége fontos paraméter a szakaszos jellegű folyamatok leírásában [51, 53], a ferdeség utalhat például a doménfalak negatív tömegére [54], feszültség lokalizációra [41] vagy az anyagi kölcsönhatások hatótávolságára [55].

Az aszimmetriát is tartalmazó (33) összefüggés kis aszimmetria esetén ad pontos közelítést az átlagos lavinaalakra. Erősen torz lavinaalakokra a

$$\langle V(t|D) \rangle \propto D^{\gamma-1} \left[\frac{t}{D} \left(1 - \frac{t}{D} \right) \right]^{\gamma-1} \exp \left[A_d \left(\frac{1}{2} - \frac{t}{D} \right) \right], \quad (34)$$

egyenlet érvényes [56], mely az exponenciális függvény tulajdonságai miatt kis ferdeségek esetén visszaadja a (33) összefüggést, ekkor $A_d \equiv a$.

Számos esetben azonban a ferdeséget a

$$\Sigma(D) = \frac{\frac{1}{D} \int_0^D dt \langle V(t|D) \rangle (t - \bar{t})^3}{\left[\frac{1}{D} \int_0^D dt \langle V(t|D) \rangle (t - \bar{t})^2 \right]^{3/2}} \quad (35)$$

összefüggés segítségével határozzák meg [54], ahol $\Sigma(D)$ a D időtartamú lavinák átlagos alakjának ($\langle V(t|D) \rangle$) ferdesége és $\bar{t} = \frac{1}{D} \int_0^D dt \langle V(t|D) \rangle t$. Az "a" paraméterhez hasonlóan a ferdeség irányát Σ előjele, nagyságát Σ abszolút értéke adja meg.

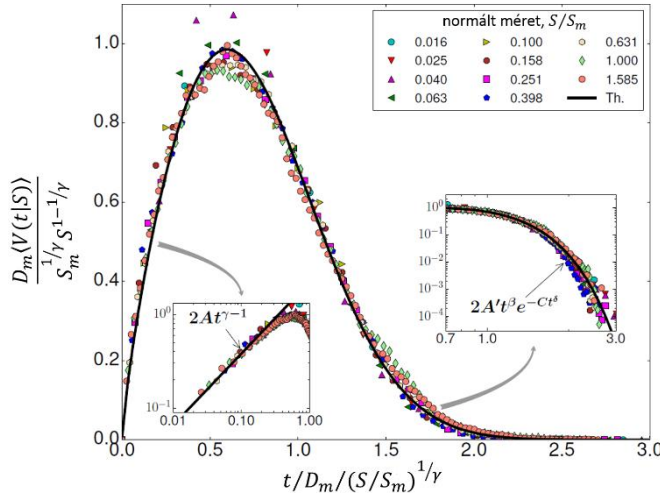
A rögzített lavina időtartamokra vonatkozó átlagos lavinaalakok mellett érdemes még meghatározni az átlagos alakot a rögzített méretű lavinákra (16. ábra). Ennek akkor van nagy előnye a rögzített időtartamra vonatkozó lavinaalakokkal szemben, ha a lavinák hosszan lecsengő farkok résszel rendelkeznek és így a végüket (és ezáltal az időtartamukat) nehéz meghatározni. A rögzített lavinaméretre vett átlagos lavinaalak a következőképpen adódik [56, 57]:

$$\langle V(t|S) \rangle = \frac{S}{D_m} \left(\frac{S}{S_m} \right)^{-1/\gamma} f \left(\frac{t}{D_m} \left(\frac{S_m}{S} \right)^{1/\gamma} \right) \quad (36)$$

A fenti egyenletben S_m és D_m skálaparaméterek, $f(t)$ a lavinaalakot megadó univerzális skálafüggvény, melyre igaz hogy $\int_0^\infty f(t)dt = 1$. Átlagtér modellben $f(t)$ független S/S_m -től: $f(t) = 2te^{-t^2}$ [57]. $f(t)$ pontos alakja ettől jóval összetettebb, de a $t \rightarrow 0$ és $t \rightarrow \infty$ határesetekre egyszerűbben kifejezhető, mely egyenletekben az A, A', β, C és δ paraméterek a Barkhausen-zaj elméleti leírásában használt paraméterek [57]:

$$f(t) \cong_{t \rightarrow 0} 2At^{\gamma-1} \quad (37a)$$

$$f(t) \cong_{t \rightarrow \infty} 2A't^\beta e^{-Ct^\delta} \quad (37b)$$



16. ábra. Különböző méretű lavinákra számolt átlagos lavinaalakok összekálázódása. A pontok jól illeszkednek az elméletileg meghatározott átlagos lavinaalakokra. Ábra forrása: [57]

Az S_m és D_m skálaparaméterek arra szolgálnak, hogy a lavina méret és időtartam átskálázható legyen dimenzió nélküli mennyiségekké, hogy a kísérleti adatokat össze lehessen hasonlítani az elméleti becslésekkel. S_m a kísérleti adatokból viszonylag egyszerűen meghatározható:

$$S_m = \frac{\langle S^2 \rangle}{2\langle S \rangle}, \quad (38)$$

ahol $\langle \dots \rangle_S$ és S^2 várható értékét jelöli, melyeket a valószínűségi sűrűségfüggvények alapján határozhatunk meg [57]. D_m meghatározásához figyelembe kell venni, hogy a mintában jelen vannak-e örvényáramok. Ha az örvényáramok elhanyagolhatóak, akkor D_m a kísérletileg meghatározott $\langle V(t|S) \rangle$ átlagos lavinaalakból kifejezhető. Örvényáramok jelenlétében azonban egy adott lavinaméret esetén a

$$\frac{\langle D \rangle_S}{D_m} = \sqrt[r]{\pi \frac{S}{S_m}} \quad (39)$$

összefüggés alapján határozható meg a D_m paraméter, melyben $\langle D \rangle_S$ az S méretű lavinák átlagos időtartama.

Fontos megjegyezni, hogy a kísérletileg meghatározott átlagos lavinaalak csak akkor fog illeszkedni az elméleti görbével, ha csak elhanyagolható örvényáramok keletkeznek a mintában. Az örvényáramok ugyanis torzítják a jelalakot, (nagyobb) baloldali aszimmetriát okozva.

Univerzalitási osztályokat mágneses zajok esetén is lehet definiálni az energia, terület, időtartam exponensek értékei alapján [49, 58, 59]. Továbbá a γ paraméter, és ezáltal a csúcsalakokat leíró univerzális skálafüggvények is különbözőek lesznek az egyes univerzalitási osztályokban [51, 58]. [51]-ben megmutatták, hogy γ értéke függ a doménfalak mozgásegyenletét megadó függvény r (a közleményben α) paraméterétől, amely a rugalmas kölcsönhatások hatótávolságát adja meg. Ha $r \leq 1$, a rugalmas kölcsönhatások végtelen hatótávolságúak (átlagtér modell), $r = 2$ esetben pedig hosszútávú kölcsönhatások vannak jelen. $r \geq 3$ a rövidtávú kölcsönhatásokhoz tartozik, illetve az $r \rightarrow \infty$ határesetben a rugalmas kölcsönhatás teljesen lokális. Barkhausen-zaj esetén tehát az univerzalitási osztályokba történő besorolás alapja a rugalmas kölcsönhatás hatótávolsága.

Az átlagtér modellből, valamint a rövid- és a hosszútávú kölcsönhatásokra elméleti úton meghatározott α_S , α_D illetve γ értékeket a 2. táblázat tartalmazza.

Univerzalitási osztály	α_S^{ME}	α_D^{ME}	γ	Hivatkozás
Átlagtér modell ($r \leq 1$)	1.5	2.0	2.0 2.0	[49] [51]
Hosszútávú kölcsönhatások ($r = 2$)	1.50	2.0	2.0 1.79	[49, 60] [51]
Rövidtávú kölcsönhatások ($r \geq 3$)	1.27	1.50	1.77 1.56	[49, 60] [51]

2. táblázat. Elméleti becslések α_S^{ME} , α_D^{ME} és γ értékeire mágneses emisszió esetén.

IV.2.4.4. Időbeli korrelációk

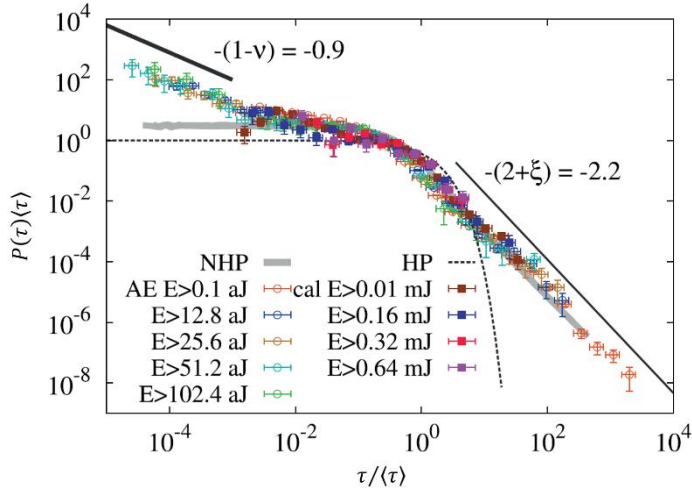
A felvett jelek időbeli korrelációjának vizsgálata fontos dolgokat mutathat meg a zajos jellegű átalakulásokról, például hogy a detektált események egymástól függetlenek-e vagy nem. Az időbeli korrelációt több módon is lehet vizsgálni. Az első eljárásban meghatározzuk az események közötti várakozási idők valószínűségi sűrűségfüggvényét, melyet egy univerzális skálafüggvénnyel írhatunk le [9, 61-63]:

$$P(\tau) = \frac{1}{\langle \tau \rangle} \Psi\left(\frac{\tau}{\langle \tau \rangle}\right), \quad (40)$$

melyben $\tau = t_{i+1} - t_i$ az $i + 1$ -edik és az i -edik esemény közötti várakozási idő, $\langle \tau \rangle$ az átlagos várakozási idő, Ψ pedig univerzális függvénye az argumentumának. Független események várakozási időinek eloszlása esetén Ψ egy Poisson függvénnyel írható le, így a várakozási idők valószínűségi sűrűségfüggvénye a

$$P(\tau) = \lambda \exp(-\lambda \tau) \quad (41)$$

alakot veszi fel, ahol $\lambda = 1/\langle\tau\rangle$, a Poisson ráta. [9]-ben megmutatták, hogy ha Ψ eltér a független eseményekre jellemző exponenciális függvénytől, akkor a kis és a nagy várakozási idő tartományban is egy-egy hatványfüggvénnyel írható le (17. ábra).



17. ábra. Várakozási idők normált valószínűségi sűrűségfüggvénye. A különböző szimbólumok a különböző kísérletekből számolt adatokat mutatják. A szaggatott vonal (HP) az elméleti, homogén aktivitással rendelkező zaj várakozási idő eloszlását mutatja, míg a szürke vonal (NHP) a nem homogén, több Gauss függvénnyel jellemezhető zaj várakozási idő eloszlását. [9]

Kis időtartamok esetén a hatványfüggvény $-(1-\nu)$ kitevővel rendelkezik, és Omori törvényének [64] a következménye. A földrengéseknél jelentkező utó rengésekhez hasonlóan, itt is lehetséges az, hogy egy nagyobb esemény több kis eseményt vált ki maga után. A Poisson függvénytől a nagy várakozási idők tartományában akkor figyelhetünk meg eltérést, ha a zajaktivitást nem tudjuk egyetlen Gauss-függvénnyel illeszteni [9]. Ekkor a nagy várakozási idők valószínűségi sűrűségfüggvénye egy $-(2+\xi)$ kitevőjű hatványfüggvény. Az előbb említett ν és ξ pozitív számok.

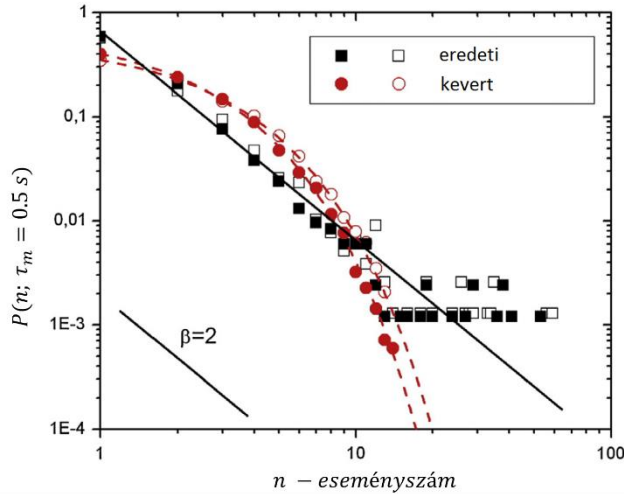
Egy másik lehetséges módja az időbeli korrelációk tanulmányozásának, ha a jelsorozatot zajcsomagokra osztjuk, és az egyes csomagokba tartozó események számát vizsgáljuk [39, 65]. Mindaddig ugyanabba a csomagba tartoznak az események, amíg az egyes jelek közötti várakozási idő meg nem halad egy általunk definiált maximális τ_m értéket. Ha a várakozási idő

meghaladja a maximális értéket, akkor egy új csomag kezdődik. τ_m értékét úgy kell megválasztani, hogy legalább két nagyságrenddel legyen nagyobb, mint az átlagos várakozási idő. Ezután meghatározzuk, hogy az egyes csomagok hány eseményből állnak. Független, azaz egymást véletlenszerűen követő eseményekre az eseményszámok valószínűségi sűrűségfüggvényét a

$$P_{\text{független}}(n; \tau_m) = a^{n-1}(1 - a) \quad (42)$$

egyenlet adja meg, ahol

$$a(\tau_m) = \int_0^{\tau_m} P(\tau) d\tau. \quad (43)$$

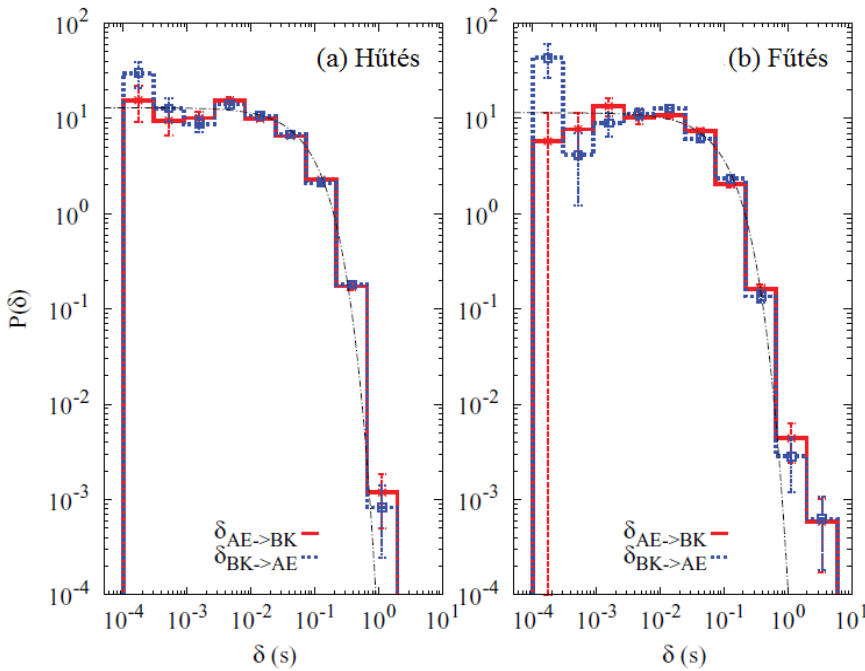


18. ábra. Zajcsomag eseményszámok eloszlása. A négyzetek a [39]-ben mért eredeti adatokra, míg a körök a mesterségesen összekevert adatokra vonatkozik. Az összekevert adatok eloszlása megfelel a független eseményekre jellemző Poisson eloszlásnak, míg a nem független eredeti adatokat $\beta=2$ kitevőjű hatványfüggvény jellemzi. (Kép forrása:[39].)

(43) alapján tehát $a(\tau_m)$ a τ_m -nél kisebb várakozási idő előfordulásának valószínűsége, ezért a^{n-1} annak a valószínűsége, hogy $n - 1$ esemény követi az első eseményt τ_m -nél kisebb várakozási idővel, $1 - a$ pedig a τ_m -nél nagyobb várakozási idő előfordulásának valószínűsége. Egy n eseményből álló zajcsomag $n - 1$ olyan eseményből áll, melyek τ_m -nél kisebb várakozási idővel követik egymást, valamint egy olyan eseményből,

mely a határértéknél nagyobb várakozási idővel követte az előtte lévő, így egy n eseményt tartalmazó csomag valószínűsége valóban a (42) összefüggéssel adható meg. Ha a kísérletileg meghatározott $P(n; \tau_m)$ görbe eltér a független eseményekre jellemző $P_{\text{független}}(n; \tau_m)$ görbétől, például hatványfüggvény írja le (18. ábra), mint az előző esetben, akkor a mérés során detektált események nem függetlenek egymástól.

Az előzőekben valamilyen, mágneses vagy akusztikus zajmérés során az egyes jelek közötti időbeli korrelációt vizsgáltuk. Fontos kérdés azonban az is, hogy a szimultán mért zajok között van-e valamilyen korreláció [19]. Ezáltal tanulmányozhatjuk a zajemittálás természetét - például mágneses és akusztikus emisszió szimultán mérésével - hogy melyik folyamat megy végbe először.



19. ábra. $P(\delta_{\text{ME} \rightarrow \text{AE}})$ és $P(\delta_{\text{AE} \rightarrow \text{ME}})$ eloszlások At/Mt átalakulásra hűtésben (a) és fűtésben (b). Korrelálatlan események esetén a két eloszlás fedi egymást, és Poisson függvénnyel illeszthető. Ahol eltérés van, ott a jelek adott sorrendben emittálódnak. ($\text{BK} \equiv \text{ME}$) [19]

Legyen $\delta_{\text{ME} \rightarrow \text{AE}}$ az az időkülönbség, ami egy mágneses jel és az utána következő akusztikus esemény detektálása között telik el, valamint $\delta_{\text{AE} \rightarrow \text{ME}}$

az az időzés, ami egy akusztikus esemény, és az azt követő első mágneses jel detektálása között lép fel. Az előbbi időkülönbségek valószínűségi sűrűségfüggvényeit ($P(\delta_{ME \rightarrow AE})$ valamint $P(\delta_{AE \rightarrow ME})$) közös grafikonon ábrázolva (19. ábra) független események esetén azt az eredményt kapjuk, hogy a két görbe egymásra illeszkedik, és az előbbiekhöz hasonlóan, Poisson függvényrel jellemezhető. Ha azonban a két görbe különbözik egymástól, időbeli egymásutániségra következtethetünk.

V. Kísérletek és Adatfeldolgozás

V.1. Vizsgált minták

Az itt bemutatott eredmények mindegyike egykristály Ni_2MnGa alakemlékező ötvözeteken született, melyeket a finnországi AdaptaMat cégtől vásároltunk. A minták átalakulási hőmérséklete $50\text{ }^\circ\text{C}$ körül van. A Ni_2MnGa ferromágneses ausztenit és martenzit fázisban egyaránt, az ausztenit Curie-hőmérséklete $98\text{ }^\circ\text{C}$.

A minták mindegyike $1 \times 2.5 \times 20\text{ mm}^3$ méretű, melyekben a minta oldalai párhuzamosak az ausztenit fázis (100) kristálytani síkjával. A különböző vizsgálatokhoz különböző méretű mintákat használtam: a mágneses emissziós mérésekhez, valamint az akusztikus mérések egy részéhez egészben használtam a mintát, viszont a többi akusztikus méréshez és a DSC vizsgálatokhoz körülbelül $1 \times 2.5 \times 4.5\text{ mm}^3$ méretű darabokat vágtam szikraforgácsoló segítségével.

A minták pontos összetétele: 50 at% Ni, 28.5 at% Mn, 21.5 at% Ga ($\pm 0.2\text{ at\%}$). Az ausztenit fázis (anyafázis) köbös szerkezetű. A martenzit fázis tetragonális, enyhe monoklin torzulással. 10M (vagy másképpen 5M) modulált martenzit struktúra, melyben $a = 0.5974\text{ nm}$, $b = 0.5947\text{ nm}$, $c = 0.5581\text{ nm}$, és az a és b oldalak által bezárt szög 90.36° [66]. Martenzit fázisba történő átalakulás során a habitussík mentén nagy mechanikai feszültségek jelennek meg a két fázis különböző rácsparaméterei miatt. Ez egy elasztikus energia többletet jelent, amelyet a rendszer nanoikrek létrehozásával próbál csökkenteni, és adaptív, modulált martenzit struktúra jön létre [67]. eltérő összetételű és kristályszerkezetű anyagok esetén különböző számú iker szükséges ahhoz, hogy a struktúra periodikus legyen, jelen esetben 10, ezért nevezzük 10M modulált martenzit struktúrának. A modulált martenzit struktúrájú anyagokat könnyen át lehet vinni monovariáns szerkezetbe egytengelyű húzófeszültség vagy mágneses tér alkalmazásával [66].

Az előzőekben részletezett Ni_2MnGa mintából három altípus állt rendelkezésünkre, melyek az ikerhatárok mozgásának megindításához szükséges mechanikai feszültség nagyságában különböznek:

A. "Kezeletlen" minta: alap minta, mely nem kapott semmilyen speciális kezelést. Többé-kevésbé véletlenszerűen kialakuló ikerhatárok, instabil viselkedés jellemzik. Az ikerhatárok mozgását kiváltó feszültség $0.5 - 0.7 \text{ MPa}$.

B. "Kezelt I": szemcseszórással stabilizált, melyben ún. I-es típusú ikerhatárok találhatóak. Stabil, szívós viselkedés, az ikerhatárok mozgását kiváltó feszültség: 1 MPa körül van.

C. "Kezelt II" könnyen mozgó, II-es típusú ikerhatárokat tartalmaz, melyet speciális lokális deformációkkal és mágneses tér alkalmazásával hoztak létre [66, 68]. Az ikerhatár mozgást kiváltó feszültség itt a legalacsonyabb, körülbelül 0.1 MPa .

V.2. Mintaelőkészítés

Az egykristály Ni_2MnGa minták használatra készen érkeztek, így nem igényeltek sok mintaelőkészítést. A megfelelő méretű minta levágását a DSC mérésekhez szikraforgácsolóval végeztem.

A levágott mintákat elektropolírozással foszforsavban políroztam, illetve a felületi durvaság hatásának vizsgálatához szikraforgácsolóval érdesítettem minden oldalát.

A legkomolyabb mintaelőkészítést a mágneses emissziós mérések igényeltek. Ezeknél a méréseknél ugyan nem volt szükség darabolásra, de a detektortekercs elkészítése a minta köré sok odafigyelést igényelt. A tekercs szorosan a minta köré tekercseltem, 0.05 mm átmérőjű réz zománchuzalból. Így minden minta vizsgálatához külön tekercset kellett készíteni.

