

# Svojstva Cu-Al-Mn legure s prisjetljivosti oblika nakon hladnog vučenja

---

**Pavičić, Nikolina**

**Master's thesis / Diplomski rad**

**2019**

*Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj:* **University of Zagreb, Faculty of Metallurgy / Sveučilište u Zagrebu, Metalurški fakultet**

*Permanent link / Trajna poveznica:* <https://urn.nsk.hr/um:nbn:hr:115:338990>

*Rights / Prava:* [In copyright/Zaštićeno autorskim pravom.](#)

*Download date / Datum preuzimanja:* **2024-12-25**



*Repository / Repozitorij:*

[Repository of Faculty of Metallurgy University of Zagreb - Repository of Faculty of Metallurgy University of Zagreb](#)



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
METALURŠKI FAKULTET

Nikolina Pavičić

DIPLOMSKI RAD

Sisak, rujan 2019.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
METALURŠKI FAKULTET

Nikolina Pavičić

**SVOJSTVA Cu-Al-Mn LEGURE S PRISJETLJIVOSTI OBLIKA NAKON  
HLADNOG VUČENJA**

**DIPLOMSKI RAD**

Mentor: prof. dr. sc. Stjepan Kožuh  
Komentor: doc. dr. sc. Ivana Ivanić

Članovi Povjerenstva za ocjenu i obranu diplomskog rada:

Predsjednik: prof. dr. sc. Mirko Gojić

Član: prof. dr. sc. Stjepan Kožuh

Član: doc. dr. sc. Ivana Ivanić

Član: izv. prof. dr. sc. Ljerka Slokar Benić

Član: doc. dr. sc. Ivan Jandrić

Zamjenski član: izv. prof. dr.sc. Tamara Holjevac Grgurić

Sisak, rujan 2019.

IME: Nikolina

PREZIME: Pavičić

MATIČNI BROJ: M-63/17

Na temelju članka 19. stavak 2. Etičkog kodeksa Sveučilišta u Zagrebu dajem sljedeću

## IZJAVU O IZVORNOSTI

Izjavljujem da je moj diplomski rad pod naslovom:

SVOJSTVA Cu-Al-Mn LEGURE S PRISJETLJIVOSTI OBLIKA NAKON HLADNOG VUČENJA

izvorni rezultat mojeg rada te da se u izradi istoga nisam koristio drugim izvorima osim onih koji su u njemu navedeni.

Sisak, 16. 9. 2019.

(vlastoručni potpis)

*Izrazi koji se koriste u ovoj Izjavi, a imaju rodno značenje, koriste se neutralno i odnose se jednako i na ženski i na muški rod.*

Ovaj rad je financirala Hrvatska zaklada za znanost projektom IP-2014-09-3405.

*Zahvaljujem se svojim mentorima, prof. dr. sc. Stjepanu Kožuhu i doc. dr. sc. Ivani Ivanić na velikodušnoj pomoći prilikom izrade ovoga rada. Posebno se zahvaljujem svojim roditeljima na bezuvjetnoj potpori tijekom studiranja, te hvala mojoj sestri, bratu i prijateljima.*

## SAŽETAK

### SVOJSTVA Cu-Al-Mn LEGURE S PRISJETLJIVOSTI OBLIKA NAKON HLADNOG VUČENJA

U ovom radu provedena je mikrostrukturalna karakterizacija Cu-Al-Mn legure s prisjetljivosti oblika. Legura Cu-11,9Al-2,5Mn (mas. %) s prisjetljivosti oblika dobivena je postupkom vertikalnog kontinuiranog lijevanja u obliku šipke promjera 8 mm. Procesom toplog valjanja i kovanja u profiliranom alatu dobivena je šipka promjera 4,80 mm. Šipka je zatim bila podvrgnuta procesu hladnog vučenja čime je dobivena žica promjera 4,47 mm, 3,22 mm i 1,80 mm. Između provlaka hladnog vučenja uzorci su bili toplinski obrađeni na 580 °C/60 minuta i 600 °C/60 minuta. Mikrostrukturalna karakterizacija uzorka provedena je optičkom svjetlosnom mikroskopijom (OM) i pretražnom elektronском mikroskopijom (SEM) s energijsko disperzijskom spektrometrijom (EDS). Detaljnom analizom mikrostrukture zamijećena je dvofazna ( $\alpha + \beta$ ) mikrostruktura u lijevanom stanju, dok uzorci nakon hladnog vučenja pokazuju dvofaznu (martenzit +  $\alpha$ ) mikrostrukturu. Odabrani uzorci su zatim bili podvrgnuti postupku toplinske obrade na 900 °C/15 minuta te su naglo ohlađeni u vodi sobne temperature. OM i SEM analizom uzorka vidljiva je martenzitna mikrostruktura koja nastaje kao posljedica hlađenja legure iz  $\beta$ -faznog područja. Mikrotvrdoća uzorka raste sa smanjenjem promjera žice. Uzorci nakon toplinske obrade pokazuju niže vrijednosti mikrotvrdoće u odnosu na uzorce nakon hladnog vučenja.