V.3. Kalorimetria

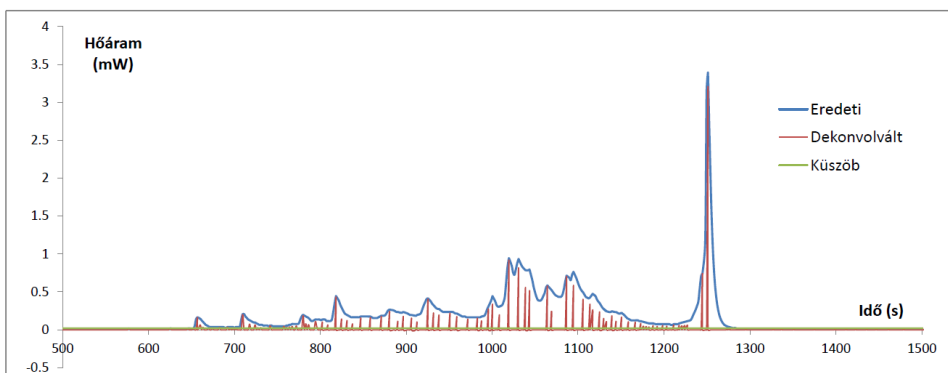
A kalorimetriai vizsgálatokat egy Perkin-Elmer DSC7 típusú differenciális pásztázó kaloriméteren, valamint egy ugyanilyen kaloriméterhez való mérőfejen alapuló rendszeren végeztem. Az utóbbihoz a modern vezérlőelektronikát, melyet az intézet belső hálózatán keresztül távolról is lehet működtetni, az MRG-Infó Bt. készítette.



20. ábra. A mérésekhez használt kaloriméter és az időállandó megállapításához összeállított kísérleti elrendezés.

Ahogy azt a termikus emissziós vizsgálatoknál említettem, a DSC-vel mért spektrumban még lassú fűtési/hűtési sebességek esetén is a csúcsoknak egy gyorsan növekvő felfutó éle, és egy hosszan, exponenciálisan lecsengő vége van, mely gyakran átlapol a következő csúccsal. Az átlapolást korrigálni kell annak érdekében, hogy helyes eredményeket kapjunk. A korrekcióhoz szükséges ismerni az exponenciális lecsengés időállandóját. Ennek megállapításához izotermikus üzemmódban használva a kalorimétert, a mintát helyettesítettük egy hasonló méretű befeketített kalibrációs mintával, melyet kívülről lézerfényvel világítottam meg, a 20. ábrán látható módon. A lézerimpulzus hatására a DSC görbe exponenciálisan változott, majd beállt egy adott értékre. A megvilágítás megszüntetésekor hasonlóan viselkedve beállt az eredeti szintre a teljesítmény. Ebből a válaszból meghatároztam az időállandót, mely 6 s-nak adódott.

A rögzített DSC görbék analízise számítógépes program segítségével történt. A program első lépésként levonja az alapvonalat a mért spektrumból, majd a hőmérséklet tengelyt átranzformálja időtengellyé a fűtési/hűtési sebesség felhasználásával. Ezután a csúcsok beazonosítása következik. Minden olyan pontot az adathalmazban, amit lokális maximumként érzékel a program, csúcsként dolgoz fel. Ezután a lecsengések korrekciója következik. A program meghatározza, hogy a legelső csúcs lecsengése mennyivel növeli meg az utána következő csúcsokat, majd levonja a kapott értékeket a csúcsokból. Ezután következik a második csúcs járulékaiknak levonása a második csúcs utáni adatokból, egészen az utolsó csúcsig. A korrigált csúcsokból csak egy adott küszöbértéknél nagyobb csúcsokat tartja meg. Ez a küszöbszint a DSC alapvonalának zajával egyezik meg. Az eredeti és a dekonvolvált DSC görbe a 21. ábrán látható.



21. ábra. Egy eredeti DSC görbe és a dekonvolúció eredménye.

Annak érdekében, hogy a statisztikai analízishez elegendő darabszámú esemény gyűljön össze, a méréseket többször is elvégeztem. A csúcsmagysággal arányos energiák valószínűségi sűrűségfüggvényeit logaritmikus dobozolásal készítettem, melyre log-log skálán történő egyenes illesztéssel határoztam meg a kritikus exponens értékét. A többszöri mérés ellenére is viszonylag kevés számú adat és a lecsengések levonásának bizonytalansága miatt a három mérési módszer (TE, AE, ME) közül ez a legkevésbé pontos, ahogy azt az exponensek hibái is a későbbiekben jelezni fogják.

V.4. Akusztikus emisszió

Az akusztikus méréseket a Geréb és Társa Kft által fejlesztett és gyártott Sensophone AED-404 típusú akusztikus-emissziós diagnosztikai berendezés segítségével végeztem. A műszer több csatorna jelét fogadja, szűri és dolgozza fel, majd USB kábelén keresztül továbbítja a mérést vezérlő számítógépnek.

Az akusztikus jelek detektálása piezoelektromos mikrofonok segítségével történt (MICRO-80, illetve MICRO-100s, gyártó: Physical Acoustics Corporation). A mikrofon a minta felületéhez hegyes, acél hullámvezetőn keresztül csatlakozott a szimultán DSC +AE és a szimultán AE+ME (lásd később) mérések esetén is. Általában a mikrofont közvetlenül a minta felületéhez helyezik, hullámvezető használata nélkül, de jelen esetben a hullámvezetőre több ok miatt is szükség volt. Amellett, hogy a mikrofon számára nem volt elég hely, a vékony, hegyes hullámvezető használata azért is volt előnyös, mert így szimultán AE és DSC méréseket tudtunk végezni, ugyanis így a nagy hőkapacitású mikrofon el volt szeparálva a mintától, így csak csekély mértékben befolyásolta a DSC mérést. A hullámvezető alkalmazása emellett megvédi a mikrofont a szélsőségesen változó hőmérséklettől is.

A mikrofonhoz közvetlenül csatlakozik egy 30 dB-es előerősítő, valamint a készülékben egy maximum 100 dB-es főerősítő, melynek üzemi frekvencia tartománya 30 kHz – 1 MHz. A műszer ADC mintavételi sebessége 16 MHz. A méréseknél használt szoftveres sávszűrő a főerősítő frekvencia átviteléhez lett igazítva.

A készülék a mikrofonok jelét automatikusan feldolgozza, számítógépen a mérési fájlokban már csak az egyes akusztikus események legfontosabb paramétereit tárolja, a nyers jelet nem. A készülék által meghatározott és tárolt legfontosabb adatok a következők: észlelési idő, csatorna száma, amplitúdó, energia, időtartam, oszcillációs szám. Sajnálatos módon a készülék a csúcs energiáját nem a korábban ismertetett módon, a teljes jel

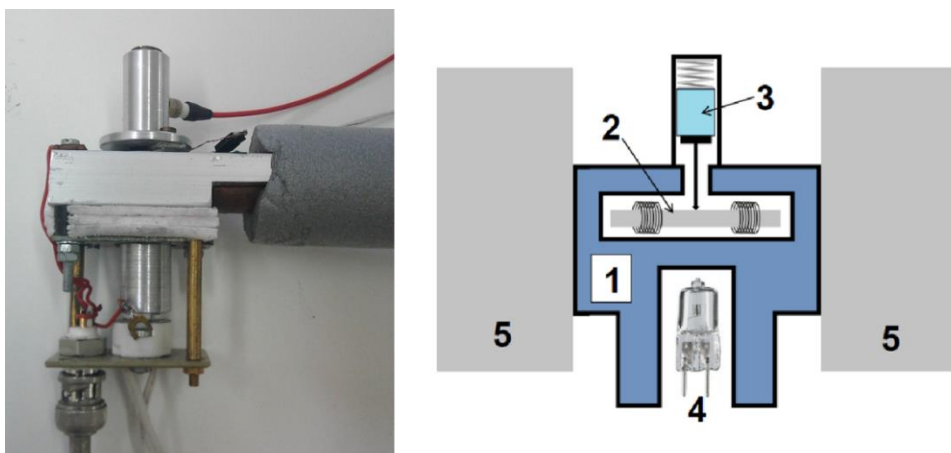
négyzetes integráljával számolja, hanem csak az amplitúdó négyzetét veszi, így a csúcsergiát az amplitúdó a küszöbszint és az oszcillációs szám segítségével kell megbecsülni. Exponenciális burkológörbét feltételezve, valamint hogy az utolsó oszcilláció nagysága közel van a küszöbszinthez, meghatározzuk az egyes oszcillációk nagyságát, melyek négyzeteit összegezzük.

Mivel a műszer már elvégzi a csúcsparaméterek meghatározását a nyers jelből, így már csak a különböző statisztikai paraméterek kiszámítását kell elvégezni, melyhez számítógépes programot írtam. A program a begyűjtött adatokat az észlelési idő valamint a mért periódusok száma alapján szétválogatja hűtés és fűtés szerint, és a hűtésben illetve fűtésben mért adatokat külön dolgozza fel. Lehetőség van az aktivitások (beütés/sec) meghatározására. Szükség van az adatok szűrésére, melynek során kiszűrjük a $4.2\ \mu\text{s}$ -nál rövidebb jeleket. Ennek oka, hogy ezek az események – az időtartamukat tekintve – elkülönülnek a többi eseménytől. Mivel fizikailag ezt semmi sem indokolja, feltételezhetően ezek a háttérzajból származnak. A program a kimentő fájlba a szűrés előtti és utáni eseményszámokat, az összenergiát külön hűtésre és fűtésre, melyek a kritikus exponensek mellett szintén fontos paraméterek lehetnek az aszimmetria tanulmányozása során. A program elvégzi a valószínűségi sűrűségfüggvények elkészítését és a görbeillesztést a legkisebb négyzetes módszer segítségével. Ezen kívül a kritikus exponens kiszámítását ML módszerrel is elvégzi.

V.5. Mágneses mérések

A mágneses emisszió méréséhez speciális eszközt készítettem, melynek a következő szempontoknak kellett megfelelnie: a minta hőmérsékletét széles tartományban lehessen változtatni ($-50\ ^\circ\text{C}$ és $100\ ^\circ\text{C}$ között, hogy más alakemlékező ötvözeteket is lehessen tanulmányozni), be lehessen helyezni egy elektromágnes pólusai közé a martenzites átalakulás mágneses tértől való függésének vizsgálata céljából, és szimultán AE és ME méréseket lehessen végezni.

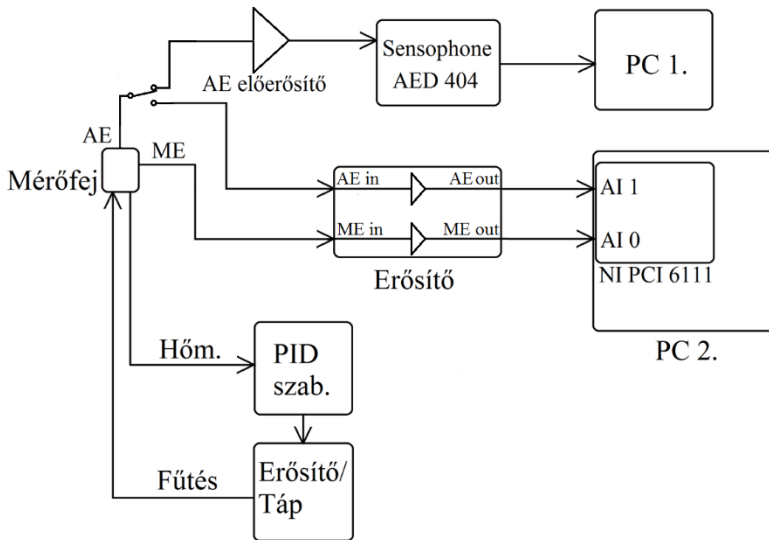
Az elkészült mérőfejet a 22. ábra, a mérés blokkdiagramját pedig a 23. ábra szemlélteti. Az eszköz alapja egy alumínium blokk, melynek közepén található a minta. Az alumínium tömb a megfelelő hőelosztást biztosítja, és szilárd alapot ad az eszköznek.



22. ábra. A mágneses és akusztikus emisszió szimultán méréséhez épített mérőfej fényképe (oldalról) és vázlata (szemből). 1: Al tömb, 2: minta a köré tekert detektortekercsrel, 3: piezo mikrofon, 4: halogén lámpa, 5: az elektromágnes pólusai.

A minta fűtését egy 150 W teljesítményű halogén izzó biztosítja, melyet egy vezérelhető teljesítményű alacsony zajú tápegység hajt meg. A hőelvonást magasabb hőmérsékleteken ($> 35\text{ }^{\circ}\text{C}$) a környezettel történő hőcsere biztosítja, míg alacsony hőmérsékletű mérések esetére lehetőség van egy folyékony nitrogénbe merülő vörösréz hidegúj alkalmazására is. Szobahőmérsékletnél alacsonyabb mérési hőmérsékletek esetén az eszközt védeni kell a páralecsapódástól, erre a célra egy polisztirol habból készült védődoboz szolgál, mely egyben a hőszigetelést is biztosítja. Becslés alapján mérés közben a mintakamra legtávolabbi pontjai között fennálló hőmérséklet-különbség nem volt nagyobb, mint $1\text{ }^{\circ}\text{C}$. A mintát az eszközön belül vízszintes síkban tetszőleges szögben el lehet forgatni, hogy mágneses tér alkalmazása esetén a vizsgált paramétereknek a mágneses tér irányától való függését is lehessen tanulmányozni. A hőmérsékletet rez-konstantán termopárral mértem, melyhez hidegpontként olvadó jég-víz keveréket használtam. A minta hőmérsékletét egy PID (proportional-integral-derivative) szabályzó kontrollálta oly módon, hogy az időben

lineárisan növekedjen, illetve csökkenjen a Mt_f és az At_f között. A PID szabályzó szerepét kezdetben egy HAGA KD-481DD szabályzó töltötte be, melyet később felváltott egy Agilent 34970A műszeren alapuló rendszer, mellyel alacsonyabb hűtési/fűtési sebességeket ($0.06\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$) lehetett elérni a korábbi legkisebb $2\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ helyett.



23. ábra. A mágneses és akusztikus emisszió mérésére összeállított rendszer vázlata.

A mágneses jeleket a minta köré tekercselt detektortekercssel detektáltam. A tekercs 0.05 mm átmérőjű réz zománchuzalból készült és két szimmetrikus, egyenként 200 menetes részre volt osztva. A két tekercsrész tekercselési iránya ellentétes, hogy a közös modulusú külső zajok járuléka minimális legyen. A detektortekercs jeleit egy házi készítésű erősítővel erősítettük, melynek 60 dB -es erősítés mellett jó frekvencia átvitele van a $0 - 200\text{ kHz}$ -es tartományban. Az erősített jelet egy National Instruments PCI-6111 típusú multifunkciós adatgyűjtő kártyával rögzítettük a számítógép merevlemezére, 5 MHz mintavételi sebességgel. A nagy mintavételi sebesség és a kicsi hűtési/fűtési sebesség hátránya, hogy egy-egy mérés során több gigabájtnyi adat kerül rögzítésre, melyek tárolása egy idő után nehezen megoldható. Ezért a LabView adatgyűjtő program úgy lett megírva, hogy lehetőség legyen tömörített formában rögzíteni az

adatokat. A tömörített forma itt azt jelenti, hogy csak akkor kerül rögzítésre a jel, ha a jel abszolút értéke meghalad egy előre rögzített küszöb feszültséget, melyet mindig a mérés megkezdése előtt az alapvonal zajszintje alapján határozzunk meg.

A mérőegységre opcionálisan felszerelhető egy akusztikus szenzor is (MICRO-80 típusú piezoelektromos mikrofon), mely a korábban említett módon, acél hullámvezetőn keresztül csatlakozik a minta felületéhez. A mikrofon jelét két módon lehet mérni és feldolgozni: a Sensophone AED-404 akusztikus emissziós diagnosztikai berendezéssel, vagy szimultán AE-ME mérések esetén az NI PCI-6111 mérőkártyát használtam két csatornás üzemmódban.

Barkhausen-zaj mérésekhez a [38]-ban bemutatott rendszerhez hasonló összeállítást használtam, kiegészítve a hőmérséklet változtatásának lehetőségével. A gerjesztést biztosító szolenoid tekercsen belül található egy csökemence, melynek belsejében helyezkedik el a minta, amely vékony, szálszerű kialakítású, közepén egy 50 menetes detektortekercs található. A csökemence egy vákuumozható burkolatban, valamint a gerjesztő szolenoid folyékony nitrogénbe merül, ezzel biztosítjuk a hűtést.

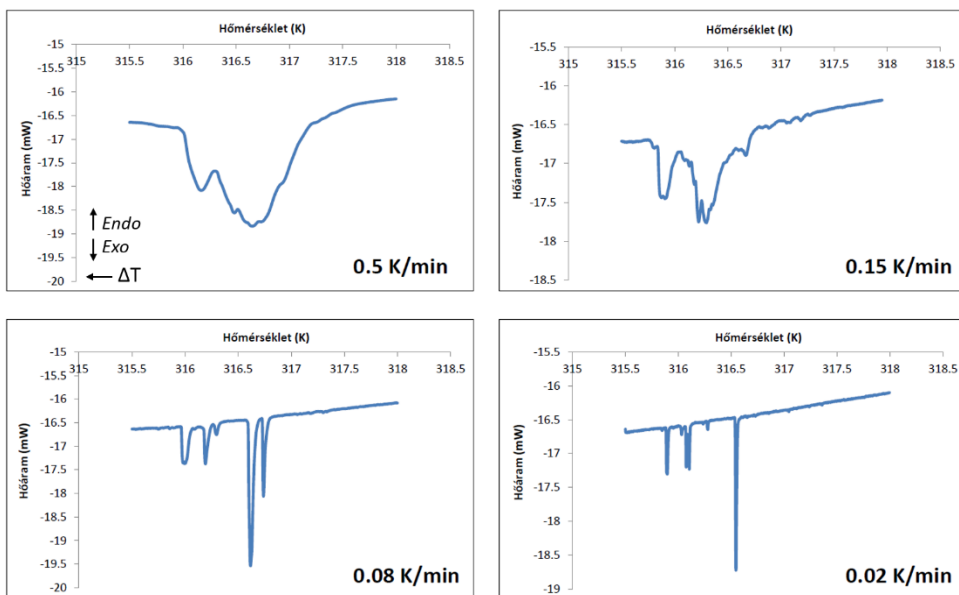
A mérőkártya által rögzített akusztikus és mágneses adatok feldolgozásához számítógépes programot írtam (egy korábbi doktori értekezéshez [38] használt program mintájára és a [42]-ben leírt függvények felhasználásával). A program a következő műveleteket hajtja végre: adathalmaz szétválasztása hűtési és fűtési félperiódusokra, szűrés, lavinák azonosítása, amplitúdók, energiák, stb. meghatározása, valószínűségi sűrűségfüggvények elkészítése, görbeillesztés, kritikus exponens meghatározása ML módszerrel, átlagos lavinaalak és a lavinaalak ferdeségének meghatározása, időbeli korrelációk számítása. A program egy Windows batch file segítségével futtatható, melyben lehetőség van az előbbi funkciókat végrehajtó függvények együttes vagy külön-külön történő futtatására.

VI. Eredmények

VI.1. Termikus és akusztikus emisszió vizsgálata egykristály Ni_2MnGa ausztenit-martenzit átalakulása során

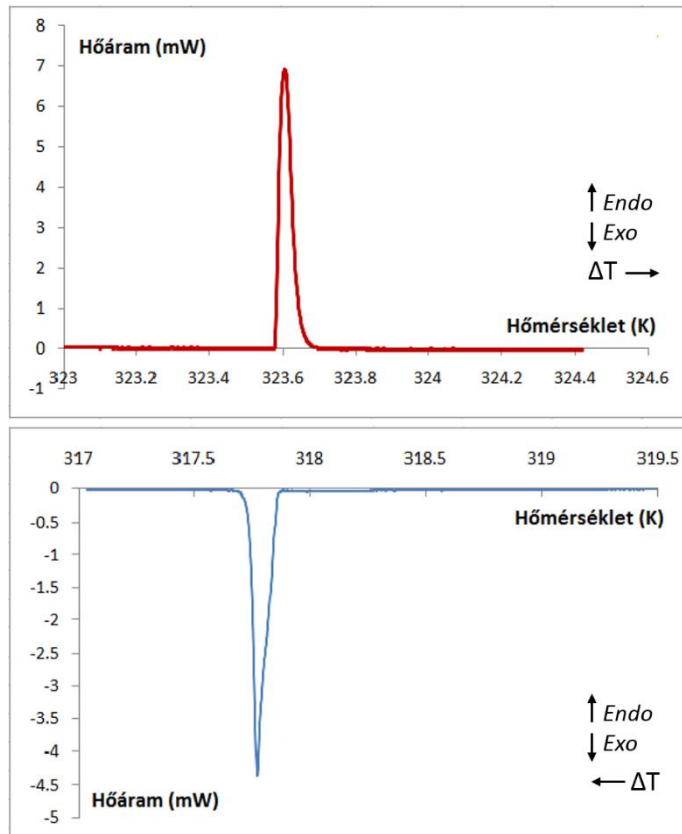
VI.1.1. Termikus emissziós mérések

Ahogy azt a különféle zajok leírásánál olvashattuk, DSC méréssel igen körülményes az At/Mt átalakulások szakaszos jellegét kimutatni és tanulmányozni. Ehhez elsőként a hűtési/fűtési sebesség DSC görbék alakjára gyakorolt hatását vizsgáltam [34]. Az eredményt, azaz a görbe jellegét a hűtési sebesség függvényében a 24. ábra mutatja, melyet a "Kezelt I" mintán mértem érdesítés nélkül, hűtésben (At→Mt). A minta tömege 59 mg volt.

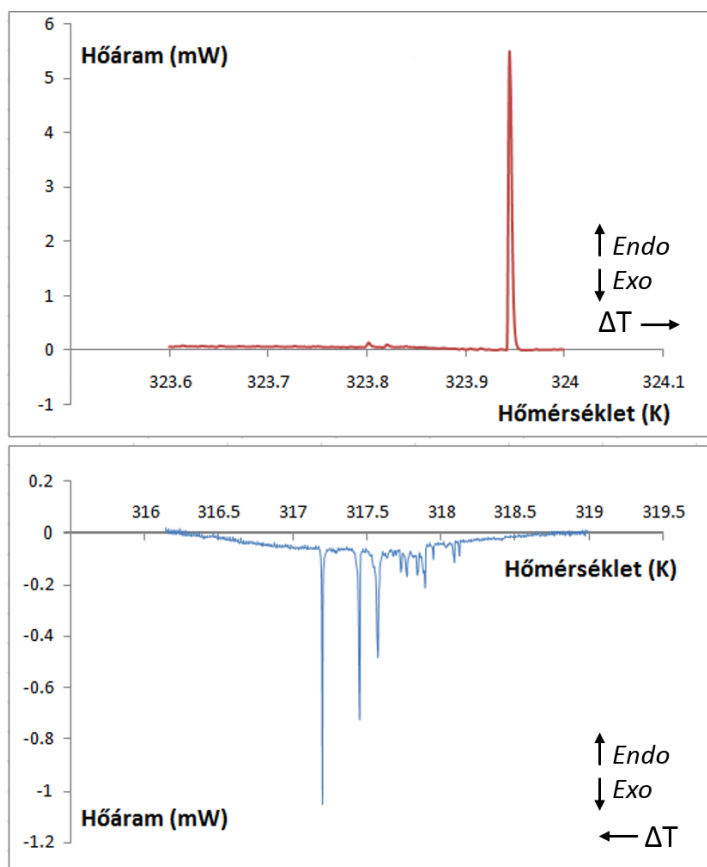


24. ábra. A hűtési sebesség hatása a DSC görbe jellegére. Eredeti, érdesítés nélküli 59 mg tömegű "Kezelt I" minta, hűtés közben. A nyilak az endoterm és az exoterm folyamatok, valamint a hőmérséklet-változás irányát jelölik.