**Ključne riječi:** legure s prisjetljivosti oblika, Cu-Al-Mn legura, martenzit, hladno vučenje

## ABSTRACT

### PROPERTIES OF Cu-Al-Mn SHAPE MEMORY ALLOY AFTER COLD DRAWING

In this paper, microstructural characterization of Cu-Al-Mn shape memory alloy was performed. The Cu-11.9Al-2.5Mn (wt.%) shape memory alloy was produced by vertical continuous casting technique obtaining bars of 8 mm in diameter. With the process of hot rolling and forging in a profiled tool the 4.80 mm bar was produced. The bar was then subjected to a cold drawing process to obtain a wire of 4.47 mm, 3.22 mm and 1.80 mm in diameter. Between cold drawing runs, the samples were heat treated at 580 °C/60 minutes and 600 °C/60 minutes. Microstructural characterization of the samples was performed by optical microscopy (OM) and scanning electron microscopy (SEM) with energy dispersive spectrometry (EDS). A detailed analysis of the microstructure revealed a two-phase ( $\alpha + \beta$ ) microstructure in the as-cast state, while the samples after cold drawing showed a two-phase (martensite +  $\alpha$ ) microstructure. The selected samples were then subjected to heat treatment procedure at 900 °C/15 minutes which was followed by rapid cooling in room temperature water. OM and SEM analysis of the samples revealed a martensitic microstructure as a result of cooling the alloy from the  $\beta$ -phase region. The microhardness of the samples increases with decreasing wire diameter. Samples after heat treatment show lower values of microhardness compared to samples after cold drawing.

**Keywords:** shape memory alloys, Cu-Al-Mn alloy, martensite, cold drawing

## **SADRŽAJ:**

|   |    |
|---|----|
| <b>1. UVOD</b>  | 1  |
| <b>2. TEORIJSKI DIO</b>   | 2  |
| 2.1. Povijesni razvoj legura s prisjetljivosti oblika                                     | 2  |
| 2.2. Martenzitna transformacija   | 3  |
| 2.2.1. Efekt prisjetljivosti oblika   | 7  |
| 2.2.1.1. Jednosmjeran efekt prisjetljivosti oblika  | 7  |
| 2.2.1.2. Dvosmjeran efekt prisjetljivosti oblika  | 8  |
| 2.2.2. Pseudoelastičnost i superelastičnost   | 9  |
| 2.3. Legure s prisjetljivosti oblika  | 11 |
| 2.3.1. Legure na bazi nikla   | 11 |
| 2.3.2. Legure na bazi željeza   | 13 |
| 2.3.3. Legure na bazi bakra   | 13 |
| 2.3.3.1. Legure Cu-Zn-Al s prisjetljivosti oblika   | 14 |
| 2.3.3.2. Legure Cu-Al-Ni s prisjetljivosti oblika   | 15 |
| 2.3.3.3. Legure Cu-Al-Mn s prisjetljivosti oblika   | 16 |
| 2.4. Primjena legura s prisjetljivosti oblika   | 18 |
| 2.5. Općenito o deformaciji   | 21 |
| 2.6. Toplinska obrada   | 25 |
| <b>3. EKSPERIMENTALNI DIO</b>   | 27 |
| 3.1. Kontinuirano lijevanje Cu-Al-Mn legure   | 27 |
| 3.2. Hladno vučenje   | 28 |
| 3.3. Toplinska obrada   | 30 |
| 3.4. Priprema uzorka za mikrostrukturnu karakterizaciju                                   | 31 |
| 3.5. Optička mikroskopija   | 33 |
| 3.6. Pretražna elektronska mikroskopija   | 33 |
| 3.7. Mjerenje mikrotvrdoće  | 35 |
| <b>4. REZULTATI I RASPRAVA</b>  | 37 |
| 4.1. Optička mikroskopija Cu-Al-Mn legure nakon lijevanja i hladnog vučenja               | 37 |
| 4.2. Pretražna elektronska mikroskopija Cu-Al-Mn legure nakon lijevanja i hladnog vučenja | 41 |
| 4.3. Optička mikroskopija Cu-Al-Mn legure nakon toplinske obrade                          | 54 |
| 4.4. Pretražna elektronska mikroskopija Cu-Al-Mn legure nakon toplinske obrade            | 56 |
| 4.5. Utjecaj hladnog vučenja i toplinske obrade na mikrotvrdoću Cu-Al-Mn legure           | 65 |
| <b>5. ZAKLJUČAK</b>   | 67 |
| <b>6. LITERATURA</b>  | 68 |

## 1. UVOD

Zadnjih nekoliko desetljeća svjedoci smo izuzetnog razvoja tehnologije koji zahtjeva primjenu materijala prikladnih za rad u veoma složenim sustavima. Od materijala se zahtjeva da budu što lakši, da imaju povoljnu mikrostrukturu i mehanička svojstva te da mogu odgovoriti na promjene uvjeta radne okoline. To je potaknulo znanstvenike da se okrenu razvoju i dizajnu novih materijala koji posjeduju kombinaciju izuzetnih svojstava. Skupini takvih „pametnih“ materijala pripadaju legure s prisjetljivosti oblika.

Legure s prisjetljivosti oblika (eng. *shape memory alloys*, SMA) imaju tipična svojstva metala kao što su obradivost, otpornost, krutost i slično, no za njih je karakteristično svojstvo oporavka nakon deformacije, odnosno prisjetljivost oblika [1].

Prisjetljivost oblika je specifično svojstvo pojedinih materijala koji se mogu vratiti u svoj početan oblik primjenom toplinskog opterećenja. Povećanje temperature unutar tih materijala rezultira oporavkom zaostalih naprezanja nakon mehaničkog opterećenja. Ovo svojstvo je rezultat faznog pomaka, u kojem se reorganizira kristalna struktura. Ta se reorganizacija kristalne strukture također može dogoditi kada se nametne polje naprezanja. Polja toplinskog i mehaničkog naprezanja pokazuju uzajamni utjecaj i djelovanje jednog polja mijenja karakteristične vrijednosti drugog [1]. U slučaju materijala s prisjetljivosti oblika, postoje dvije faze, stabilne pri niskim i pri visokim temperaturama: martenzitna („hladna“) faza te austenitna („vruća“) faza [1]. U slučaju legura s prisjetljivosti oblika austenitna faza je polazna faza u kojoj započinje transformacija u mekšu, martenzitnu fazu. Faznu transformaciju može inducirati smanjenje temperature ili povećanje naprezanja što rezultira formiranjem odgovarajućeg tipa martenzita [2].

Postoji veliki broj legura koje posjeduju svojstvo prisjetljivosti oblika te u posljednjih nekoliko godina dolazi do povećanog interesa za njihovu primjenu u komercijalne svrhe. Zbog povoljnih svojstava kao što su pseudoelastičnost i termoelastičnost, koriste se u automobilskoj, zrakoplovnoj i svemirskoj industriji, a biokompatibilnost omogućuje primjenu ovih legura i u medicini [3].

U okviru ovog diplomskog rada provest će se mikrostrukturna karakterizacija Cu-Al-Mn legure s prisjetljivosti oblika te utvrditi utjecaj hladnog vučenja na svojstva.

## **2. TEORIJSKI DIO**

### **2.1. Povijesni razvoj legura s prisjetljivosti oblika**

Svojstvo pseudoelastičnosti prvi je uočio Arne Ölander 1932. godine u Au-Cd leguri. Na istoj leguri su Chang i Read 1951. godine uočili fenomen fazne promjene te su izvijestili o „oporavku oblika“ [1]. Godine 1938. Greninger i Mooradian demonstrirali su termoelastičnost u Cu-Zn leguri tijekom istraživanja legura od mjedi. Detaljniju studiju tog fenomena su 1949. godine objavili Kurdyumov i Khandros [1].