A 24. ábrán megfigyelhető, hogy a hűtési sebesség csökkentésével a szokásos sebességeknél ($> 1 \text{ K/min}$) adódó integrált DSC görbe fokozatosan szakaszos jellegűvé válik. A sebesség csökkentése azonban nem minden esetben volt elég a szakaszos jelleg kimutatásához. A "Kezeletlen" minta esetén (akárcsak a "Kezelt II" mintánál) szükség volt a minta eredetileg polírozott felületének felérdesítésére. Érdesítés előtt, a polírozott "Kezeletlen" mintára vonatkozó görbék a 25. az érdesített mintán mért adatokat a 26. ábra mutatja.



25. ábra. Polírozott "Kezeletlen" minta DSC görbéi. Fűtési sebesség: 0.02 K/min , minta tömege: 49 mg . A nyilak az endoterm és az exoterm folyamatok, valamint a hőmérséklet-változás irányát jelölik.



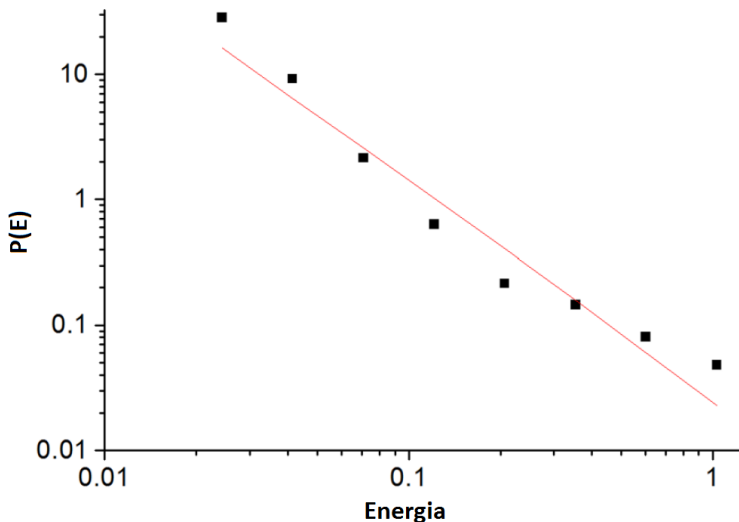
26. ábra. Szikraforgácsolással érdesített "Kezeletlen" minta. Fűtési sebesség: 0.02 K/min , minta tömege: 36 mg . A nyilak az endoterm és az exoterm folyamatok, valamint a hőmérséklet-változás irányát jelölik.

Az érdesítés hatása szembetűnő, ha összehasonlítjuk a 25. és a 26. ábrákat. Hűtésben az eredeti egy, éles csúcs felbomlott számos, különálló csúcsra. Fűtésben azonban még az érdesítés ellenére sem mutatkozott meg az At/Mt átalakulás szakaszos jellege. A mozgékony, II-es típusú ikerhatárokat tartalmazó "Kezelt II" mintára is ez a viselkedés a jellemző. Érdesítés nélkül csak a "Kezelt I" mintán lehetett termikus zajokat mérni, ami nem meglepő, ha belegondolunk abba, hogy ennek a mintának a felülete a szemcseszórás miatt eleve érdes volt bizonyos mértékben.

Az érdesítés hatását a DSC görbe jellegére a következő módon lehet értelmezni: az At/Mt átalakulások szakaszos jellege a habitussík különböző hibahelyeken történő megakadásának eredménye. A minta felületének

érdesítésével ezen helyek számát növeljük meg, ezáltal az átalakulás még jobban széttagolódik. Ha a habitussík az átalakulás során nehezebben mozog, akkor a disszipatív energiának is nőnie kell, mely a hiszterézis görbe által határolt területtel arányos. A 25. és 26. ábráról leolvasható ausztenit és martenzit start és finish hőmérsékletek ezt alátámasztják: az érdesítés hatására az ausztenit start és finish hőmérsékletek felfelé, míg a martenzit finish hőmérséklet pedig lefelé tolódott el, ami szélesebb hiszterézis görbét, és ezáltal nagyobb disszipált energiát eredményez.

A szeparált csúcsok statisztikus analízise megmutatta, hogy a csúcsenergia valószínűségi sűrűségfüggvényei a (15) szerinti hatványfüggvény eloszlást követik minden esetben. A 27. ábrán láthatunk egy példát, melyen az érdesített "Kezeletlen" mintához tartozó, logaritmikus dobozolóással készült valószínűségi sűrűségfüggvény látható. A viszonylag kevés esemény miatt a statisztika javítása érdekében minden minta esetén 40 hűtési ciklus adatait használtam fel a sűrűségfüggvény és a kritikus exponensek meghatározásához.



27. ábra. A "Kezeletlen" mintán hűtésben mért termikus emisszió csúcsenergia valószínűségi sűrűségfüggvénye. A piros vonal az eloszlásra illesztett hatványfüggvényt jelöli.

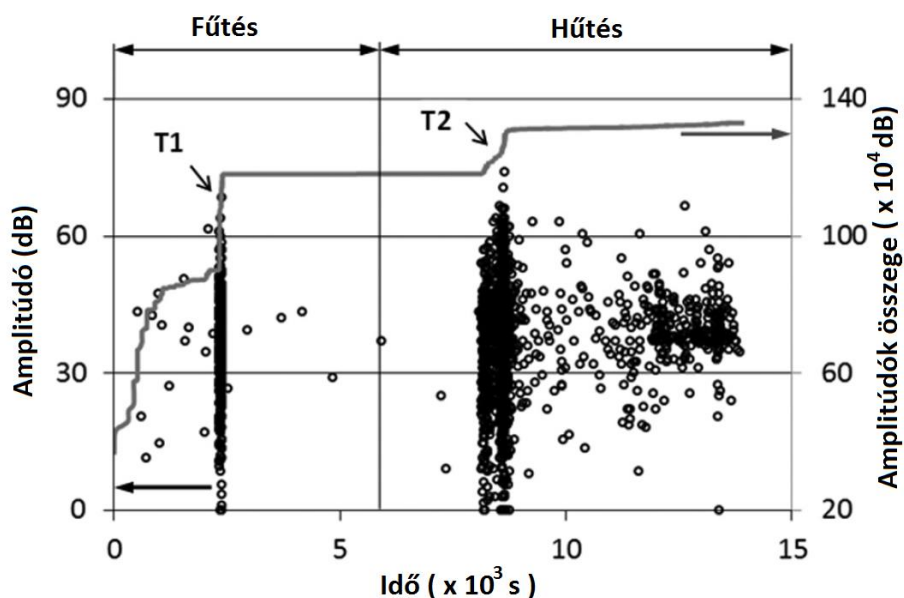
Az egyes termikus emissziós mérésekből számolt α_E^{TE} csúcsenergia hatványkitevőket a 3. táblázat tartalmazza. A feltüntetett adatok

mindegyike hűtésre vonatkozik, mivel fűtésben egy esetben sem lehetett elérni a DSC spektrum megfelelő felbomlását. Az eredeti "Kezeletlen" és "Kezelt II" minták esetén hűtésben is ugyanilyen okból kifolyólag hiányosak az adatok. Az exponensek hibáit az eloszlások és az eseményszámok alapján becsültem meg.

	Eredeti	Érdesített
Kezeletlen	–	1.7 ± 0.2
Kezelt I	1.8 ± 0.2	1.7 ± 0.2
Kezelt II	–	1.5 ± 0.2

3. táblázat. Energia hatványkitevők termikus emissziós mérésekből hűtés esetén (α_E^{TE}).

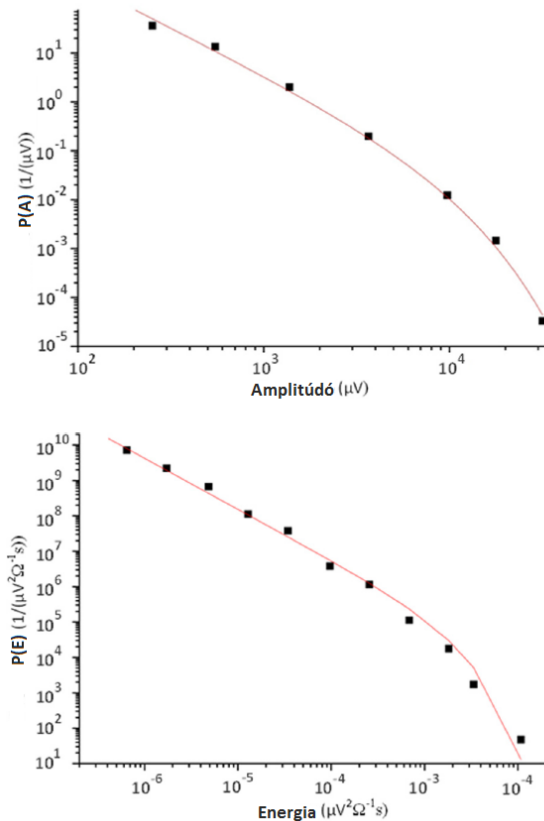
VI.1.2. Akusztikus emissziós mérések



28. ábra. Akusztikus aktivitás az idő függvényében egy teljes hűtési-fűtési ciklusra ("Kezelt I" minta, 0.1 K/min). A körök az egyes akusztikus eseményeket jelölik (a jobb láthatóság kedvéért minden 15. pont került ábrázolásra), a folytonos vonal az amplitúdók összegét mutatja. A T1 és T2 hőmérsékletek ko incidenciában vannak a DSC-ben megfigyelt aktivitásokkal.

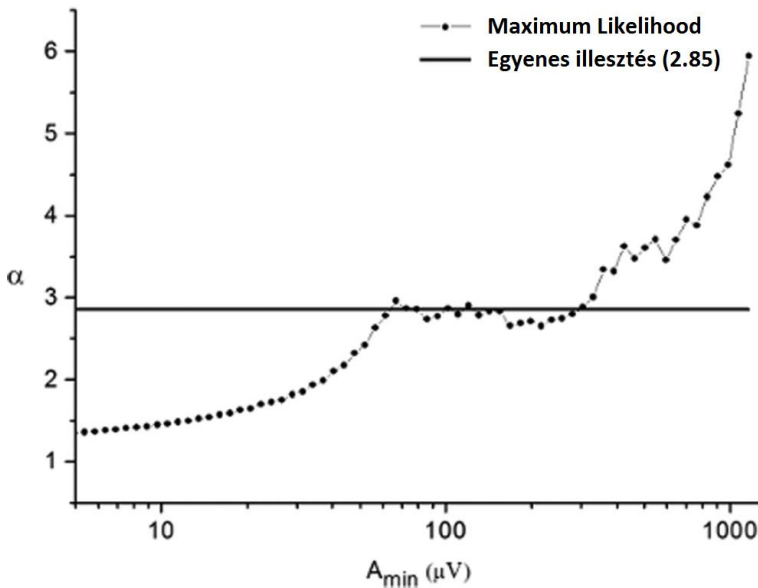
A DSC mérések mellett ugyanezek a minták akusztikus emissziót is mértünk 0.1 K/min sebességgel. A hűtést és a fűtést a DSC-vel valósítottuk meg, az akusztikus jeleket pedig a Sensophone AED-404 akusztikus emissziós diagnosztikai berendezéssel gyűjtöttük be és értékeltük ki.

Az akusztikus mérések [34] során mért aktivitásokra a 28. ábrán láthatunk egy példát. A grafikonon minden egyes pont egy-egy akusztikus eseményt jelöl, míg a folytonos vonal az amplitúdók összegét, integrálját jelöli az idő függvényében, egy teljes fűtési-hűtési periódusra.



29. ábra. Akusztikus események amplitúdó (felül) és energia (alul) valószínűségi sűrűségfüggvényei. A piros görbe az illesztett hatványfüggvényt jelöli.

Akusztikus emisszióval sokkal több eseményt tudunk detektálni, mint DSC-vel. A 28. ábrán ezért a jobb olvashatóság kedvéért csak minden 15. esemény van feltüntetve. Az integrált görbén található T1 és T2 hőmérsékleteken jelentkező ugrás egybeesik a szimultán mért DSC görbe csúcsaival. A DSC méréseknél tapasztalt megfigyelés, hogy hűtésben több csúcs jelenik meg, az akusztikus méréseknél is visszaköszön. Itt már a fűtésben detektált események is kiértékelhetők, hűtésben azonban még ennél is több jel adódik (a pontos számokat a 4. táblázat tartalmazza).



30. ábra. Az eredeti "Kezeletlen" mintán fűtésben mért akusztikus emisszió amplitúdó hatványkitevőjének becslése ML módszerrel. A plató értéke egyezik az egyenes illesztésből kapott értékkel.

Logaritmikus dobozolás után példaként az érdesített "Kezelt I" mintán hűtésben mért akusztikus események amplitúdóinak és energiáinak valószínűségi sűrűségfüggvényei a 29. ábrán láthatók. A pontok jól illeszkednek a (16)-os, exponenciális levágást is tartalmazó függvényhez. A kritikus exponenseket ML módszerrel is meghatároztam (30. ábra). Az így kapott értékek összhangban vannak a görbeillesztésből számolt hatványkitevő értékekkel.

A három típusú mintán végzett akusztikus mérésekből származó amplitúdó (α_A^{AE}) és energia (α_E^{AE}) exponenseket és a hozzájuk tartozó eseményszámokat (N) fűtésre és hűtésre a 4. illetve 5. táblázatok tartalmazzák.

		Eredeti		Érdesített	
		α_A^{AE}	N	α_A^{AE}	N
Hűtés	Kezeletlen	2.02 ± 0.04	18031	2.03 ± 0.04	25220
	Kezelt I	1.97 ± 0.04	11848	1.91 ± 0.04	24577
	Kezelt II	2.01 ± 0.04	19270	2.37 ± 0.04	25714
Fűtés	Kezeletlen	2.85 ± 0.04	7166	2.70 ± 0.04	21274
	Kezelt I	2.08 ± 0.04	3205	2.04 ± 0.04	25400
	Kezelt II	2.57 ± 0.04	9769	2.33 ± 0.04	27783

4. táblázat. Amplitúdó hatványkitevők (α_A^{AE}) és eseményszámok (N) akusztikus emissziós mérésekből a három különböző Ni_2MnGa mintára hűtés és fűtés esetén.

		Eredeti	Érdesített
		α_E^{AE}	α_E^{AE}
Hűtés	Kezeletlen	1.5 ± 0.1	1.5 ± 0.1
	Kezelt I	1.5 ± 0.1	1.5 ± 0.1
	Kezelt II	1.5 ± 0.1	1.7 ± 0.1
Fűtés	Kezeletlen	1.9 ± 0.1	1.8 ± 0.1
	Kezelt I	1.6 ± 0.1	1.5 ± 0.1
	Kezelt II	1.8 ± 0.1	1.7 ± 0.1

5. táblázat. Energia hatványkitevők (α_E^{AE}) akusztikus emissziós mérésekből a három különböző Ni_2MnGa mintára hűtés és fűtés esetén.

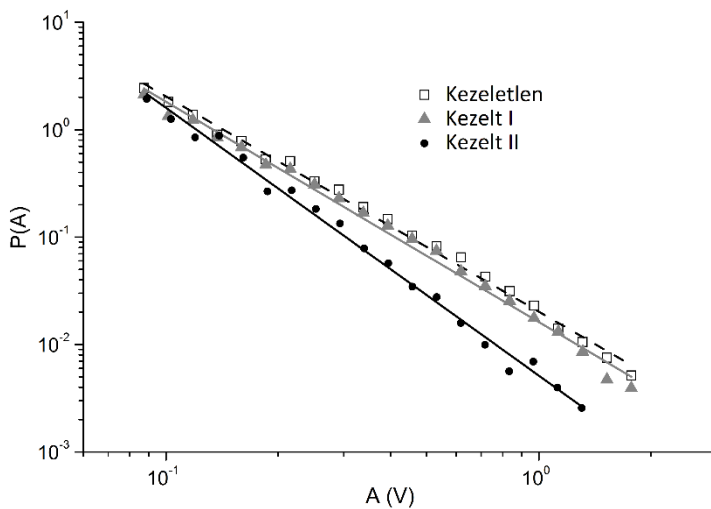
VI.1.3. Diskusszió és konklúziók

Megmutattam, hogy a minta felületi érdességét, a hűtési/fűtési sebességet megfelelően megválasztva az ausztenit-martenzit átalakulás szakaszos

jellege DSC-vel tanulmányozható: a szokásos egy csúcs felbontható sok különálló, statisztikai analízisre alkalmas eseménnyé.

A táblázatokban szereplő kritikus exponensek értékei alapján kijelenthetjük, hogy a minta felületének érdesítése a kitevőt nem befolyásolja. Az eseményszámokat viszont jelentősen növeli, ezáltal a statisztikai analízist nagymértékben javítja.

A három mintára kapott kitevő értékek azt mutatják, hogy a martenzit ikerhatárok mozgékonyasága nincs hatással az exponensek értékeire, különbséget csak deformáció indukálta martenzit ikerhatár mozgás közbeni mágneses emisszió mérésével kaptunk [69]. A mért adatok statisztikai analízisével megmutattam, hogy a különálló csúcsok energiáinak összege a könnyen mozgó, II-es típusú ikerhatárok jelenléte miatt a „Kezelt II” mintára egy nagyságrenddel kisebb, mint a másik kettőre. Érdekes megfigyelés, hogy ugyanerre a mintára az amplitúdó és energia exponensek nagyobbak, mint a másik kettőre, azaz a megfelelő eloszlások meredekebbek: $\alpha_A^{AE} = 2.83$, és $\alpha_E^{AE} = 1.83$ a „Kezelt II” mintára, valamint átlagosan $\alpha_A^{AE} = 2.24$, és $\alpha_E^{AE} = 1.58$ a másik kettőre (az amplitúdó eloszlások a 31. ábrán láthatók).



31. ábra. Deformáció indukálta ikerhatár mozgás közben detektált mágneses emisszió amplitúdó eloszlásai a három féle Ni_2MnGa mintára.

Egy adott mintán azonban a hűtésben és fűtésben kapott értékek hibahatáron túl különböznek. Ezt az aszimmetriát az akusztikus emisszió eseményszámai is tükrözik: magasabb exponens értékekhez alacsonyabb eseményszámok tartoznak. Az ilyen jellegű aszimmetriát [70] alapján pozitív aszimmetriának nevezzük. Hasonló aszimmetriát tapasztaltak [71]-ben is, ahol a hűtés során tapasztalt magasabb akusztikus aktivitást a martenzit variánsokban létrejött rugalmas feszültségek relaxációjának tulajdonították. A termikus mérések során is hasonló aszimmetria van jelen a csúcsok számában: míg érdesítéssel hűtésben statisztikai analízishez elégséges mennyiségű eseményszámot lehetett elérni, addig fűtésben megmaradt a szokásos egy DSC csúcs. Ez a jelenség nukleációs problémákkal állhat kapcsolatban: általában az alacsonyabb szimmetriájú (martenzit) fázis nukleációja nehezebb, mint a magas szimmetriájú (ausztenit) fázis nukleációja.

A ferromágneses Ni_2MnGa mintán termikus emisszióból kapott energia exponensek értéke hibahatáron belül megegyezik az akusztikus emisszió hatványkitevőivel ($\alpha_E^{TE} = 1.7 \pm 0.2$, illetve $\alpha_E^{AE} = 1.5 \pm 0.1$ hűtésben). A termikus és az akusztikus emisszió exponenseinek egyezése alátámasztja azt a feltételezést, hogy a kétféle jelenség eredete azonos, azaz a látens hő felszabadulása és a rugalmas hullámok keletkezése is a habitussík elmozdulásának a következménye. Ez azért fontos eredmény, mert ez a tényt eddig csak egy Cu-alapú, nem ferromágneses ötvözetre mutatták meg [6], a technikailag jelentősebb ferromágneses ötvözetekre ez az első ilyen jellegű megfigyelés. Hasonló eredményre jutottunk nagy szilárdságú egykristály NiFeGaCo egykristály minta vizsgálata során is ($\alpha_E^{TE} = \alpha_E^{AE} = 1.7 \pm 0.1$ hűtésben és $\alpha_E^{TE} = \alpha_E^{AE} = 2.0 \pm 0.1$ fűtésben kapott exponensekkel) [35].

Az akusztikus emisszió amplitúdó (α_A^{AE}) és energia (α_E^{AE}) exponensei kielégítik az $(\alpha_A^{AE} - 1)/(\alpha_E^{AE} - 1) = z$ (29a) skálaszabályt $z = 2$ -vel. Eredményeink összhangban vannak mások által publikált akusztikus emissziós eredményekkel: Ludwig et al.: $\alpha_A^{AE} = 2.6$ és $\alpha_E^{AE} = 1.75$ [11], illetve Niemann et al.: $\alpha_E^{AE} = 1.9 \pm 0.1$ [12], melyeket $\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{23}\text{Ga}_{25}$ alakemlékező ötvözetben kaptak. Az egyezés meglehetősen jó, annak ellenére, hogy az itt végbemenő köbös ausztenitből monoklin martenzit

struktúrába (melynek multiplicitása 12 [13, 72]) történő átalakulásra az α_A^{AE} hatványkitevő várható értéke 3 [13]. Az általunk kapott α_A^{AE} értékek átlaga inkább az ortorombos martenzit struktúrába (multiplicitás: 6 [13]) történő átalakulás várható kitevőjéhez van közelebb, melynek értéke 2.4 [13]. [13]-ban is eltérő értékeket kaptak ugyanilyen átalakulás során α_A^{AE} -ra, aminek egy lehetséges magyarázata az lehet, hogy ez a viselkedés a martenzit struktúra adaptív természetével [73] függ össze, és még nem teljesen megértett. Az eredményeink hozzájárulhatnak e kérdés tisztázásához. [13] szerint a modulált martenzit struktúrákban a nanoikrek (3-as multiplicitású [13]) tetragonális kristályszerkezetet alkotnak. Esetünkben a "Kezelt I" mintán kapott eredmények kissé kilógnak a többi közül. Ebben a mintában szemcseszórással stabilizált ikerszerkezet van jelen. A kritikus exponensek értéke hűtésben és fűtésben is hasonló, értékük $\alpha_A^{AE} \approx 2.0$ és $\alpha_E^{AE} \approx 1.5$. Ezek közel vannak a [13]-ban feltüntetett értékekhez, melyek a tetragonális struktúrára jellemzőek. Az univerzalitási osztályokba történő besorolást tovább nehezíti, hogy a kitevők aszimmetrikusak. A hűtésben és fűtésben kapott kitevők legalább annyira eltérnek egymástól, mint a különböző univerzalitási osztályokhoz tartozó kitevők.

Ausztenit-martenzit átalakulást létre lehet hozni un. lágy és kemény vezérléssel. Lágyan vezérelt az átalakulás abban az esetben ha a rugalmas feszültséget kontrolláljuk, a kemény vezérlés pedig a megnyúlás vezérelte átalakulást jelenti. [13]-ban azt az eredményt kapták, hogy kemény vezérlés esetén a kitevők függetlenek a ciklusszámtól. Lágy vezérlés esetén azonban erős függés tapasztalható: a kitevő értéke exponenciálisan változva, 8 – 10 ciklus alatt áll be egy adott értékre. Az általam tanulmányozott termikusan vezérelt átalakulás dinamikája a feszültség vezérelte átalakulás dinamikájához nagyon hasonló [13], egyértelmű ciklusszám függés mégsem volt tapasztalható az exponensek értékében.

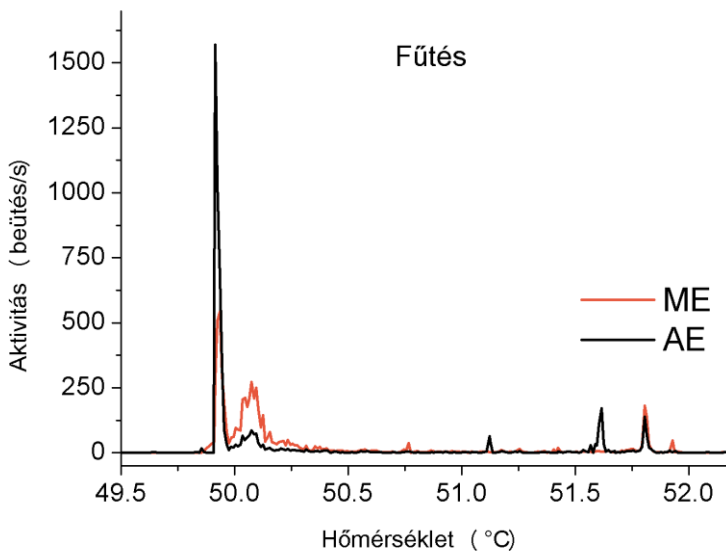
*A VI.1.-es fejezetben leírt eredmények alkotják az első 3 tézispontot a Tézisfüzetben. Ezeket az eredményeket az L. Z. Tóth, S. Szabó, L. Daróczi, D. L. Beke, Physical Review B **90**, 224103 (2014), valamint az L. Daróczi, Sz. Gyöngyösi, L. Z. Tóth, D. L. Beke, Scripta Materialia **114**, 161-164. (2016) cikkekben publikáltuk.*

VI.2. Szimultán AE és ME vizsgálatok

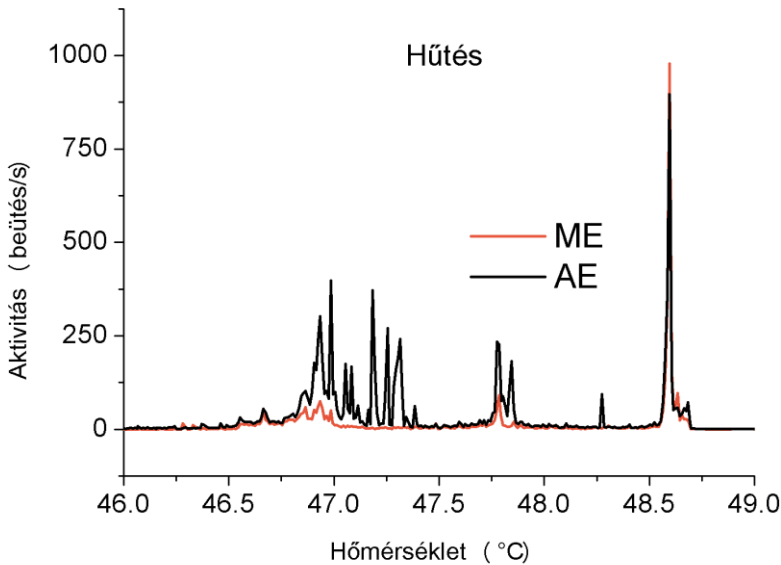
At/Mt átalakulás közben keletkező mágneses és akusztikus emissziót tanulmányoztam a 22. és 23. ábrán bemutatott mérési összeállítás segítségével a külső, homogén és az egyes mérések időtartama alatt állandó nagyságú mágneses tér jelenlétében [74]. A vizsgált minta ezen méréseknél minden esetben "Kezeletlen" Ni_2MnGa egykristály volt. A mérés célja, hogy a mágneses emisszió mellett az előző részben tanulmányozott akusztikus emisszió mágneses tértől való függését is vizsgáljuk, valamint a két féle zajjelenség időbeli viszonyát megállapítsuk.

VI.2.1. Aktivitási görbék

Elsőként 0.06 K/min sebességgű szimultán AE és ME méréseket végeztem [74] annak megállapítására, hogy a kétféle zaj koincidenciában van, vagy egymástól függetlenül jelentkeznek-e. A szimultán mérésekből származtatott zajaktivitás (beütés/másodperc) görbéket fűtésre és hűtésre a 32. és 33. ábrák mutatják.



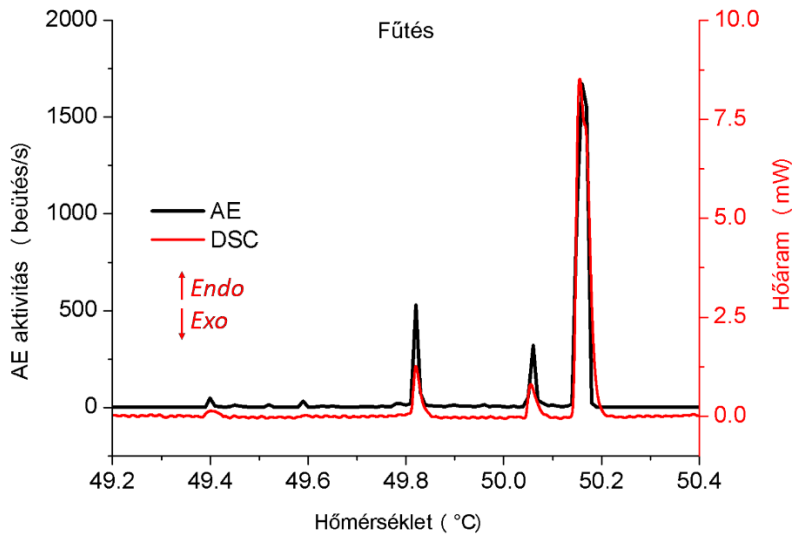
32. ábra. Mágneses és akusztikus aktivitás görbék a hőmérséklet függvényében Mt→At átalakulás (fűtés) közben.



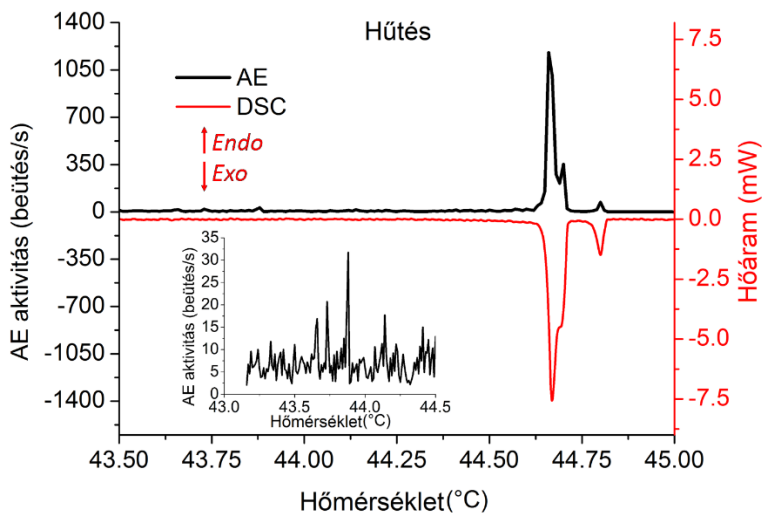
33. ábra. Mágneses és akusztikus aktivitás görbék a hőmérséklet függvényében $\text{At} \rightarrow \text{Mt}$ átalakulás (hűtés) során.

A 32. és 33. ábrákról leolvasható, hogy a két féle zajaktivitás ugyanazokkal a start és finish hőmérsékletekkel rendelkezik. A mágneses és akusztikus zajaktivitás ennek ellenére nem arányos egymással sőt, az aktivitás görbéken megfigyelhetők páratlan csúcsok is, ahol vagy csak mágneses, vagy csak akusztikus aktivitás volt detektálható. Ez lehet annak a következménye, hogy az akusztikus emisszió detektálására szolgáló piezo mikrofon csak a felületére merőleges vibrációkra érzékeny, a mágneses detektortekercs pedig csak azokat a jeleket érzékeli, amelyek a minta felszínének közelében keletkeztek, a behatolási mélységtől nem mélyebben.

Az akusztikus emisszió mérésére szolgáló másik összeállítással, ahol a DSC-ben nyitott kemence mellett vékony acél hullámvezetőn keresztül csatoljuk a mintához az akusztikus szenzort, lehetőség van szimultán AE+DSC mérések kivitelezésére. A szimultán AE+ME mérések sebességével megegyező 0.06 K/min sebességgel végzett AE+DSC mérések aktivitás görbéit a 34. és 35. ábrák szemléltetik.

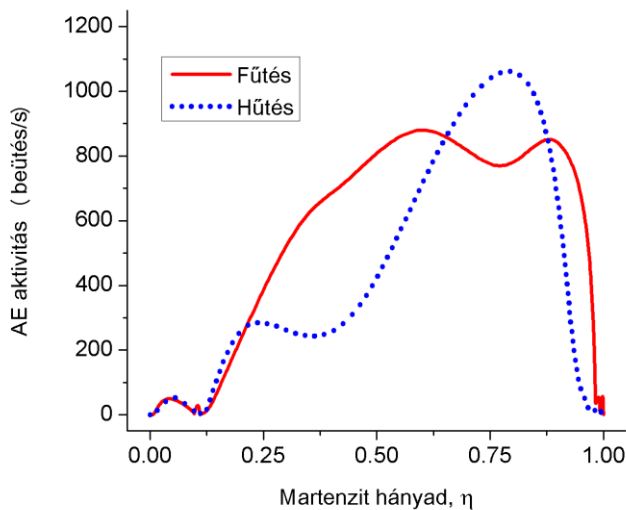


34. ábra. Szimultán mérésekből származó akusztikus aktivitás és DSC görbék a hőmérséklet függvényében Mt→At átalakulásra (fűtés). A nyilak az endoterm és az exoterm folyamatok irányát jelölik.



35. ábra. Szimultán mérésekből származó akusztikus aktivitás és DSC görbék a hőmérséklet függvényében At→Mt átalakulásra (hűtés). A beszúrt ábra a Mt_f (44.6 °C) alatt megfigyelhető akusztikus aktivitást mutatja. A nyilak az endoterm és az exoterm folyamatok irányát jelölik.

A 34. és 35. ábrák alapján kijelenthetjük, hogy az akusztikus aktivitás a DSC-ben mérhető csúcsokkal hasonlóan jó koincidenciában van, mint a mágneses emisszióval. Ugyanazokkal a start és finish hőmérsékletekkel jellemezhetőek, azonban hűtésben az akusztikus aktivitás finish hőmérséklete nehezen meghatározható. A DSC-vel mérhető M_{t_f} hőmérséklet alatt is jelentkeznek akusztikus események, igaz jóval kisebb aktivitással, mint az átalakulás során (5 – 10 esemény/másodperc, 35. ábra). Ezt a jelenséget mások is megfigyelték [19, 36]. A M_{t_f} alatt megfigyelhető akusztikus aktivitást egyaránt okozhatja maradék ausztenit [19], vagy a keletkezett martenzit variánsok relaxációja [36]. A martenzit variánsok relaxációjának jelenlétét erősíti az a megfigyelés, hogy nagy mágneses térben, ahol az erős magnetoelasztikus csatolás miatt a tér rendezni tudja a variánsokat, ez a jelenség nem figyelhető meg. A 34. ábrán a korábbi mérésekkel ellentétben fűtésben is felhasadt csúcsokat láthatunk, melynek oka vélhetően a mikrofon által kifejtett nyomóerőre vezethető vissza.



36. ábra. Akusztikus aktivitás a DSC görbékből meghatározott martenzit hányad függvényében fűtésre illetve hűtésre.

A 34. és 35. ábrákon az összetartozó AE és DSC csúcsokat összehasonlítva úgy tűnik, mintha nagyobb martenzit hányadhoz nagyobb zajaktivitás

tartozna. Egyértelmű következtetések levonásához ábrázoltam az akusztikus aktivitást az átalakult martenzit hányad függvényében (36. ábra). Az ábráról jól leolvasható, hogy hűtésben is és fűtésben is magasabb akusztikus aktivitás tartozik a magasabb átalakult martenzit hányadhoz. Hűtésben az akusztikus aktivitás szinte egyenes arányban növekszik és fűtésben is az $\eta = 0.25 - 1$ tartományban jelentősen nagyobb az aktivitás, mint $\eta = 0.25$ alatt. Ezt azzal magyarázhatjuk, hogy a minta különböző pontjain képződő martenzit variánsok rugalmas terei a martenzit hányad növekedésével az átalakulás közben egyre jobban átlapolnak, egyre több rugalmas hullám keletkezik az anyagban. Ezen kívül a már kialakult martenzit variánsok relaxációja is adhat járulékot a detektált zajhoz.

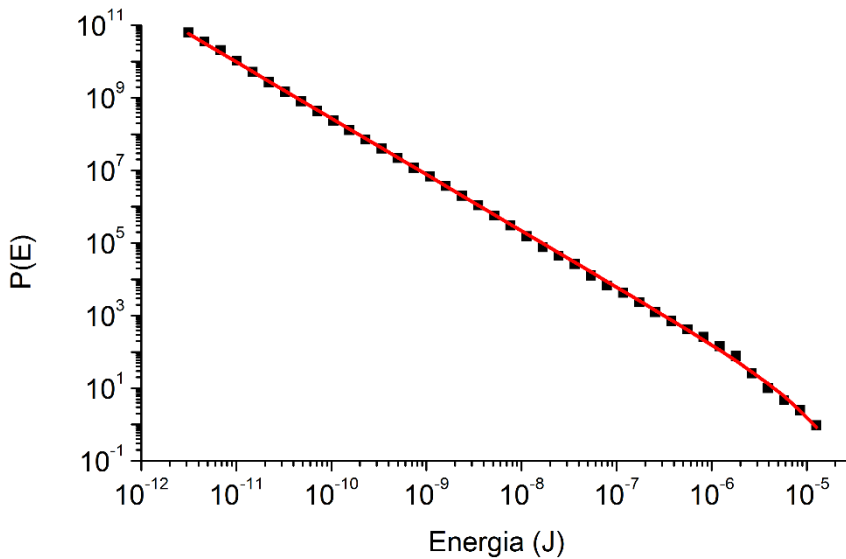
A szimultán mérések eredményei alapján kijelenthetjük, hogy mind a három vizsgált emissziós jelenség (termikus, akusztikus és mágneses) koincidenciában van egymással, azaz ugyanabban a hőmérséklet tartományban lehet őket megfigyelni. Ez a következtetés ellentmond [17] megfigyeléseinek, ahol a mágneses jelek körülbelül 2°C -kal a DSC csúcsok alatt jelentkeztek hűtésben és fűtésben is. [19] szerint [17]-ben azért adódott ez az eredmény, mert a DSC méréshez nem ugyanazt a mintát használták, mint a mágneses mérésekhez (hanem a mágneses mérésnél vizsgált minta egy kis darabját), és ez okozta a hőmérsékletbeli eltérést. Méréseim során én is ugyanolyan összetételű és előéletű, de különböző mintákat használtam a mágneses és a DSC mérések során, azonban az összehasonlítás alapját nem közvetlenül a hőmérséklet, hanem a mindkét esetben szimultán mért akusztikus emisszió képezi.

A három jelenség koincidenciájára vonatkozó megállapításaim összhangban vannak [19] eredményeivel. [19] egyik megállapítása, hogy a mágneses és akusztikus emisszió aktivitásai fedésben vannak a DSC csúcsokkal, de annak alacsony hőmérsékletű végéhez (ahol magas a martenzit hányad) csoportosulnak. Ezt a megállapítást az eredményeim alapján úgy lehet pontosítani, hogy a mágneses és akusztikus emisszió mérhető a DSC csúcsok által jelölt teljes hőmérséklet tartományban, de magasabb martenzit hányadhoz nagyobb zajaktivitás tartozik.

A VI.2.1. alfejezetben leírtak alkotják a 4. tézispontot.

VI.2.2. Kritikus exponensek

Az AE és ME kritikus exponenseinek vizsgálata $2\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ fűtési/hűtési sebességgel végrehajtott mérésekkel történt, különböző nagyságú (0 és 700 mT közötti) külső mágneses terekben [74]. Példaként a 37. ábra 19 mT külső statikus térben mért $\text{At} \rightarrow \text{Mt}$ átalakuláshoz tartozó ME csúcseenergia eloszlást ábrázolja. Az ME amplitúdó és az AE amplitúdó illetve energia valószínűségi sűrűségfüggvényei is hasonló alakúak, az exponenciális levágást is tartalmazó hatványfüggvénnyel illeszthetők.



37. ábra. Mágneses emisszióból számolt csúcseenergia valószínűségi sűrűségfüggvény. A mérést 19 mT külső térben végeztem.

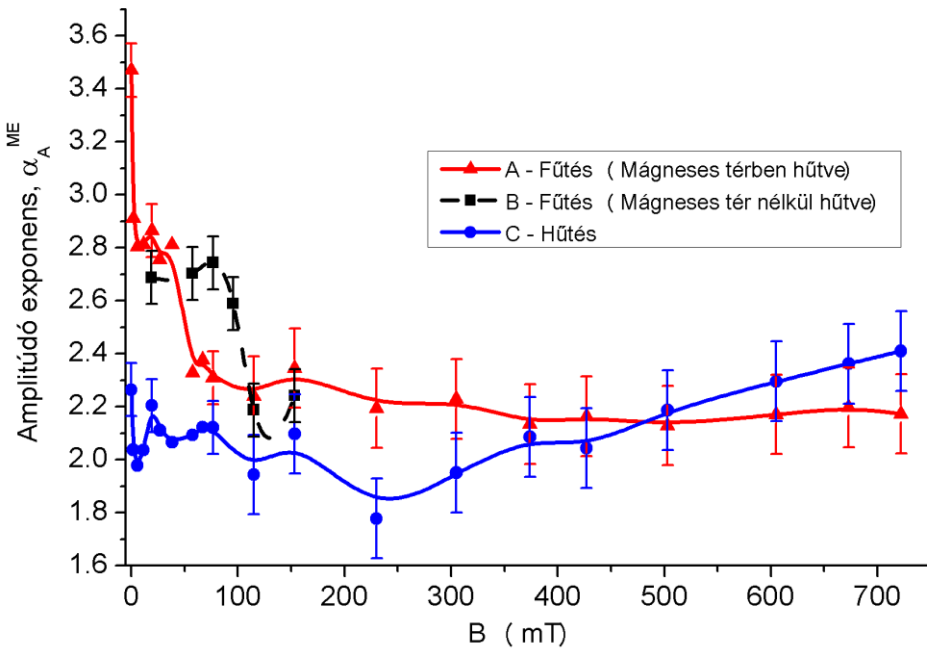
A kritikus exponensek meghatározása egyenes illesztéssel történt, melyet a meglehetősen nagy eseményszám ($10^5 - 10^6$) tett lehetővé, illetve hogy a logaritmikus dobozolásal kb. 40 dobozra osztott események több nagyságrenden keresztül illeszkednek a log-log skálán egyenes hatványfüggvényre. Esetünkben, ahol az eloszlásfüggvények végén

exponenciális levágás is jelen van, a ML módszer ettől pontatlanabb értéket adott volna.

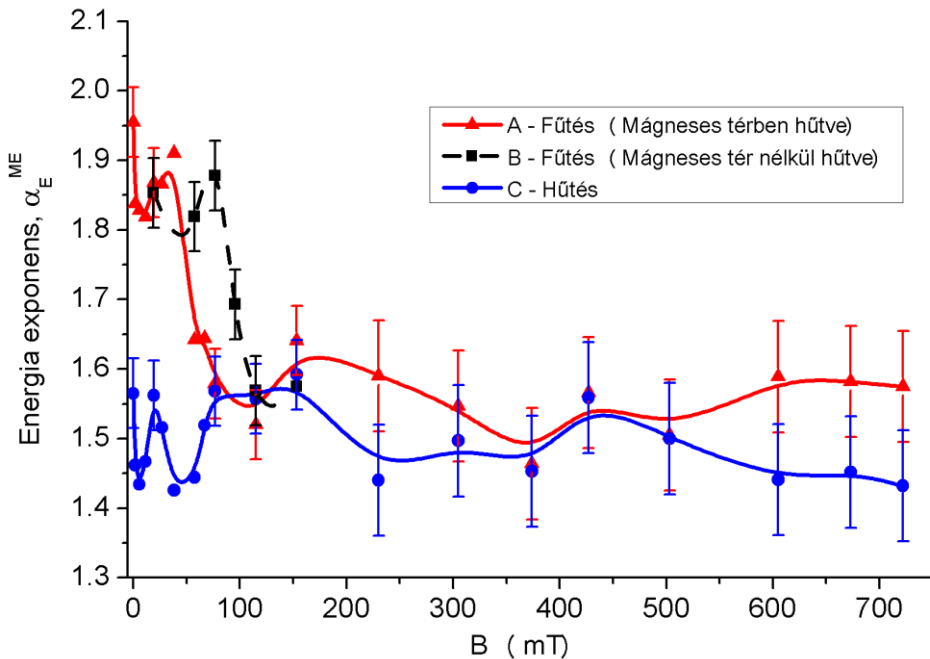
Mágneses emissziós méréseket végeztem ausztenit-martenzit átalakulás közben különböző nagyságú külső mágneses terek alkalmazása mellett három lehetséges módon:

- A. Fűtésben - a fűtést megelőző hűtési félperiódust ugyanolyan nagyságú mágneses térben hajtottam végre, mint a mért fűtési félperiódus.
- B. Fűtésben - a fűtést megelőző hűtési félperiódus nulla külső mágneses térben történt.
- C. Hűtésben.