Zbog visokih cijena materijala i složenosti proizvodnje, Au-Cd i Cu-Zn legure nisu bile prikladne za komercijalnu proizvodnju i zbog toga nisu izazvale veći interes. To se promjenilo s Ni-Ti legurom čija su svojstva prisjetljivosti oblika 1965. godine uočili američki znanstvenici Buehler i Wiley [1]. Ova legura poznata pod komercijalnim nazivom nitinol pokazuje najbolja svojstva prisjetljivosti oblika uz kombinaciju odlične otpornosti na koroziju, stabilne konfiguracije i biokompatibilnosti što je čini idealnim materijalom za izradu medicinskih implantanata [1]. Nitinol se vrlo uspješno primjenjuje od 70-ih godina prošlog stoljeća za izradu spojnica cijevi u hidrauličnom sustavu vojnog zrakoplova F-14. Dodatak niobija omogućuje primjenu ove legure za izradu spojnica i ventila za svemirsку industriju [1].

Osim Ni-Ti legura, svojstvo prisjetljivosti oblika uočeno je u brojnim drugim legurama kao što su legure na bazi bakra, Cu-Zn-Al i Cu-Al-Ni legure te nedavno razvijene legure na bazi željeza kao što su Fe-Pt i Fe-Pd. Prednost legura na bazi bakra i željeza je njihova niža cijena u odnosu na Ni-Ti legure [1]. Razvoj legura na bazi bakra započinje 50-ih godina sa Au-Cd i Cu-Zn legurama. Istraživane su različite kombinacije metala u potrazi za legurom koja je cjenovno prihvatljivija i jednostavnija za proizvodnju. Kao takva se pokazala jednostavna kombinacija Cu-Al koja ima jasno definirane karakteristike prisjetljivosti oblika, ali su transformacijske temperature previsoke za opću uporabu. To se rješava dodatkom trećeg elementa kao što je cink, nikal, mangan ili berilij. Najčešća upotreba ovih materijala je u civilnim cijevnim spojnicama i hidrauličnim priključcima, mehaničkim prigušivačima, termalnim aktuatorima i senzorskim sustavima [1].

Legure s prisjetljivosti oblika i danas su predmet brojnih istraživanja s ciljem poboljšanja njihovih svojstava, trajnosti i stabilnosti kako bi se mogle primjenjivati u složenijim sistemima. To se nastoji ostvariti poboljšanjem sastava materijala kako bi se postigao širi raspon radne temperature, bolja stabilnost materijala, bolji odziv materijala i slično. Također se provode istraživanja alternativnih materijala s prisjetljivosti oblika kao što su legure koje mijenjaju oblik pod utjecajem magnetskog polja, memorijska keramika, tanki limovi i njihove kombinacije [3].

## 2.2. Martenzitna transformacija

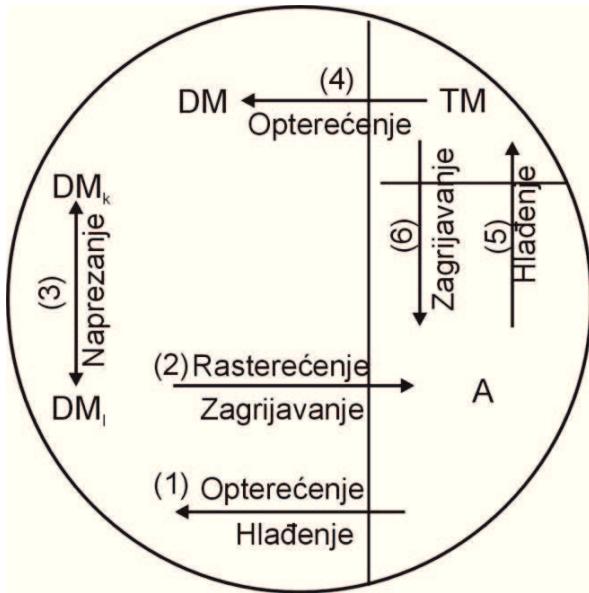
Martenzitna transformacija jedna je od najrasprostranjenijih faznih transformacija uočena u velikom broju materijalnih sustava uključujući metalne, polimerne i keramičke sustave te je upravo ona odgovorna za ponašanje legura s prisjetljivosti oblika [4]. Martenzitna transformacija je povratni kristalografski reorientacijski proces između dviju stabilnih faza. Zbiva se kada Gibbsova energija martenzita postaje niža od Gibbsove energije austenita pri temperaturi ispod kritične temperature  $T_0$ . Kritična temperatura  $T_0$  predstavlja temperaturu termodinamičke ravnoteže pri kojoj su Gibbsove energije obje faze jednake. Kao posljedica martenitne transformacije javlja se efekt prisjetljivosti oblika (*eng. shape memory effect, SME*) i pseudoelastičnost [5].