A statisztikus analízis után adódó amplitúdó (α_A^{ME}) és energia (α_E^{ME}) hatványkitevők külső mágneses tértől való függését a 38. és 39. ábrák szemléltetik (a pontokra berajzolt vonalak a tendenciát szemléltetik):



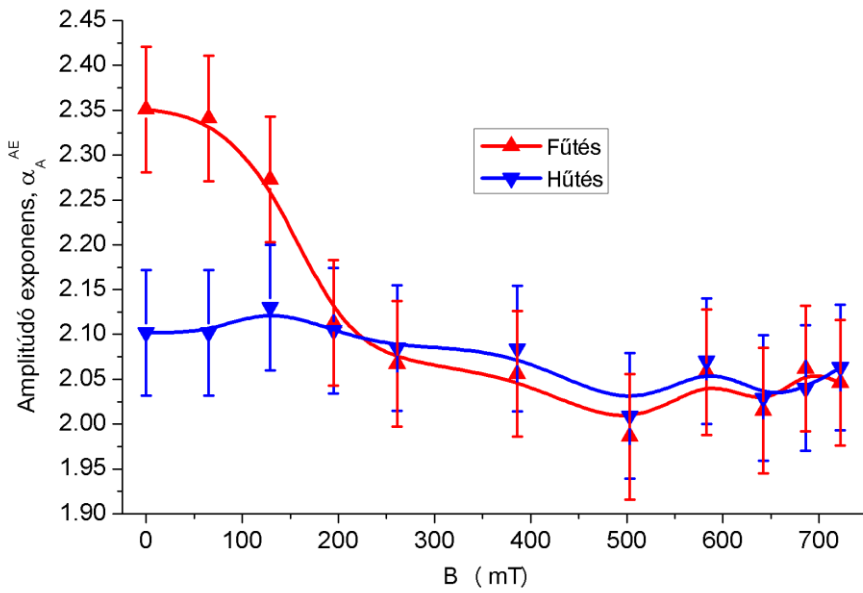
38. ábra. ME amplitúdó exponensek (α_A^{ME}) a külső tér függvényében.



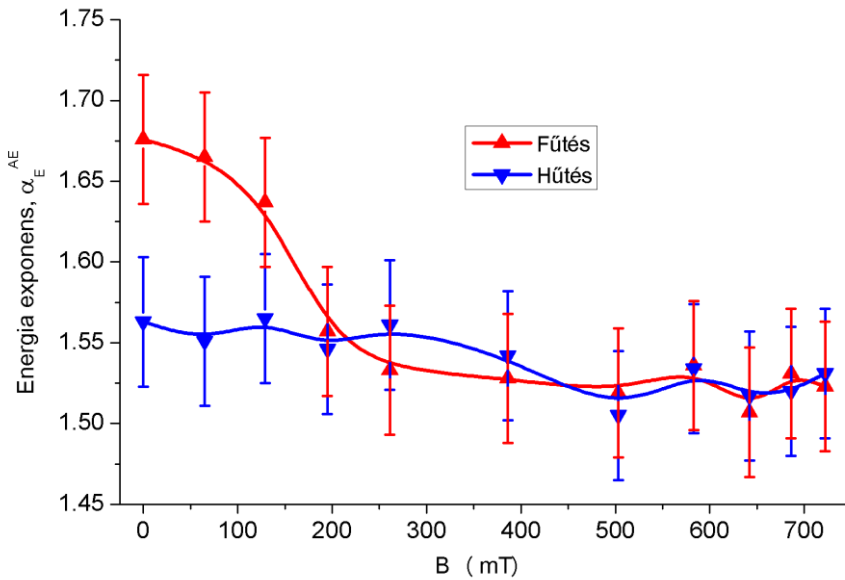
39. ábra. ME energia exponensek (α_E^{ME}) a külső tér függvényében.

A 38. és 39. ábrákról jól leolvasható, hogy a fűtésben meghatározott exponensek erős térfüggést mutatnak. A nulla külső térhez tartozó viszonylag magas érték a legkisebb tér (2 mT) esetén is jelentősen csökken, majd egy adott pontig állandó marad. Ezután az "A" esetben 50 mT , a "B" esetben 100 mT értéknél szintén jelentős csökkenés mutatkozik, majd az exponens értéke a magasabb terek felé haladva ezután nem változik. A hűtésben meghatározott exponensek nem mutatnak szisztematikus térfüggést (eltekintve az amplitúdó exponens 300 mT feletti viselkedésétől, melynek pontos oka nem tisztázott), átlagértékük hibahatáron belül a fűtésben mért exponensek magasabb terekhez tartozó értékeinek felel meg. A kis tereknél jelenlévő igen jelentős aszimmetria így 50 mT illetve 100 mT felett eltűnik.

A mágneses emisszió kritikus exponenseinek viselkedését érdemes összehasonlítani az akusztikus emisszióból számolt amplitúdó (40. ábra) és energia (41. ábra) hatványkitevők viselkedésével. Az akusztikus mérések fűtéshez tartozó görbéi a mágneses emissziós mérések "A" esetének felelnek meg.



40. ábra. Akusztikus emisszió amplitúdó hatványkitevői (α_A^{AE}) a külső mágneses tér függvényében.



41. ábra. Akusztikus emisszió energia hatványkitevői (α_E^{AE}) a külső mágneses tér függvényében.

A 40. és 41. ábrákról leolvasható, hogy az akusztikus emisszió amplitúdó és energia hatványkitevői is hasonló mágneses tértől való függést mutatnak, mint a mágneses emissziós méréseknél kapott exponensek. Fűtésben 100 mT környékén jelentős, körülbelül 10 %-os csökkenést tapasztaltam, ennél magasabb tereknél pedig állandó értékre áll be mind az amplitúdó, mind az energia kitevő. Ezek a magasabb terekhez tartozó értékek jóval a hibahatáron belül megegyeznek a hűtéshez tartozó kitevő értékekkel, melyek a mágneses tér nagyságától függetlennek adódtak. A 100 mT alatti tereknél tapasztalható jelentős aszimmetria így nagyobb tereknél teljesen eltűnik.

A nulla külső tér mellett jelen lévő fűtési és hűtési kitevők közötti aszimmetria hasonló a 4. és 5. táblázatban, illetve [35]-ben és [75]-ben szereplő kitevők esetén megfigyelhető aszimmetriához.

A mágneses és az akusztikus emisszió kritikus exponenseinek térfüggését a következő módon lehet értelmezni: mivel a Ni_2MnGa ferromágneses alakemlékező ötvözet, a mágneses tér képes rendezni a martenzit variánsokat. A kritikus exponens értéke függ a kialakult martenzit struktúra multiplicitásától, de ugyanolyan multiplicitással rendelkező martenzit struktúrákra összetételtől függetlenül azonos, azaz univerzális. Annál a mágneses tér értéknél, ahol a tér már képes rendezni a variánsokat, változik a martenzit variánsok multiplicitása, ezáltal változik a kritikus exponens értéke is. A mágneses méréseknél az "A" esetben, amikor fűtés történt, de előzőleg a hűtés, azaz a martenzit variánsok kialakulása mágneses térben történt, hamarabb, kisebb tereknél figyelhető meg a váltás, mint a "B" esetben. Ebből azt a következtetést lehet levonni, hogy a martenzit variánsokat kialakulásuk közben kisebb mágneses térrel is rendezni lehet, mint ami a már kialakult véletlenszerű variáns szerkezet rendezéséhez lenne szükséges. Az AE méréseknél a kitevők csökkenése némileg nagyobb külső tér jelenlétében történik, mint ME esetén. Ez azzal magyarázható, hogy a mintához szorított AE detektor és hullámvezető mechanikai feszültséget kelt a mintában, mely a mágneses térrel ellentétes hatást vált ki, nagyobb külső tér szükséges a rendezett szerkezet kialakításához. (A mágneses emissziós mérések AE detektor nélkül történtek.)

Az akusztikus exponensek hasonló jellegű térfüggését tapasztalták a [11, 12] hivatkozásokban. Az általam megfigyelt kapcsolási tér (a variánsok rendeződését kiváltani képes mágneses tér) nagysága különbözik a [11]-ben és [12]-ben megfigyelt kapcsolási tér értékektől ($0.6 T$), azonban jó egyezésben van az általunk egy más mérési elrendezésben ugyanezen az anyagon mért értékekkel [20, 69].

Az akusztikus emissziós méréseknél nulla külső mágneses térben kapott exponens értékek közel vannak ugyanezen az anyagon mért korábbi kitevőink értékéhez [34]. A [19]-ben $70 mT$ mágneses térben kapott értékek ($\alpha_A \approx 4 - 5$) azonban jelentősen nagyobbak adódtak az általam mért exponensektől, és a [11]-ben és [12]-ben feltüntetett értékektől is. Igaz, hogy a [19]-ben vizsgált Ni_2MnGa összetétele különbözik az általam vizsgált minta összetételétől, de még ezt figyelembe véve is szokatlanul magasak [19] exponensei, így azok kevésbé hihetőek.

A magasabb tereknél ($100 mT$ felett) kapott exponensek értékeit összehasonlítva megfigyelhetjük, hogy nem csak a hűtésben és fűtésben kapott értékek egyeznek meg, hanem a mágneses és akusztikus emisszió energia exponensei is hibahatáron belül egyenlők ($\alpha_E^{ME} = \alpha_E^{AE} \approx 1.55$).

Az $(\alpha_A - 1)/(\alpha_E - 1) = z$ (29a) skálaszabály ezeknél a méréseknél is $z = 2$ -vel teljesül minden összetartozó α_A és α_E értékre, eltekintve a mágneses mérések $300 mT$ felett hűtésben mért exponenseitől, ahol az amplitúdó exponensek enyhe növekvő tendenciát mutatnak.

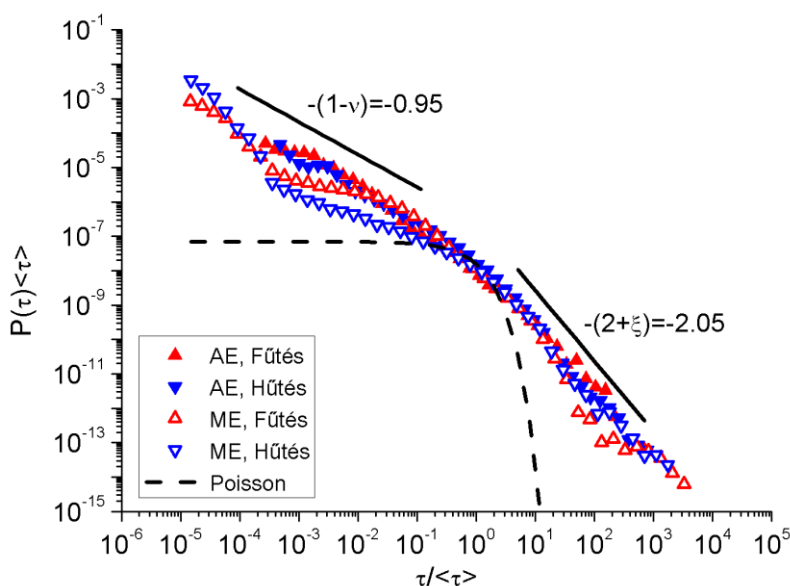
A VI.2.2. alfejezetben leírtak alkotják az 5. tézispontot.

VI.2.3. Időbeli korrelációk

Mágneses és akusztikus jelekre külön-külön elkészítettem az egyes jelek közötti várakozási idők valószínűségi sűrűségfüggvényeit (42. ábra) [74]. Az eloszlásfüggvényeket az átlagos várakozási idővel normáltam. A 42. ábrán szereplő görbék a normálás után fedésbe kerültek egymással, mely azt tükrözi, hogy a két féle zaj viselkedése hasonló.

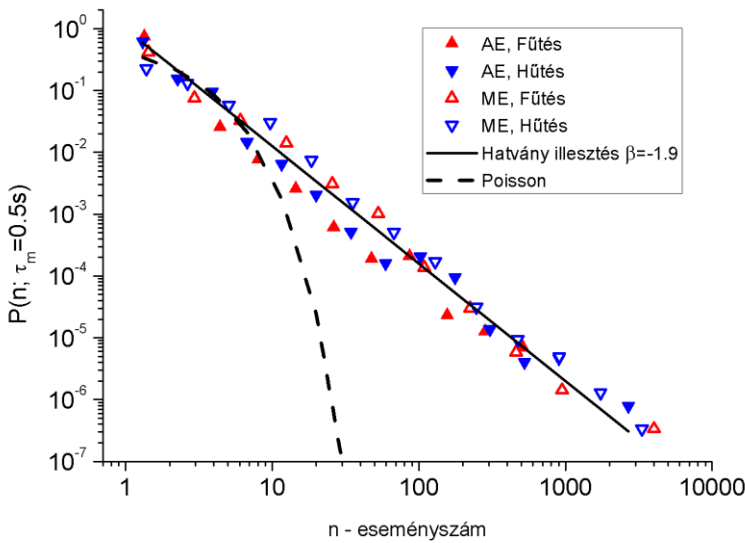
A kapott görbék jól láthatóan eltérnek a független eseményekre jellemző Poisson-eloszlástól. Kis várakozási idők esetén egy $-(1 - \nu) = -0.95$ meredekségű hatványfüggvénnyel jellemezhető a várakozási idők eloszlása. Ez a viselkedés Omori törvényével van összefüggésben: a földrengések utó rengéseihez hasonlóan az ausztenit-martenzit átalakulásnál is lehetséges az, hogy egy nagyobb ugrás, lavina, maga után több kisebbet váltson ki.

Nagyobb várakozási időknél is egy hatványfüggvény írja le a várakozási idők eloszlását, melynek kitevője $-(2 + \xi) = -2.05$. A Poisson függvénytől való eltérést ebben az esetben a zajaktivitás inhomogenitásával lehet értelmezni. Homogén zajaktivitás esetén, ahol a zajaktivitást egy Gauss-görbével lehet illeszteni, a várakozási idők sűrűségfüggvénye Poisson-eloszlással illeszthető. A 32. és 33. ábrákon bemutatott zajaktivitás görbék azonban nem illeszthetők egyetlen Gauss-görbével, ezért az eloszlást hatványfüggvény írja le. Hasonló eredményeket kaptak [9, 39] és [63] szerzői is más eredetű zajok elemzése során.



42. ábra. Várakozási idők eloszlása mágneses és akusztikus jelekre fűtésben illetve hűtésben. Az egyes tengelyek le vannak normálva a várakozási idők átlagával.

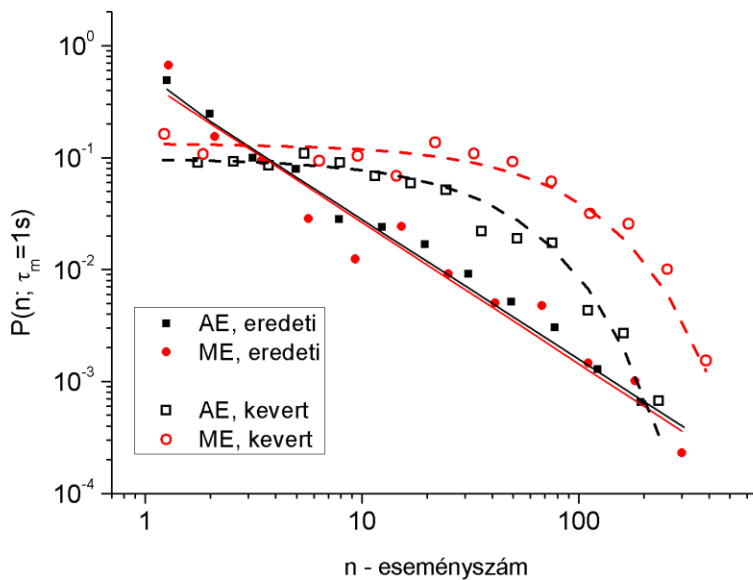
Vizsgáltam továbbá az egy zajcsomagba tartozó események számát is. Az elméleti részben leírtak szerint egy csomagba tartoznak a mágneses vagy akusztikus események mindaddig, amíg az egyes események közötti várakozási idő meg nem halad egy előre definiált τ_m maximum értéket. A maximumnál nagyobb várakozási idő utáni esemény már a következő csomagba tartozik. A $\tau_m = 0.5$ s maximális várakozási idővel definiált jelcsomagokba tartozó események számának eloszlását ($P(n; \tau_m)$) a 43. ábra szemlélteti.



43. ábra. Egy zajcsomagba tartozó események számának eloszlásfüggvénye mágneses és akusztikus emisszióra fűtésben illetve hűtésben $\tau_m = 0.5$ s maximális várakozási idővel. A szaggatott görbe a független eseményeket jellemző Poisson-eloszlást, míg a folytonos vonal az adatokra illesztett hatványfüggvényt jelöli.

A várakozási idők eloszlásához hasonlóan a 43. ábrán szereplő pontok is fedésben vannak a kétféle zajra fűtésben és hűtésben. Emellett ezek a pontok sem a független eseményekre jellemző Poisson-eloszlást követik, hanem egy $\beta = -1.9$ kitevőjű hatványfüggvényre illeszkednek. Így ([39]-hez hasonlóan) a $P(n; \tau_m)$ eloszlások eltérnek a független eseményekre jellemző eloszlástól.

Mágneses térrel kiváltott ikerhatár mozgás során rögzített akusztikus és mágneses jelek időbeli korrelációjának vizsgálatával is ugyanilyen eredményeket kaptam $\beta = -1.25$ exponenssel (44. ábra) [76]. Ebben az esetben elvégeztem a talált korreláció (csomósodás) jelenlétének ellenőrzését is. Ehhez a mért adatokból számolt várakozási időket véletlenszerűen összekevertem, ezzel elrontva a korrelációt. Az így kapott eloszlások már az egymást véletlenszerűen követő, azaz független eseményekre feltételezett Poisson-eloszlást követik (44. ábra).



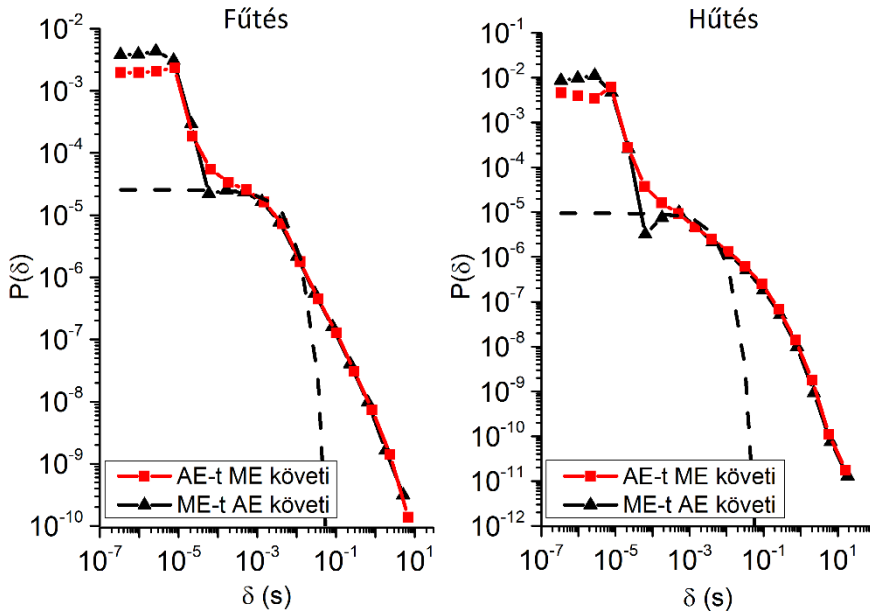
44. ábra. Mágneses térrel kiváltott ikerhatár mozgás során rögzített akusztikus és mágneses jelek időbeli korrelációja az eredeti és a mesterségesen összekevert adatokra.

A VI.2.3. alfejezetben leírtak alkotják a 6. tézispontot.

VI.2.4. AE és ME közötti korreláció

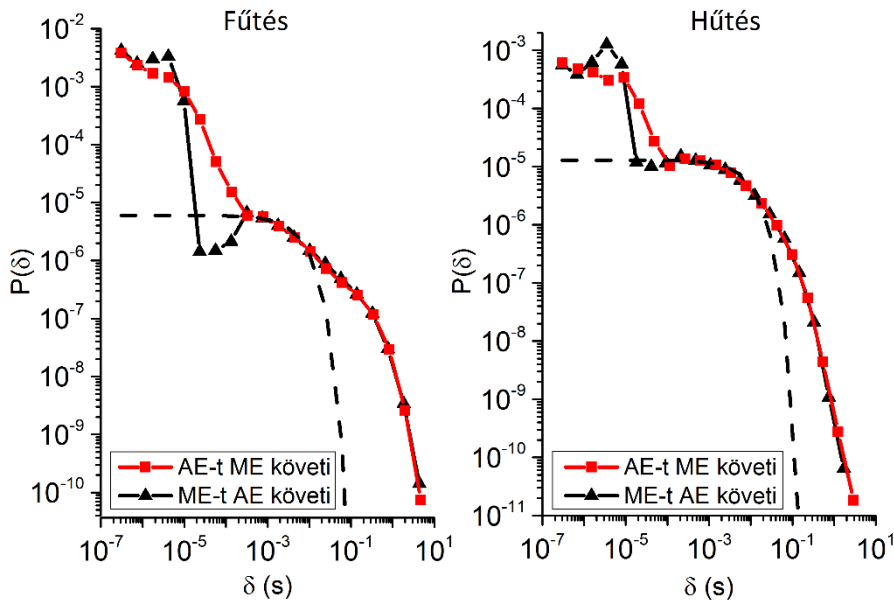
Az akusztikus és mágneses emisszió kapcsolatát vizsgáltam az átalakulás során emittált összetartozó akusztikus és mágneses jelek közötti időkésés

tanulmányozásával [19, 74]. Az időkéseken - az elméleti részben leírtak szerint - a szimultán mérések során rögzített észlelési idő különbségeket értjük, amikor egy akusztikus jelet egy mágneses jel követ ($\delta_{AE \rightarrow ME}$), és fordítva, amikor egy mágneses jelet akusztikus követ ($\delta_{ME \rightarrow AE}$). A 45. és 46. ábrákon szemléltetem az észlelési idők különbségeinek eloszlásfüggvényeit ($P(\delta_{AE \rightarrow ME})$ illetve $P(\delta_{ME \rightarrow AE})$) fűtésre és hűtésre, nulla külső térben (45. ábra) és nagy mágneses térben (46. ábra).



45. ábra. $\delta_{AE \rightarrow ME}$ és $\delta_{ME \rightarrow AE}$ időkéseken eloszlásfüggvényei nulla külső térben fűtésben és hűtésben 0.06 K/min sebességű szimultán AE és ME mérésekből.

A 45. és 46. ábrák azon szakaszain, ahol az időkéseken valószínűségi sűrűségfüggvényei fedésben vannak egymással, a két jel kibocsátása között nincs kapcsolat. Ilyen szakaszok az eloszlásfüggvényeken 10^{-3} s felett vannak. Itt a kétféle jel észlelése között túl nagy időkülönbség van, ezért valószínű, hogy nem egy habitussík ugrás következményei. Az eloszlásfüggvények ezen kívül $10^{-2} - 10^{-1} \text{ s}$ felett eltérnek a független eseményekre jósolt elméleti exponenciálisan csökkenő görbétől. Ennek oka az aktivitások inhomogenitása lehet [19], hasonlóan a korábbi esetekhez, ahol a várakozási idők eloszlását vizsgáltam.



46. ábra. $\delta_{AE \rightarrow ME}$ és $\delta_{ME \rightarrow AE}$ időkéseések eloszlásfüggvényei 600 mT külső térben fűtésben és hűtésben 0.06 K/min sebességű szimultán AE és ME mérésekből.

Közepes, $10^{-5} - 10^{-3}$ s közötti tartományon minden esetben jelentős (van ahol közel három nagyságrendnyi) különbség mutatkozik az időkéseések eloszlásfüggvényei között. Ezeken a szakaszokon sokkal valószínűbb az, hogy az akusztikus jelet egy mágneses jel követi az adott késleltetési idővel. Ez azt jelenti, hogy az anyagban először a strukturális átrendeződés, vagyis az At/Mt átalakulás megy végbe, és ezt követi a mágneses doménszerkezet átrendeződése. Ez az eredmény összhangban van a várakozásainkkal, azonban különbözik [19] konklúzióitól, ahol kisebb valószínűségbeli különbséggel, és szűkebb késleltetési idő tartományban, de fordított különbséget figyeltek meg. [19]-ben a várt viselkedéssel ellentétes tapasztalatokat a különböző zajok terjedési sebességeinek különbségével indokolták. A mágneses jelek keletkezése és észlelése között eltelt idő gyakorlatilag elhanyagolható, akusztikus jelek esetén azonban már számolni kell a jel terjedési sebességével, ami a hanghullámok adott anyagbeli terjedési sebességével egyezik meg. Ez a

terjedési sebességbeli különbség okozhatja azt, hogy a mágneses jel "megelőzi" az akusztikus eseményt, és fordított sorrendet észlelünk. Az én méréseimnél ilyen fordított sorrend csak nagyon kicsi késleltetési időknél, $10^{-6} - 10^{-5}$ s között jelentkezik.

[19]-ben azonban nem adtak elméleti becslést az egyszerre keletkezett akusztikus és mágneses jel detektálása között eltelt időre. Az általam használt mérési elrendezésben az átalakulás során keletkezett rugalmas hullámoknak (a mintában és a hullámvezetőben összesen) átlagosan körülbelül 2.5 cm-t kellett megtenniük. Ez, a fémekre jellemző 5000 m/s körüli hangterjedési sebességgel számolva 5 μ s időkést eredményez. Ez körülbelül huszad része annak az időkülönbségnek, ahol [19]-ben a fordított sorrendű korrelációt megfigyelték, azonban egybeesik azzal az időtartománnyal, ahol a 45. és 46. ábrák bal oldalán kis késleltetési időknél megfordul a két jel detektálásának sorrendje.

A 45. és 46. ábrákat összehasonlítva azt tapasztalhatjuk, hogy tér nélkül és nagy térben is hasonló a késleltetési idők eloszlása, nagy mágneses térben azonban jobban látszódnak a korrelációból adódó különbségek az eloszlásfüggvényeken.

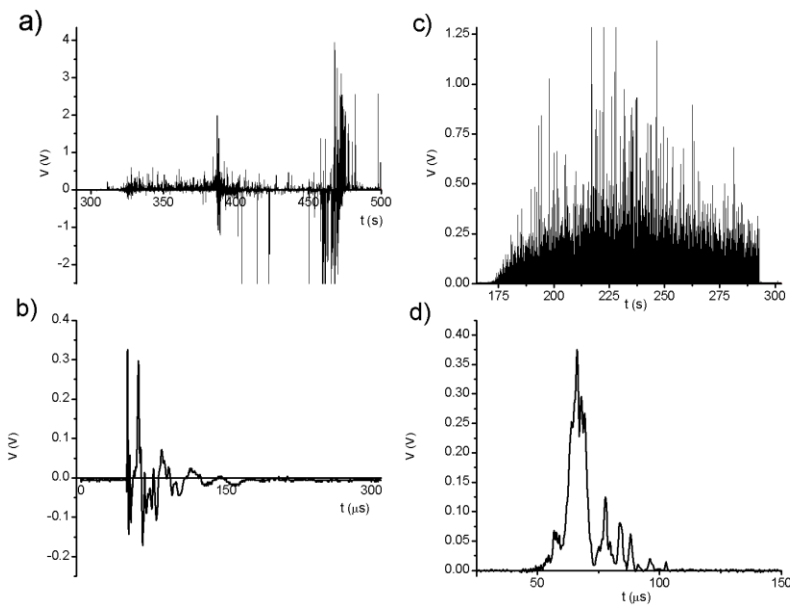
Megjegyzendő, hogy nagy mágneses térben a mágneses tekercsek viselkedhetnek elektromágneses akusztikus szenzorként is (ElectroMagnetic Acoustic Transducer: EMAT), mely zavaró lehet az akusztikus és mágneses jelek kapcsolatának tanulmányozása során. Ezért az akusztikus jelek detektálására szolgáló piezo mikrofont egy jelgenerátor segítségével hullámforrásként használva vizsgáltam a mágneses tekercsben nagy mágneses tér jelenlétében keletkező jeleket. Nem tapasztaltam a fenti jelenségre utaló jeleket, még nagy gerjesztés esetén sem.

A VI.2.4. alfejezetben leírtak alkotják a 7. tézispontot.

*A VI.2-es fejezetben leírt megállapításokat az L.Z. Tóth L. Daróczi, S. Szabó, D. L. Beke, Physical Review B **93**, 144108 (2016), valamint az L. Daróczi, E. Piros, L. Z. Tóth and D. L. Beke: Physical Review B **96** 014416. (2017) cikkekben publikáltuk.*

VI.3. A Ni_2MnGa teljes Barkhausen-zaj analízise

Az előzőekben Ni_2MnGa alakemlékező ötvözet fázisátalakulása közben detektálható akusztikus és mágneses emissziót részleteztem. A kritikus exponensek és az időbeli korrelációk vizsgálata után célszerű lenne a fázisátalakulás közbeni mágneses zaj átlagos lavinaalakjával foglalkozni. Ez azonban nem egyszerű feladat, mert amíg az alacsony gerjesztési frekvenciánál mért klasszikus Barkhausen-zajban egy-egy félperióduson belül az összes lavina azonos polaritású (azaz minden csúcs, lavina vagy „felfelé” vagy „lefelé” áll), addig a fázisátalakulási zaj esetén kivétel nélkül mindig bipoláris zajcsomagokat kapunk (47. ábra).



47. ábra. Fázisátalakulás (a) és átmágnesezés (c) hatására jelentkező jelalakok, valamint fázisátalakulás (b) és átmágnesezés (d) során detektált egyedi mágneses jelek összehasonlítása.

Ez annak köszönhető, hogy a fázisátalakulás közben a doménfalak nem feltétlenül egy irányba mozognak, mint a minta átmágnesezése során, így

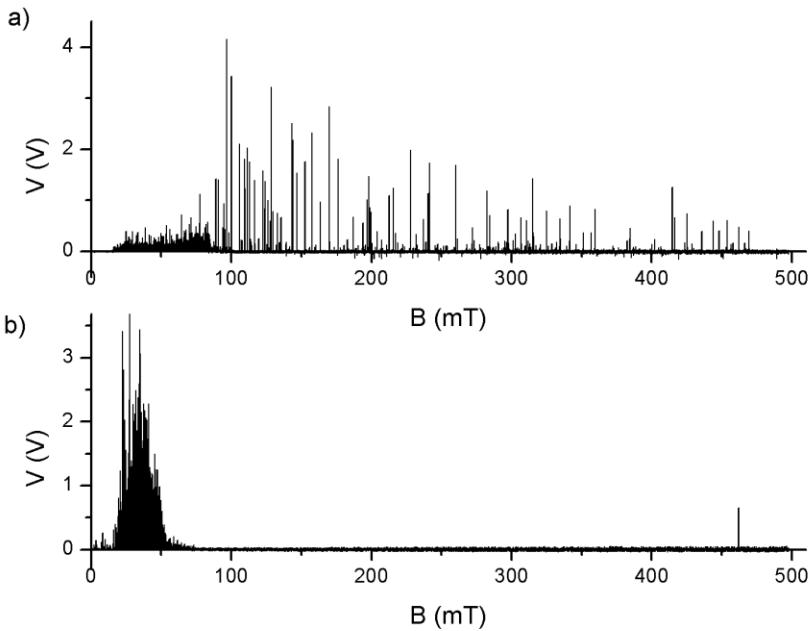
a detektortekercsen mért feszültség sem mindig azonos polaritású. Gyakran előfordul továbbá, hogy mért jel egy lavinán belül is polaritást vált.

A fázisátalakulás közbeni mágneses emisszió átlagos lavinaalakjának vizsgálata a fentiek alapján tehát nehézkes. Megfelelő mélységű értelmezéséhez mindenképpen szükséges ismerni a klasszikus Barkhausen-zaj tulajdonságait, ezért a továbbiakban ezzel foglalkozom, különös tekintettel a rögzített időtartam valamint rögzített terület esetén vett átlagos lavinaalakokra.

Méréseket végeztem a minta martenzites (szobahőmérsékleten) és ausztenites állapotában is ($60\text{ }^{\circ}\text{C}$ -on).

Ausztenit fázisban csak alig kimutatható Barkhausen-zaj jelentkezett. Ausztenitből lehűtve a mintát multivariáns martenzit struktúra keletkezik, melynél az első és a második mágnesezési ciklus felfutó ágában ($B = 0\text{ T}$ tértől felfelé pozitív telítésig) a 48. ábrán bemutatott jelsorozat adódott. Az első mágnesezési ciklusban (48/a. ábra) két, egymástól jellegében különböző szakasz látható. Először egy kis amplitúdójú, de nagy aktivitású, majd $B = 100\text{ mT}$ felett nagy amplitúdójú, szórványos események. A 48/b. ábrán, a második mágnesezési ciklusban már csak a 100 mT alatti események jelentkeztek, de az első ciklushoz képest sokkal nagyobb amplitúdóval. Ha a lehűtés után hosszirányú összenyomást alkalmazunk, akkor is a 48/b. ábrának megfelelő spektrum adódik már az első felmágnesezés alkalmával is.

Ausztenit állapotban a Barkhausen-zaj hiányát indokolhatjuk azzal, hogy az általam vizsgált minta nagyon jó minőségű egykristály, így nincsenek benne szemcsehatárok, kiválások, zárványok, illetve egyéb hibák. A doménfalak ezáltal csaknem akadálymentesen végigseperhetnek a mintában, és alig keletkezik Barkhausen-zaj.



48. ábra. Ausztenit fázisból külső mágneses tér jelenléte nélkül kialakuló multivariáns martenzit struktúra első (a) és második (b) mágnesezési ciklusának felfutó ágai során detektált mágneses jelek.

A Ni_2MnGa alakemlékező ötvözet 48. ábrán bemutatott, martenzit állapotbeli viselkedését az eddigiek és [76] alapján a következő módon lehet értelmezni:

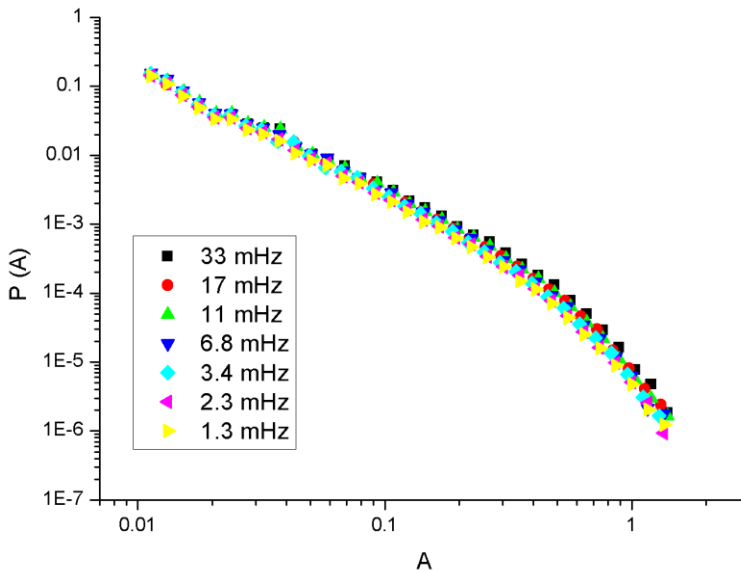
Lehűtés után a kialakuló multivariáns szerkezetnek megfelelően a könnyű mágnesezési irány variánsokként különböző irányokba áll. Mágneses tér hatására azokban a variánsokban, melyekben a könnyű mágnesezési irány a külső tér irányába mutat, megindul a szakaszos doménfal mozgás, ez a folyamat szolgáltatja a 48/a. ábrán 0 és 100 mT között találató jeleket. 100 mT felett a mágneses tér már elég nagy ahhoz, hogy beindítsa az ikerhatár mozgást (mágneses alakmemória effektus). A folyamat befejeztével egy olyan (közel) monovariáns martenzit szerkezet alakul ki, melyben a könnyű mágnesezési irány a külső térrel és a minta hossz tengelyével párhuzamos. 100 mT feletti mágneses tér tehát képes rendezni a variánsokat. Ez a megfigyelés jó egyezésben van a 38. és 39.

ábráról leolvasható értékekkel, ahol a mágneses emisszió hatványkitevőiben bekövetkező hirtelen csökkenést is annak tulajdonítottuk, hogy a tér képes rendezni a variánsokat 100 mT vagy ennél nagyobb mágneses tér esetén. Megjegyzendő, hogy a [76] hivatkozás 2. és 5. ábrája megfeleltethető jelen dolgozat 48/a. és 48/b. ábrájának, azonban az összetartozó ábrákon a relatív jel nagyságokban eltéréseket vehetünk észre. Ennek oka, hogy itt a minta hossz tengelyével (és ezzel együtt a detektortekercs síkjának felületi normálisával) párhuzamos mágneses teret alkalmaztunk, az említett hivatkozásban alkalmazott merőleges elrendezéssel szemben.

Az első felmágnesezés hatására tehát olyan monovariáns szerkezet alakul ki, melyben a könnyű mágnesezési irány a minta hossz tengelyével párhuzamos. Auszteni állapotból történő lehűtés után a minta hosszirányú összenyomásával is ugyanilyen monovariáns szerkezet alakul ki, a minta hossz tengelyével párhuzamos könnyű mágnesezési iránnyal [76], a könnyű mágnesezési irány ugyanis merőleges a tetragonális elemi cella hosszabb, c oldalára. Így előzetes felmágnesezés vagy hosszirányú összenyomás után a könnyű mágnesezési irányban történő átmágnesezés hatására beinduló szakaszos doménfal mozgás jelentős mágneses Barkhausen-zajt eredményez. A továbbiakban a hosszirányú összenyomás után, negatív és pozitív telítés között mért mágneses Barkhausen-zaj statisztikus kiértékelését mutatom be.

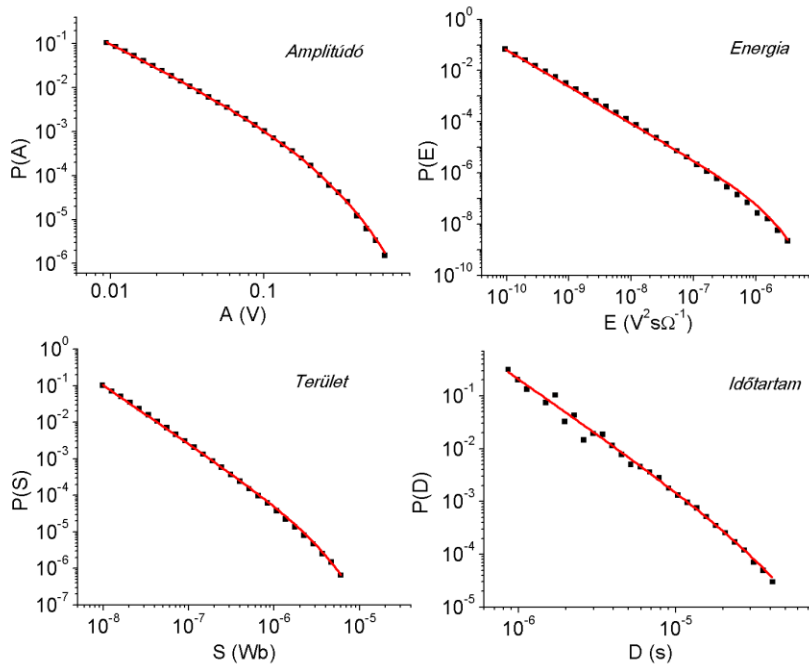
Barkhausen-zaj méréseknél lényeges szempont (ha statisztikai analízist kívánunk végezni), hogy a gerjesztési frekvencia elegendően alacsony legyen ahhoz, hogy az egyes lavinák elkülöníthetőek legyenek. Túl magas gerjesztési frekvenciáknál a (16) egyenletben szereplő X_0 levágási paraméter értéke kicsi lehet. Ilyenkor a valószínűségi sűrűségfüggvényekben a levágási rész lesz domináns, ezáltal a kitevőket csak nagy bizonytalansággal tudjuk meghatározni. Az általam használt berendezés segítségével elérhető gerjesztési frekvencia tartományban több gerjesztési frekvenciánál is méréseket végeztem (a frekvencia tartományt lehetőleg egyenletesen lefedve). Az egyes mérések kiértékelése után kapott amplitúdó eloszlásokat a 49. ábra szemlélteti. Még a legnagyobb gerjesztési frekvencia esetén sem tapasztalható az X_0 levágási értékben

változás, azaz még a legmagasabb frekvencia (33 mHz) is elegendően alacsonynak bizonyult a megfelelő statisztikus kiértékeléshez. A 49. ábrán feltüntetett mérések közül a 3.4 mHz gerjesztési frekvenciával végzett mérésen végeztem további kiértékeléseket.

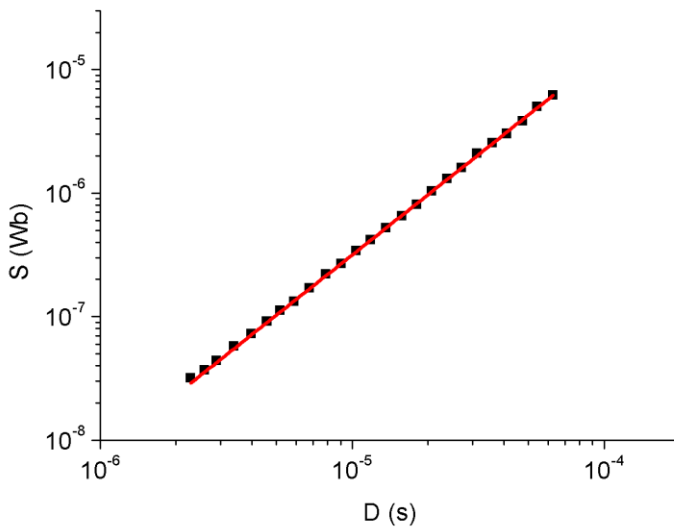


49. ábra. Különböző gerjesztési frekvenciákkal végzett Barkhausen-zaj mérések amplitúdó eloszlásai.

A kiértékelés részeként elvégeztem a rendszer válaszfüggvényével történő dekonvolúciót. A 3.4 mHz -es méréshez tartozó amplitúdó, energia, terület és időtartam valószínűségi sűrűségfüggvények az illesztett görbékkel együtt az 50. ábrán találhatóak. A bemutatott eloszlások log-log skálán több nagyságrenden keresztül lineárisak, magas levágási értékekkel rendelkeznek, ezáltal az egyes eloszlásokra jellemző kritikus exponensek kis bizonytalansággal határozhatóak meg. A kritikus exponensek értékeit az 51. ábrán bemutatott, az adott időtartamhoz tartozó átlagos lavinaméretet megadó függvény γ exponensével együtt, a 6. táblázatban foglaltam össze.



50. ábra. Amplitúdó, energia, terület és időtartam eloszlások. Az illesztett görbék paraméterei összefoglalva a 6. táblázatban találhatók.



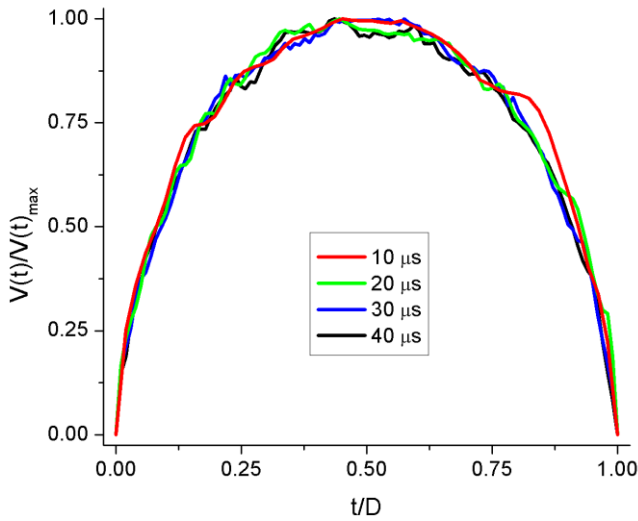
51. ábra. Az átlagos lavina terület az időtartam függvényében. $\gamma = 1.62 \pm 0.05$.

	Amplitúdó	Energia	Terület	Időtartam	Ter. – Időt.
α_X, γ	1.73 ± 0.05	1.44 ± 0.05	1.62 ± 0.05	2.0 ± 0.1	1.62 ± 0.05
X_0	0.16	$1.5 \cdot 10^{-6}$	$3.5 \cdot 10^{-6}$	$4 \cdot 10^{-5}$	–

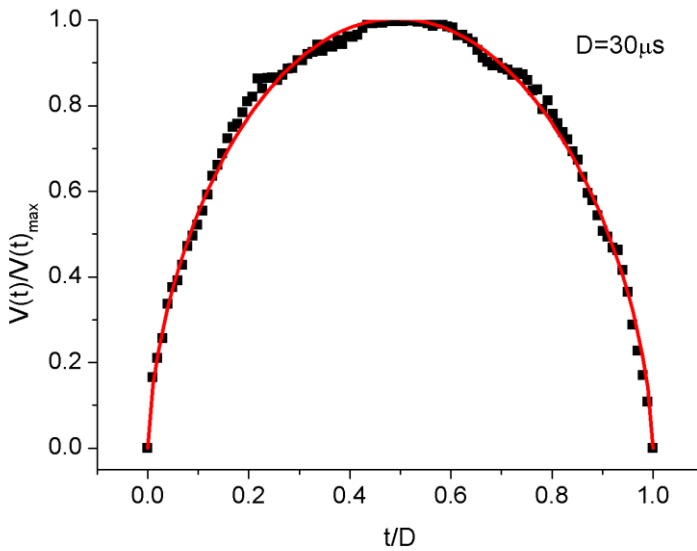
6. táblázat. A Ni_2MnGa -on mért Barkhausen-zaj különböző függvényeire illesztett görbék paraméterei.

Érdemes összevetni a 2. és 6. táblázatokat, amelyekben a különböző univerzalitási osztályok exponenseire tett elméleti becslések, valamint a saját eredményeim szerepelnek. A 6. táblázatban szereplő értékek a 2. táblázat sorai közül leginkább a hosszútávú kölcsönhatások esetére becsült értékekkel egyeznek. A terület és az időtartam kitevője hibahatáron belül megegyezik a hosszútávú kölcsönhatásokra kapott értékekkel. A terület-időtartam kapcsolatát megadó függvény γ exponense azonban inkább a rövidtávú kölcsönhatásokra [49]-ben közölt $\gamma = 1.56$ érték, illetve a hosszútávú kölcsönhatások osztályára közölt $\gamma = 1.77$ érték közé esik. Figyelembe véve, hogy a különböző publikációkban megtalálható, ugyanazon univerzalitási osztályhoz tartozó γ értékek között is jelentős eltérések vannak, a Ni_2MnGa martenzit fázisát Barkhausen-zaj szempontjából valószínűleg abba az univerzalitási osztályba sorolhatjuk, melyben a rugalmas kölcsönhatások hatótávolsága nagy.

Meghatároztam a rögzített időtartamhoz tartozó átlagos lavinaalakokat néhány különböző időtartamra ($10 - 40 \mu\text{s}$, 52. ábra). Itt a függőleges tengelyen az adott lavina amplitúdójával $(V(t)_{\max})$ normált feszültség szerepel, míg a vízszintes tengelyen az adott lavina időtartamával (D) normált múlt idő (t). Az 52. ábra alapján kijelenthető, hogy a normálások után a különböző időtartamokhoz tartozó átlagos lavinaalakok egymással fedésben vannak. Ezek közül a $D = 30 \mu\text{s}$ -hoz tartozó adatsort illesztettem meg a rögzített időtartamra vett átlagos jelalakra meghatározott ferdeséget is figyelembe vevő (34) egyenlettel. Az illesztés eredménye az 53. ábrán látható, a (34)-ben szereplő paraméterekre $\gamma = 1.60 \pm 0.03$ illetve $A_d = 0.03 \pm 0.01$ adódik. Az átlagos lavinaalak illesztéséből számolt γ meglehetősen jó egyezést mutat a terület-időtartam függvényből számolt γ értékkel. Az aszimmetriát megadó A_d paraméter értéke alapján az átlagos lavinaalak enyhén aszimmetrikus (baloldali aszimmetria), A_d jelentősen kisebb az irodalomban megtalálható legnagyobb értékeknél ($\pm 0.1 - 0.2$).

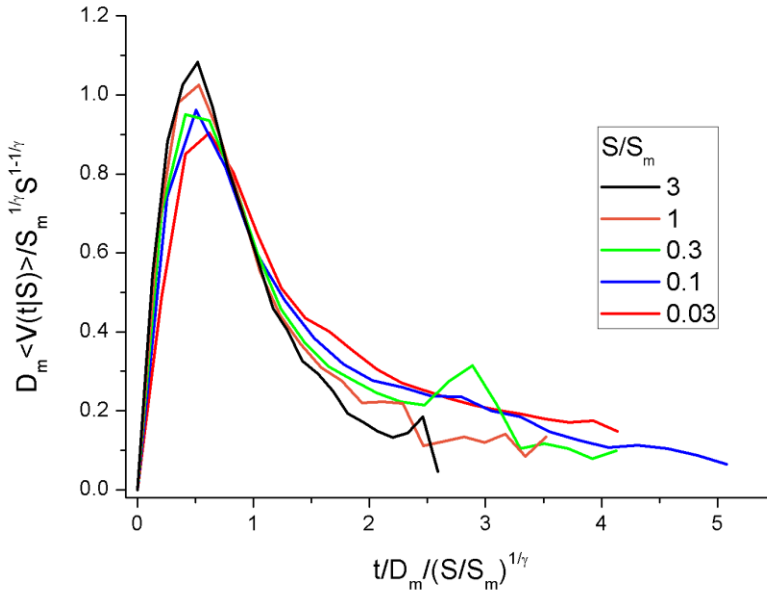


52. ábra. Különböző rögzített időtartamra számolt átlagos lavinaalakok.



53. ábra. 30 s időtartamú lavinák átlagos jelalakja, és az erre illeszthető (34) szerinti görbe. Az illesztett görbe paraméterei: $\gamma = 1.60 \pm 0.03$, valamint $A_d = 0.03 \pm 0.01$.

A rögzített területű lavinák átlagos jelalakja az 54. ábrán látható. S_m és D_m meghatározása után ($S_m = 1.05 \cdot 10^{-6} \text{ Wb}$, valamint $D_m = 14.2 \mu\text{s}$) az átlagos jelalakot több különböző S/S_m normalizált méret esetén is meghatároztam. A normálás következtében ezek a jelalakok többé-kevésbé egybeesnek.



54. ábra. Különböző rögzített, normalizált lavinaméret esetén vett átlagos jelalak.

Az 54. ábrán szemléltetett jelalakokat összehasonlítva a [57]-ben található elméleti számításokból kísérleti úton meghatározott átlagos jelalakokkal (4-6. ábrák [57]-ben), megállapítható hogy az általam meghatározott jelalakok kissé eltérnek az említett hivatkozásban szereplő jelalakoktól. Az átlagos jelalakok maximuma körülbelül azonos helyen van (0.5 – 0.75 körül), de az 54. ábrán bemutatott jelalakok nem csengenek le a normalizált időskálán 2 – 3 értékeknél, hanem csak jóval később. Hasonló változást figyeltek meg [77]-ben is, ahol elméleti úton vizsgálták az örvényáramok hatását az átlagos jelalakra. Ha az örvényáramok hatását nem vették figyelembe, [57]-hez hasonló átlagos lavinaalakok adódtak, míg nem elhanyagolható örvényáramok jelenlétében az 54. ábrán bemutatottakhoz

hasonlót. Ez alapján tehát a vizsgált mintában az örvényáramok torzító hatása nem elhanyagolható, a rögzített időtartamokhoz tartozó átlagos jelalak aszimmetriáját is valószínűleg ez okozza.

A Ni_2MnGa egykristály alakemlékező ötvözetén végzett Barkhausen-zaj mérések alapján kijelenthetjük tehát, hogy a Ni_2MnGa martenzit fázisa abba az univerzalitási osztályba tartozik, ahol a rugalmas kölcsönhatások hatótávolsága nagy. Az átlagos lavinaalakok vizsgálatánál a jelen lévő örvényáramok torzítják a jelalakokat. Ezt a hatást a minta elvékonyításával lehet csökkenteni. Mivel csak igen vékony ($200 - 1000 \text{ nm}$) minták esetében lehet a torzító hatásokat elhanyagolni [57], ezért célszerű valamilyen vékonyréteg építési technikával előállítani [78, 79] a mintát.

A VI.3. alfejezet eredményeit nem publikáltuk, így ezeket nem foglaltam tézispontba.

VII. Összefoglalás

Dolgozatomban egykristály Ni_2MnGa ferromágneses alakemlékező ötvözet ausztenit-martenzit fázisátalakulását kísérő zajokat tanulmányoztam. Termikus, akusztikus és mágneses emissziós méréseket végezve hozzájárultam a Ni_2MnGa tulajdonságainak és az ausztenit-martenzit fázisátalakulás jellegének jobb megértéséhez.

A VI.1. fejezetben kísérletileg megmutattam, hogy statisztikai analízisre alkalmas, szakaszos termikus emisszió megfigyelhető differenciális pásztázó kaloriméterrel is [34]. Ehhez kellően alacsony ($\sim 0.02 - 0.1 \text{ K/min}$) hűtési/fűtési sebességet kell alkalmaznunk, valamint a minta tömege és a felület érdessége is fontos szerepet játszik. Habár a minta felületének felérdesítése jelentősen növeli a zajaktivitást, a zaj egyéb statisztikai paramétereiben (kritikus exponensek) nem okoz változást [34]. (1. tézispont, [A1, P1])

Akusztikus és termikus emissziós vizsgálatokat végezve a fázisátalakulás közben megmutattam, hogy az akusztikus és termikus emissziókból meghatározott energia exponensek hibahatáron belül megegyeznek [34]. Ferromágneses alakemlékező ötvözetek esetén ez az első ilyen megfigyelés az irodalomban. A külső mágneses tér jelenléte nélkül végzett mérések esetén nagy aszimmetriát tapasztaltam a hűtésben és fűtésben kapott zajaktivitások és kitevők között [34, 74]. (2. tézispont, [A1, A2, P1, P2])

A VI.1. fejezetben bemutattam továbbá, hogy a rendelkezésemre álló ugyanolyan összetételű, de különböző előéletű, azaz különböző tulajdonságú martenzit ikerhatárokat tartalmazó mintákon mért kritikus exponensek a várakozásoknak megfelelően jó egyezést mutattak [34]. A három minta között csak martenzites állapotban, deformáció indukálta ikerhatár mozgás vizsgálatával tudunk különbséget tenni. Az ikerhatár mozgás közben mért ME statisztikai analízisével megmutattam, hogy a könnyen mozgó, II-es típusú ikerhatárokat tartalmazó minta amplitúdó és

energia exponense, valamint a ME formájában emittált energiája különbözik a másik két mintán mért exponensektől és energiáktól [69]. (3. tézispont, [A1, P1, A3])

A zajaktivitások egyidejűségére vonatkozóan több, egymásnak részben ellentmondó közlemény található [17, 19]. A VI.2.1. fejezetben szimultán végzett termikus és akusztikus emissziós, valamint szimultán akusztikus és mágneses emissziós mérések alapján megállapítottam, hogy a három féle zajjelenség jó koincidenciában van egymással, azaz ugyanazzal a start és finish hőmérséklettel rendelkeznek [74]. Továbbá a szimultán termikus és akusztikus emissziós mérések adatait felhasználva megmutattam, hogy nagyobb martenzit hányadhoz nagyobb akusztikus zajaktivitás tartozik [74]. (4. tézispont, [A2, P2, T1])

A VI.2.2. fejezetben az akusztikus és mágneses emisszió kritikus exponenseit a mágneses tér függvényében vizsgálva azt tapasztaltam, hogy egy adott értéknél a hűtésben és fűtésben kapott kitevők közti aszimmetria eltűnik, valamint az akusztikus és mágneses emisszió hatványkitevői megegyeznek. Ez a tér érték megfelel annak, ami felett a fázisátalakulás során rendezett martenzit struktúra alakul ki [74]. (5. tézispont, [A2, P2, T1])

A zajaktivitások korábban említett jó koincidenciája az egyes zajesemények között fennálló időbeli korrelációk részletes vizsgálatát tette indokolttá. Az egyes lavinák közti várakozási idők eloszlása alapján a VI.2.3. alfejezetben kijelentettem, hogy az akusztikus és mágneses események nem függetlenek egymástól, ráadásul a várakozási idők eloszlásai fedésben vannak hűtésben és fűtésben, illetve akusztikus és mágneses emisszió esetén is. Ugyanezeket a következtetéseket tudtam levonni a várakozási idők alapján zajcsomagokra osztott zajspektrumok eseményszámainak vizsgálatával is [74, 76]. (6. tézispont, [A2, A4, P2, T1, T2])

A VI.2.4. alfejezetben az összetartozó akusztikus és mágneses emissziós események közti időkéseket [19] vizsgálva arra a következtetésre jutottam, hogy egy adott késleltetési idő tartományban sokkal valószínűbb hogy az akusztikus jelet követi a mágneses, mint fordítva. Ez összhangban

van az előzetes várakozásunkkal, miszerint az akusztikus emissziót kiváltó strukturális átalakulás az elsődleges effektus, és a mágneses doménszerkezet átrendeződése ennek a következménye [74]. (7. tézispont, [A2, P2, T1, T2])

Végül a VI.3. fejezetben martenzites állapotban a könnyű mágnesezési irányban átmágnesezve a mintát nagy Barkhausen-zaj aktivitást tapasztaltam. Statisztikus kiértékelés után arra a következtetésre jutottam, hogy a Ni_2MnGa martenzit fázisa abba a mágneses univerzalitási osztályba tartozik, ahol a rugalmas kölcsönhatások hatótávolsága nagy. Az örvényáramok jelenléte miatt aszimmetrikus átlagos lavinaalakokat kaptam.

VIII. Summary

I have studied the austenite-martensite (At/Mt) transformation of single crystalline Ni_2MnGa ferromagnetic shape memory alloy (SMA), using noise measurement techniques. Thermal, acoustic and magnetic emission measurements were carried out for better understanding of the phase transition. Ferromagnetic SMAs are widely used in different applications (medical, space exploration and robotics) [1-5] taking advantage their good properties, therefore it is essential to understand better the details of the nature of the austenite-martensite phase transformation.

In this thesis, after a short introduction, Section IV.1 is about the basics of the austenite-martensite transformation. The SMAs have two phases with different crystal structures: the austenite (At) is the high symmetry (cubic) phase, and the martensite (Mt) is the low symmetry phase, which can be monoclinic, orthorhombic or tetragonal. Changing the temperature (or the stress) first order phase transition takes place between these two structures with short-range, local rearrangements of atoms. While the martensitic phase has lower symmetry, it can be formed in crystallographically equivalent, but differently oriented variants (twins), which can be transformed into each other by mechanical stress or magnetic field. This property is the basis of superelasticity, superplasticity and the shape memory effect.

In Sec. IV.2 the origin of noises during the phase transition and the statistical processing of the noises is described. The austenite-martensite transformation, i.e. the motion of the habit plane between the two structures is a stop and go type discontinuous process, and therefore we can detect different types of noises, such as thermal (TE) [6, 8], acoustic (AE) [6, 12] or magnetic (ME) [16, 19] emission. The first order phase transition creates thermal spikes in the DSC (differential scanning calorimeter) spectra. Elastic energy relaxations and the frictional interactions of the moving interface are the sources of acoustic emission. If at least one of the phases is ferromagnetic, we can detect magnetic emission too, which is similar to the classical Barkhausen noise, but different in origin, and it can be

observable even without external magnetic field. This ME is initiated by the phase transformation between two structures with different magnetic properties.

The statistical analysis of the above noises can provide important information about the nature of the At/Mt transformation. The classical threshold-based method was used to separate the noise events. An event starts, when the signal of the detector crosses the threshold level and continues, while the signal is above the threshold (duration time, D). The highest data during this time is the amplitude (A), while the integral of the square of the signal is the avalanche energy (E). (In case of TE, the amplitude of the signal is the energy, while the DSC measures heat power.) Furthermore, for ME the avalanche size (S) is the integral of the signal from the start to the end of the event and proportional with the change of the induction flux in the detector coil. The probability distribution functions of these quantities can be described by power functions with exponential cut-off: $P(X) = CX^{-\alpha_X} \exp(-X/X_0)$, where α_X is the critical exponent, $X = A, E, S, D$ and X_0 is the cut-off value of X . Based on these exponents, one can classify the materials into universality classes. The average avalanche shapes of the ME signals are also important, due to the fact, that the comparison of the experimental average signal shape with theoretical predictions offers a very good test for the current theories.

Section V is about the experimental part of my work. Three types of single crystalline Ni_2MnGa samples were investigated: “Not treated”, “Treated I” with Type I twin boundaries and “Treated II” with highly mobile Type II twin boundaries [66]. After introducing the samples, this section describes the experimental setup and the data processing methods.

I discussed my results in Sec. VI. Firstly, In Subsection VI.1. I demonstrated that lowering the heating/cooling rate well split peaks appear on the DSC curve, which are suitable for statistical analysis [34]. The mass of the sample and the surface roughness are also important to get the best signal/noise ratio. From TE and AE measurements I showed, that roughening the surface of the sample by electro-erosion increases the noise

activity, but it has no effect on the critical exponents [34]. (1st thesis point, [A1, P1])

In Subsection VI.1. I showed, that the critical exponents of the avalanche energies for TE and AE are also the same within the experimental errors in ferromagnetic SMAs [34], similarly as it was shown in one Cu-based alloy before [6]. Nevertheless the exponents for heating and cooling were slightly different, the exponents for heating are larger both for the amplitude and energy exponents of the AE [34, 74]. This behaviour can be related to the asymmetric acoustic activity, the number of hits was considerably larger for cooling. (2nd thesis point, [A1, A2, P1, P2])

Furthermore, as expected, during the phase transformation there was no difference in the critical exponents for all the investigated three types of the Ni₂MnGa samples [34] (they were different in their martensite variant structure, which has a little effect on the At/Mt transformation). In Subsection VI.1. I showed, that I could only make difference between the three samples with measuring deformation induced magnetic avalanches in martensitic phase [69]. (3rd thesis point, [A1, P1, A3])

In Subsection VI.2.1. from simultaneous detection of TE and AE I showed, that the noise activities were in a good coincidence, i.e. they had the same start and finish temperatures [74]. During cooling experiments lower level AE activity was observable after the martensite finish temperature, which can be attributed to elastic energy relaxations in the freshly formed martensite. The simultaneously measured AE and ME showed good coincidence too, therefore I could conclude, that all the three phenomena were in a plausible coincidence with each other. Furthermore I showed from simultaneous TE and AE measurements, that higher acoustic activity belongs to higher martensite fraction [74]. (4th thesis point, [A2, P2, T1])

In Subsection VI.2.2. I studied the magnetic field dependence of the AE and ME, too [74]. At lower magnetic field, below 50 – 100 mT, I observed similarly large asymmetry in the critical exponents for heating and cooling as in the former experiments. At around 50 – 100 mT, there was a decrease in the amplitude and energy exponents for heating and thus, above this value the exponents for heating and cooling were the same within the

experimental error both for AE and ME [74]. This behaviour can be attributed to the fact that at higher external magnetic field well oriented martensite structure develops with lower multiplicity of the martensite structure. The well-known $(\alpha_A - 1)/(\alpha_E - 1) = z$ scaling rule is valid with $z \approx 2$ for all amplitude (α_A) and energy (α_E) exponent pairs obtained during my work [34, 74]. (5th thesis point, [A2, P2, T1])

In addition in Subsection VI.2.3. I studied temporal correlations between single noise events [74]. Firstly, I investigated the interdependence of the closely recorded signals by creating the probability distributions of the waiting times. The experimentally determined normalized waiting time distributions deviate from the Poisson-type behaviour, which is valid for uncorrelated events. The waiting time distributions can be characterized by two power functions for short and long waiting times, respectively. Based on the waiting times I separated the avalanches into noise packages, or so called bursts. For uncorrelated events the probability distributions of the number of events belonging to the same burst with a properly chosen waiting time limit ($P_{ind.}(n; \tau_m)$) follow exponential behaviour. Any deviation from the exponential behaviour refers to temporal correlation between the events. The experimentally determined $P(n; \tau_m)$ functions showed power-law behaviour, indicating the bursty character of the AE and ME [74, 76]. Furthermore, the normalized probability functions of waiting times as well as the $P(n; \tau_m)$ functions are scaled together for AE and ME and for heating and cooling, indicating the universal character of these functions [74]. (6th thesis point, [A2, A4, P2, T1, T2])

From simultaneous measurement of AE and ME the correlation between these two phenomena was studied by calculating the time delay between consecutive AE and ME events [74] in Subsection VI.2.4. For uncorrelated events, the distributions of the time delays when an acoustic signal is followed by a magnetic avalanche and the distribution of the delays for the reverse case are indistinguishable. Above 100 μs the two distributions were the same, but below this value, it was more probable that an acoustic event is followed by a magnetic avalanche, than the reverse case. This observation is in accordance with the expectation, that the AE (accompanied with the jerky phase transition) is the primary effect and the

rearrangement of the magnetic domain structure is the consequence of the structural transformation. The difference was more significant when high magnetic field was applied. I obtained three orders of magnitude difference between the probabilities of the $10\ \mu\text{s}$ time delays at $600\ \text{mT}$ external magnetic field [74]. (7th thesis point, [A2, P2, T1, T2])

Finally, I carried out classical Barkhausen-noise measurements. Based on the critical exponents of the avalanche size and the duration times, as well as the γ exponent (characterizing the connection between the avalanche size and duration) in Subsection VI.3. I showed, that the martensite phase of Ni_2MnGa belongs in the universality class, where the range of the elastic interactions is long. The average avalanche shape for fixed durations as well as for fixed avalanche sizes are asymmetric due to the retarding effect of eddy currents.

IX. Köszönetnyilvánítás

Köszönettel tartozom témavezetőmnek, Dr. Daróczi Lajosnak, aki szakmai tanácsaival, valamint az általam használt mérőrendszerek fejlesztésével segítette a munkámat.

Külön köszönet illeti Prof. Dr. Beke Dezsőt, a kutatócsoportunk vezetőjét és diplomamunka témavezetőmet az átadott tudásért és a szakmai vezetésért. Munkája révén tehattünk szert a mintákra, valamint az előadások és publikációk elkészítésében is nélkülözhetetlen segítséget nyújtott.

Köszönöm Dr. Szabó Sándornak az akusztikus emissziós mérések terén nyújtott segítségét.

Köszönettel tartozok Dr. Halász Zoltánnak a statisztikai analízisben nyújtott segítségért.

Köszönöm Dr. Szabó Istvánnak és Dr. Erdélyi Zoltánnak, amiért tanszékvezetőkként lehetővé tették, hogy a Szilárdtest Fizikai Tanszéken végezzem a munkámat.

Köszönöm Bakóné Kósa Katalinnak, Gargya Józsefné Julikának, Kosztyuné Gottfried Évának, Dr. Kunné Sohler Dorottyának illetve Baloghné Dr. Bokor Zsuzsannának az adminisztrációs feladatokban nyújtott segítséget.

Köszönöm továbbá a tanszék valamennyi munkatársának a kellemes, jókedvű légkört.

Végül, de nem utolsó sorban köszönöm családomnak a türelmet és a támogatást.

A munkát támogatták:

TÁMOP-4.2.2.A-11/1/KONV-2012-0036 és a TÁMOP-4.2.2/B-10/1-2010-0024 számú projektek, melyek az Új Magyarország Fejlesztési Terv keretein belül, az Európai Szociális Alap és az Európai Regionális Fejlesztési Alap társfinanszírozásával valósultak meg,
valamint a
GINOP-2.3.2-15-2016-00041 számú projekt, amely az Európai Unió támogatásával, az Európai Regionális Fejlesztési Alap társfinanszírozásával valósult meg.

X. Publikációk

Az értekezéshez kapcsolódó publikációk

Referált folyóiratcikkek

A1. **L. Z. Tóth**, S. Szabó, L. Daróczi and D. L. Beke: *Calorimetric and Acoustic Emission study of martensitic transformation in single-crystalline Ni_2MnGa alloys*. Physical Review B **90**, 224103 (2014.)
IF: 3.736
Független hivatkozások: 5 (2018. 04. 16.)

A2. **L. Z. Tóth**, L. Daróczi, S. Szabó and D. L. Beke: *Simultaneous investigation of thermal, acoustic and magnetic emission during martensitic transformation in single crystalline Ni_2MnGa* . Physical Review B **93** 144108. (2016.)
IF: 3.836

A3. L. Daróczi, Sz. Gyöngyösi, **L. Z. Tóth** and D. L. Beke: *Effect of the martensite twin structure on the deformation induced magnetic avalanches in Ni_2MnGa single crystalline samples*. Scripta Materialia **114**, 161-164. (2016.)
IF: 3.747

A4. L. Daróczi, E. Piros, **L. Z. Tóth** and D. L. Beke: *Magnetic field induced random pulse trains of magnetic and acoustic noises in martensitic single-crystal*. Physical Review B **96** 014416. (2017.)
IF: 3.836 (2016)

Előadások

T1. **L. Z. Tóth**: *Szimultán mágneses és akusztikus emissziós vizsgálatok Ni_2MnGa alakemlékező ötvözetben*. Doffi konferencia 2016. 06. 16-19. Balatonfenyves, Magyarország

- T2. **L. Z. Tóth**, L. Daróczy, S. Szabó and D. L. Beke: *Temporal Correlations from Thermal, Acoustic and Magnetic Noise Measurements Obtained during A/M Transformation of Ni₂MnGa*. International Conference on Martensitic Transformations (ICOMAT 2017), 2017. 07. 09-14. Chicago, IL, United States of America
- T3. **L. Z. Tóth**, L. Daróczy, D. L. Beke: *Időbeli korrelációk vizsgálata Ni₂MnGa A/M transzformációja során végzett termikus, akusztikus és mágneses zajmérések alapján*. XI. Országos Anyagtudományi Konferencia 2017. 10. 15-17. Balatonkenese, Magyarország

Poszterek

- P1. **L. Z. Tóth**, L. Daróczy, S. Szabó, Z. Halász and D. L. Beke: *Statistical analysis of jerky character of DSC and acoustic emission signals obtained during martensitic transformation in single crystalline Ni₂MnGa*. International Conference on Martensitic Transformations (ICOMAT 2014), 2014. 07. 06-11. Bilbao, Spain
- P2. **L. Z. Tóth**, L. Daróczy, S. Szabó and D. L. Beke: *Acoustic and magnetic emission in Ni₂MnGa ferromagnetic shape memory alloy*. European Symposium on Martensitic Transformations (ESOMAT 2015), 2015. 09. 14-18. Antwerp, Belgium
- P3. L. Daróczy, E. Piros, **L. Z. Tóth** and D. L. Beke: *Jerky Magnetic and Acoustic Noises Induced by External Magnetic Field in Martensitic Single Crystalline Ni₂MnGa*. International Conference on Martensitic Transformations (ICOMAT 2017), 2017. 07. 09-14. Chicago, IL, United States of America

Egyéb közlemények

Referált folyóiratcikkek

OA1. L. Daróczi, Sz. Gyöngyösi, **L. Z. Tóth** and D. L. Beke: *Jerky magnetic noises generated by cyclic deformation of martensite in Ni_2MnGa single crystalline shape memory alloys*. Applied Physics Letters **106** 041908. (2015.)

IF: 3.142

OA2. M. K. Bolgár, **L. Z. Tóth**, S. Szabó, Sz. Gyöngyösi, L. Daróczi, E. Y. Panchenko, Y. I. Chumlyakov and D. L. Beke: *Thermal and acoustic noises generated by austenite/martensite transformation in NiFeGaCo single crystals*. Journal of Alloys and Compounds **658** 29. (2016.)

IF: 3.133

Független hivatkozások: 2 (2018. 04. 16.)

OA3. M. K. Bolgár, L. Daróczi, **L. Z. Tóth**, E. E. Timofeeva, E. Y. Panchenko, Y. I. Chumlyakov and D. L. Beke: *Effect of γ precipitates on thermal and acoustic noise emitted during austenite/martensite transformation in NiFeGaCo single crystals*. Journal of Alloys and Compounds **705** 840. (2017.)

IF: 3.133 (2016)

OA4. D. Beke, M. K. Bolgár, **L. Z. Tóth** and L. Daróczi: *On the asymmetry of the forward and reverse martensitic transformations in shape memory alloys*. Journal of Alloys and Compounds **741** 106-115. (2018.)

IF: 3,133 (2016)

Poszterek

OP1. L. Daróczi, Sz. Gyöngyösi, **L. Z. Tóth** and D. L. Beke: *Generation of Magnetic Noises in Ni_2MnGa Single Crystal by Deformation in*

Martensitic State. International Conference on Martensitic Transformations (ICOMAT 2014), 2014. 07. 06-11. Bilbao, Spain

OP2. D. L. Beke, M. K. Bolgár, **L. Z. Tóth** and L. Daróczy: *Thermal and acoustic noises generated by austenite/martensite transformation in single crystalline NiFeGaCo single crystals*. European Symposium on Martensitic Transformations (ESOMAT 2015), 2015. 09. 14-18. Antwerp, Belgium

OP3. D. L. Beke, M. K. Bolgár, **L. Z. Tóth** and L. Daróczy: *On the asymmetry of the forward and reverse martensitic transformations in shape memory alloys*. International Conference on Martensitic Transformations (ICOMAT 2017), 2017. 07. 09-14. Chicago, IL, United States of America

XI. Irodalomjegyzék

1. Heczko, O., Scheerbaum, N., and Gutfleisch, O., *Nanoscale magnetic materials and applications*. 2009, USA: Springer.
2. Krevet, B., Pinneker, V., and Kohl, M., *A magnetic shape memory foil actuator loaded by a spring*. Smart Materials and Structures, 2012. **21**(9): p. 094013.
3. Ullakko, K., Wendell, L., Smith, A., and Hampikian, G., *A magnetic shape memory micropump: contact-free, and compatible with PCR and human DNA profiling*. Smart Materials and Structures, 2012. **21**(11): p. 115020.
4. Straka, L., Heczko, O., Seiner, H., Lanska, N., Drahokoupil, J., Soroka, A., Fähler, S., Hänninen, H., and Sozinov, A., *Highly mobile twinned interface in 10M modulated Ni–Mn–Ga martensite: analysis beyond the tetragonal approximation of lattice*. Acta Materialia, 2011. **59**(20): p. 7450-7463.
5. Smith, A.R., Saren, A., Järvinen, J., and Ullakko, K., *Characterization of a high-resolution solid-state micropump that can be integrated into microfluidic systems*. Microfluidics and Nanofluidics, 2015. **18**(5-6): p. 1255-1263.
6. Gallardo, M.C., Manchado, J., Romero, F.J., Del Cerro, J., Salje, E.K., Planes, A., Vives, E., Romero, R., and Stipcich, M., *Avalanche criticality in the martensitic transition of Cu 67.64 Zn 16.71 Al 15.65 shape-memory alloy: A calorimetric and acoustic emission study*. Physical Review B, 2010. **81**(17): p. 174102.
7. Salje, E. *Interfacial Properties and Critical Avalanche Exponents of Shape Memory Alloys and Related Materials*. in *Solid State Phenomena*. 2011. Trans Tech Publ.
8. Romero, F., Manchado, J., Martin-Olalla, J., Gallardo, M., and Salje, E., *Dynamic heat flux experiments in Cu67. 64Zn16. 71Al15. 65: Separating the time scales of fast and ultra-slow kinetic processes in martensitic transformations*. Applied Physics Letters, 2011. **99**(1): p. 011906.
9. Baró, J., Martín-Olalla, J.-M., Romero, F.J., Gallardo, M.C., Salje, E.K., Vives, E., and Planes, A., *Avalanche correlations in the martensitic transition of a Cu–Zn–Al shape memory alloy: analysis of acoustic emission and calorimetry*. Journal of Physics: Condensed Matter, 2014. **26**(12): p. 125401.
10. Carrillo, L. and Ortín, J., *Avalanches in the growth of stress-induced martensites*. Physical Review B, 1997. **56**(18): p. 11508.
11. Ludwig, B., Strothkaemper, C., Klemradt, U., Moya, X., Mañosa, L., Vives, E., and Planes, A., *An acoustic emission study of the effect of a magnetic*

- field on the martensitic transition in Ni₂MnGa*. Applied Physics Letters, 2009. **94**(12): p. 121901.
12. Niemann, R., Baró, J., Heczko, O., Schultz, L., Fähler, S., Vives, E., Mañosa, L., and Planes, A., *Tuning avalanche criticality: Acoustic emission during the martensitic transformation of a compressed Ni-Mn-Ga single crystal*. Physical Review B, 2012. **86**(21): p. 214101.
 13. Planes, A., Mañosa, L., and Vives, E., *Acoustic emission in martensitic transformations*. Journal of Alloys and Compounds, 2013. **577**: p. S699-S704.
 14. Vives, E., Soto-Parra, D., Mañosa, L., Romero, R., and Planes, A., *Driving-induced crossover in the avalanche criticality of martensitic transitions*. Physical Review B, 2009. **80**(18): p. 180101.
 15. Niemann, R., Kopeček, J., Heczko, O., Romberg, J., Schultz, L., Fähler, S., Vives, E., Mañosa, L., and Planes, A., *Localizing sources of acoustic emission during the martensitic transformation*. Physical Review B, 2014. **89**(21): p. 214118.
 16. Balogh, Z., Daróczy, L., Harasztosi, L., Beke, D.L., Lograsso, T.A., and Schlagel, D.L., *Magnetic emission during austenite-martensite transformation in Ni₂MnGa shape memory alloy*. Materials transactions, 2006. **47**(3): p. 631-634.
 17. Sullivan, M.R., Shah, A.A., and Chopra, H.D., *Pathways of structural and magnetic transition in ferromagnetic shape-memory alloys*. Physical Review B, 2004. **70**(9): p. 094428.
 18. Armstrong, J.N., Felske, J.D., and Chopra, H.D., *Multiple phase transitions found in a magnetic Heusler alloy and thermodynamics of their magnetic internal energy*. Physical Review B, 2010. **81**(17): p. 174405.
 19. Baró, J., Dixon, S., Edwards, R.S., Fan, Y., Keeble, D.S., Mañosa, L., Planes, A., and Vives, E., *Simultaneous detection of acoustic emission and Barkhausen noise during the martensitic transition of a Ni-Mn-Ga magnetic shape-memory alloy*. Physical Review B, 2013. **88**(17): p. 174108.
 20. Daróczy, L., Gyöngyösi, S., Tóth, L.Z., Szabó, S., and Beke, D.L., *Jerky magnetic noises generated by cyclic deformation of martensite in Ni₂MnGa single crystalline shape memory alloys*. Applied Physics Letters, 2015. **106**(4): p. 041908.
 21. Pérez-Reche, F.J., Vives, E., Mañosa, L., and Planes, A., *Athermal character of structural phase transitions*. Physical review letters, 2001. **87**(19): p. 195701.
 22. Tanaka, Y., Himuro, Y., Kainuma, R., Sutou, Y., Omori, T., and Ishida, K., *Ferrous polycrystalline shape-memory alloy showing huge superelasticity*. Science, 2010. **327**(5972): p. 1488-1490.

23. Schumann, H. and Péter, D., *Kristálygeometria és a fémek rácstranzformációi*. 1985: Műszaki Kvk.
24. Heczko, O., Kopecký, V., Sozinov, A., and Straka, L., *Magnetic shape memory effect at 1.7 K*. Applied Physics Letters, 2013. **103**(7): p. 072405.
25. Heczko, O., Sozinov, A., and Ullakko, K., *Giant field-induced reversible strain in magnetic shape memory NiMnGa alloy*. Magnetics, IEEE Transactions on, 2000. **36**(5): p. 3266-3268.
26. Heczko, O., Soroka, A., and Hannula, S.-P., *Magnetic shape memory effect in thin foils*. Applied Physics Letters, 2008. **93**(2): p. 2503.
27. Straka, L. and Heczko, O., *Superelastic response of Ni-Mn-Ga martensite in magnetic fields and a simple model*. Magnetics, IEEE Transactions on, 2003. **39**(5): p. 3402-3404.
28. O'Handley, R.C., *Model for strain and magnetization in magnetic shape-memory alloys*. Journal of Applied Physics, 1998. **83**(6): p. 3263-3270.
29. Yu, S., Ma, L., Liu, G., Liu, Z., Chen, J., Cao, Z., Wu, G., Zhang, B., and Zhang, X., *Magnetic field-induced martensitic transformation and large magnetoresistance in NiCoMnSb alloys*. Applied physics letters, 2007. **90**(24): p. 242501.
30. Beke, D.L., Daróczy, L., and Elrasasi, T.Y., *Determination of Elastic and Dissipative Energy Contributions to Martensitic Phase Transformation in Shape Memory Alloys*. SHAPE MEMORY ALLOYS—PROCESSING, CHARACTERIZATION AND APPLICATIONS, 2013: p. 167.
31. Elrasasi Yousif, T., *Elastic and Dissipative Energies in Phase Transformation of Cu-based Shape Memory Alloys*. 2012.
32. Ortin, J. and Planes, A., *Thermodynamic analysis of thermal measurements in thermoelastic martensitic transformations*. Acta metallurgica, 1988. **36**(8): p. 1873-1889.
33. Salje, E.K. and Dahmen, K.A., *Crackling noise in disordered materials*. Annu. Rev. Condens. Matter Phys., 2014. **5**(1): p. 233-254.
34. Tóth, L.Z., Szabó, S., Daróczy, L., and Beke, D.L., *Calorimetric and acoustic emission study of martensitic transformation in single-crystalline Ni_2MnGa alloys*. Physical Review B, 2014. **90**(22): p. 224103.
35. Bolgár, M.K., Tóth, L.Z., Szabó, S., Gyöngyösi, S., Daróczy, L., Panchenko, E., Chumlyakov, Y., and Beke, D.L., *Thermal and acoustic noises generated by austenite/martensite transformation in NiFeGaCo single crystals*. Journal of Alloys and Compounds, 2016. **658**: p. 29-35.
36. Baram, J. and Rosen, M., *On the nature of the thermoelastic martensitic phase transformation in $\text{Au-47.5 at.}\%$ Cd determined by acoustic emission*. Acta Metallurgica, 1982. **30**(3): p. 655-662.
37. Lebyodkin, M., Shashkov, I., Lebedkina, T., Mathis, K., Dobron, P., and Chmelik, F., *Role of superposition of dislocation avalanches in the*

- statistics of acoustic emission during plastic deformation*. Physical Review E, 2013. **88**(4): p. 042402.
38. Bükki-Deme, A., *Impulzus alapú Barkhausen-zaj vizsgálat szerkezeti acélokon*. Doktori értekezés, 2011.
 39. Kovács, Z., Ezzeldien, M., Máthis, K., Ispánovity, P., Chmelík, F., and Lendvai, J., *Statistical analysis of acoustic emission events in torsional deformation of a Vitreloy bulk metallic glass*. Acta Materialia, 2014. **70**: p. 113-122.
 40. Shashkov, I., Lebyodkin, M., and Lebedkina, T., *Multiscale study of acoustic emission during smooth and jerky flow in an AlMg alloy*. Acta Materialia, 2012. **60**(19): p. 6842-6850.
 41. Danku, Z., Lenkey, G.B., and Kun, F., *Statistical features of magnetic noise in mixed-type impact fracture*. Applied Physics Letters, 2015. **106**(6): p. 064102.
 42. Press, W.H., Teukolsky, S., Vetterling, W., and Flannery, B., *Numerical recipes in C*. Cambridge University Press, 1988. **1**: p. 547-549.
 43. Newman, M.E., *Power laws, Pareto distributions and Zipf's law*. Contemporary physics, 2005. **46**(5): p. 323-351.
 44. Clauset, A., Shalizi, C.R., and Newman, M.E., *Power-law distributions in empirical data*. SIAM review, 2009. **51**(4): p. 661-703.
 45. Ràfols, I. and Vives, E., *Statistics of avalanches in martensitic transformations. II. Modeling*. Physical Review B, 1995. **52**(17): p. 12651.
 46. Perković, O., Dahmen, K., and Sethna, J.P., *Avalanches, Barkhausen noise, and plain old criticality*. Physical review letters, 1995. **75**(24): p. 4528.
 47. Durin, G. and Zapperi, S., *The role of stationarity in magnetic crackling noise*. Journal of Statistical Mechanics: Theory and Experiment, 2006. **2006**(01): p. P01002.
 48. Durin, G. and Zapperi, S., *On the power spectrum of magnetization noise*. Journal of magnetism and magnetic materials, 2002. **242**: p. 1085-1088.
 49. Durin, G. and Zapperi, S., *The Science of Hysteresis*. Vol. II, edited by G. Bertotti and I. Mayergoyz Elsevier, Amsterdam, 2006: p. 181-267.
 50. Mehta, A.P., Mills, A.C., Dahmen, K.A., and Sethna, J.P., *Universal pulse shape scaling function and exponents: Critical test for avalanche models applied to Barkhausen noise*. Physical Review E, 2002. **65**(4): p. 046139.
 51. Laurson, L., Illa, X., Santucci, S., Tallakstad, K.T., Måløy, K.J., and Alava, M.J., *Evolution of the average avalanche shape with the universality class*. Nature communications, 2013. **4**.
 52. Kuntz, M.C. and Sethna, J.P., *Noise in disordered systems: The power spectrum and dynamic exponents in avalanche models*. Physical Review B, 2000. **62**(17): p. 11699.

53. Papanikolaou, S., Bohn, F., Sommer, R.L., Durin, G., Zapperi, S., and Sethna, J.P., *Universality beyond power laws and the average avalanche shape*. Nature Physics, 2011. **7**(4): p. 316-320.
54. Zapperi, S., Castellano, C., Colaiori, F., and Durin, G., *Signature of effective mass in crackling-noise asymmetry*. Nature Physics, 2005. **1**(1): p. 46-49.
55. Danku, Z. and Kun, F., *Temporal and spacial evolution of bursts in creep rupture*. Physical review letters, 2013. **111**(8): p. 084302.
56. Dobrinevski, A., Le Doussal, P., and Wiese, K.J., *Avalanche shape and exponents beyond mean-field theory*. EPL (Europhysics Letters), 2015. **108**(6): p. 66002.
57. Durin, G., Bohn, F., Correa, M., Sommer, R., Doussal, P.L., and Wiese, K., *Quantitative scaling of magnetic avalanches*. arXiv preprint arXiv:1601.01331, 2016.
58. Bohn, F., Corrêa, M., Carara, M., Papanikolaou, S., Durin, G., and Sommer, R., *Statistical properties of Barkhausen noise in amorphous ferromagnetic films*. Physical Review E, 2014. **90**(3): p. 032821.
59. Sethna, J.P., Dahmen, K.A., and Myers, C.R., *Crackling noise*. Nature, 2001. **410**(6825): p. 242-250.
60. Durin, G. and Zapperi, S., *Scaling exponents for Barkhausen avalanches in polycrystalline and amorphous ferromagnets*. Physical Review Letters, 2000. **84**(20): p. 4705.
61. Bak, P., Christensen, K., Danon, L., and Scanlon, T., *Unified scaling law for earthquakes*. Physical Review Letters, 2002. **88**(17): p. 178501.
62. Corral, A. and Christensen, K., *Comment on "Earthquakes descaled: On waiting time distributions and scaling laws"*. Physical review letters, 2006. **96**(10): p. 109801.
63. Baró, J., Corral, Á., Illa, X., Planes, A., Salje, E.K., Schranz, W., Soto-Parra, D.E., and Vives, E., *Statistical similarity between the compression of a porous material and earthquakes*. Physical Review Letters, 2013. **110**(8): p. 088702.
64. Omori, F., *On the after-shocks of earthquakes*. Journal of the College of Science, Imperial University of Tokyo, 1894. **7**: p. 111–200.
65. Karsai, M., Kaski, K., Barabási, A.-L., and Kertész, J., *Universal features of correlated bursty behaviour*. Scientific reports, 2012. **2**.
66. Sozinov, A., Lanska, N., Soroka, A., and Straka, L., *Highly mobile type II twin boundary in Ni-Mn-Ga five-layered martensite*. Applied Physics Letters, 2011. **99**(12): p. 124103.
67. Kaufmann, S., Niemann, R., Thersleff, T., Rößler, U.K., Heczko, O., Buschbeck, J., Holzapfel, B., Schultz, L., and Fähler, S., *Modulated martensite: why it forms and why it deforms easily*. New Journal of Physics, 2011. **13**(5): p. 053029.

68. Straka, L., Hänninen, H., Soroka, A., and Sozinov, A. *Ni-Mn-Ga single crystals with very low twinning stress*. in *Journal of Physics: Conference Series*. 2011. IOP Publishing.
69. Daróczi, L., Gyöngyösi, S., Tóth, L.Z., and Beke, D.L., *Effect of the martensite twin structure on the deformation induced magnetic avalanches in Ni₂MnGa single crystalline samples*. *Scripta Materialia*, 2016. **114**: p. 161-164.
70. Beke, D.L., Bolgár, M.K., Tóth, L.Z., and Daróczi, L., *On the asymmetry of the forward and reverse martensitic transformations in shape memory alloys*. *Journal of Alloys and Compounds*, 2018. **741**: p. 106-115.
71. Straka, L., Novák, V., Landa, M., and Heczko, O., *Acoustic emission of Ni–Mn–Ga magnetic shape memory alloy in different straining modes*. *Materials Science and Engineering: A*, 2004. **374**(1): p. 263-269.
72. Bhattacharya, K., *Microstructure of Martensite. materials modelling*. 2007, Oxford materials.
73. Kaufmann, S., Rößler, U., Heczko, O., Wuttig, M., Buschbeck, J., Schultz, L., and Fähler, S., *Adaptive modulations of martensites*. *Physical review letters*, 2010. **104**(14): p. 145702.
74. Tóth, L.Z., Daróczi, L., Szabó, S., and Beke, D.L., *Simultaneous investigation of thermal, acoustic, and magnetic emission during martensitic transformation in single-crystalline Ni₂MnGa*. *Physical Review B*, 2016. **93**(14): p. 144108.
75. Balandraud, X., Barrera, N., Biscari, P., Grédiac, M., and Zanzotto, G., *Strain intermittency in shape-memory alloys*. *Physical Review B*, 2015. **91**(17): p. 174111.
76. Daróczi, L., Piros, E., Tóth, L.Z., and Beke, D.L., *Magnetic field induced random pulse trains of magnetic and acoustic noises in martensitic single-crystal Ni₂MnGa*. *Physical Review B*, 2017. **96**(1): p. 014416.
77. Dobrinevski, A., Le Doussal, P., and Wiese, K.J., *Statistics of avalanches with relaxation and Barkhausen noise: A solvable model*. *Physical Review E*, 2013. **88**(3): p. 032106.
78. Khelifaoui, F., Kohl, M., Buschbeck, J., Heczko, O., Fähler, S., and Schultz, L., *A fabrication technology for epitaxial Ni-Mn-Ga microactuators*. *The European Physical Journal-Special Topics*, 2008. **158**(1): p. 167-172.
79. Kohl, M., Agarwal, A., Chernenko, V., Ohtsuka, M., and Seemann, K., *Shape memory effect and magnetostriction in polycrystalline Ni–Mn–Ga thin film microactuators*. *Materials Science and Engineering: A*, 2006. **438**: p. 940-943.