Legure s prisjetljivosti oblika imaju dvije stabilne faze s različitim kristalnim strukturama i svojstvima. Visokotemperaturna, austenitna faza ima prostorno centriranu kristalnu strukturu, dok se niskotemperaturna faza naziva martenit i karakterizira je monoklinska, ortorombska ili tetragonska kristalna struktura [6].

Moguće je nastajanje šest skupina martenitnih pločica s po četiri međusobno različite orijentacije martenzita odnosno moguće su 24 varijante martenzita. Morfologija martenzita može biti samoprilagođavajuća ili inducirana naprezanjem. Martenzitna faza može nastati u obliku tankih pločica, iglica ili štapića s dobro definiranom kristalnom orijentacijom u odnosu na kristal početne austenitne faze. Da bi se postigla samoprilagođavajuća morfologija martenzita potrebna je prisutnost najmanje dviju varijanti martenzita, potrebno je svesti komponente deformacije osnove legure na minimum te je potrebno nastajanje kristalografski povoljnih, koherenčnih ravnina između martenitnih varijanti [5].

Austenit i samoprilagođavajući martenit mogu postojati istodobno tijekom toplinskih ciklusa bez naprezanja. Postoji šest mogućih transformacija između austenita, samoprilagođavajućeg martenzita i martenzita inducirano naprezanjem, a one su (slika 1):

1. austenit se transformira u naprezanjem inducirani martenit pod djelovanjem naprezanja ( $A \rightarrow DM$ )
2. naprezanjem inducirani martenit transformira se povratno u austenit nakon rasterećenja na visokim temperaturama ( $DM \rightarrow A$ )
3. naprezanjem inducirani martenit (varijanta k) transformira se u drugi naprezanjem inducirani martenit (varijanta l) pri određenom naprezanju ( $DM_k \rightarrow DM_l$ )
4. samoprilagođavajući martenit transformira se u naprezanjem inducirani martenit pri određenom naprezanju ( $TM \rightarrow DM$ )
5. austenit se transformira u samoprilagođavajući martenit ( $A \rightarrow TM$ )
6. samoprilagođavajući martenit se transformira u austenit pri zagrijavanju ( $TM \rightarrow A$ ) [7].



Slika 1. Shematski prikaz šest faznih transformacija legura s prisjetljivosti oblika; A – austenit, TM – samoprilagodavajući martenzit, DM – naprezanjem inducirani martenzit,  $DM_k$  – naprezanjem inducirani martenzit (varijanta k) i  $DM_l$  – naprezanjem inducirani martenzit (varijanta l) [7]

Martenzit nastaje deformacijom i distorzijom austenitne rešetke. Deformacija rešetke podrazumijeva sve kretnje atoma koje rezultiraju stvaranjem nove strukture/faze tijekom transformacije. Distorzija rešetke ili invarijantna smicanja u rešetki ustrojen je mehanizam formiranja nove strukture uključujući promjenu oblika i promjenu volumena. Materijali s prisjetljivosti oblika prolaze samo promjenu oblika tijekom martenzitnih transformacija, dok volumen ostaje isti ili neznatno promijenjen [4]. Svaka formirana martenzitna ćelija koja nastaje ima različitu kristalografsku orientaciju naspram izvorne kubne faze što se naziva varijantom. Postoje dvije varijante martenzita: samoprilagodavajuća varijanta i naprezanjem inducirana varijanta. Kada je samoprilagodavajuća martenzitna struktura (monoklinska, ortorombska ili tetragonska) podvrgnuta primjenjenom opterećenju, razdvajajuće smično naprezanje djeluje na ravninu dvojnikovanja i kada dostigne kritičnu vrijednost, razviti će se najviše preferirana varijanta (izabrana na orientaciji primjenjenog naprezanja) unatoč ostalim varijantama. Taj proces se naziva „dvojnikovanje“ (eng. *twinning*). U slučaju pseudoelastičnosti, razdvajajuće smično naprezanje dostizanjem kritične vrijednosti uzduž nepromjenjive ravnine dovodi do nastanka naprezanjem induciranih martenzita [8].

Smično naprezanje unutar jednog kristala se zbiva uzduž nepromjenjive specifične ravnine, koja tvori međuspoj martenzitne i austenitne faze. Ta ravnina se naziva nepromjenjivom ravninom kristalne rešetke jer se ne rotira ili deformira tijekom procesa transformacije [8].

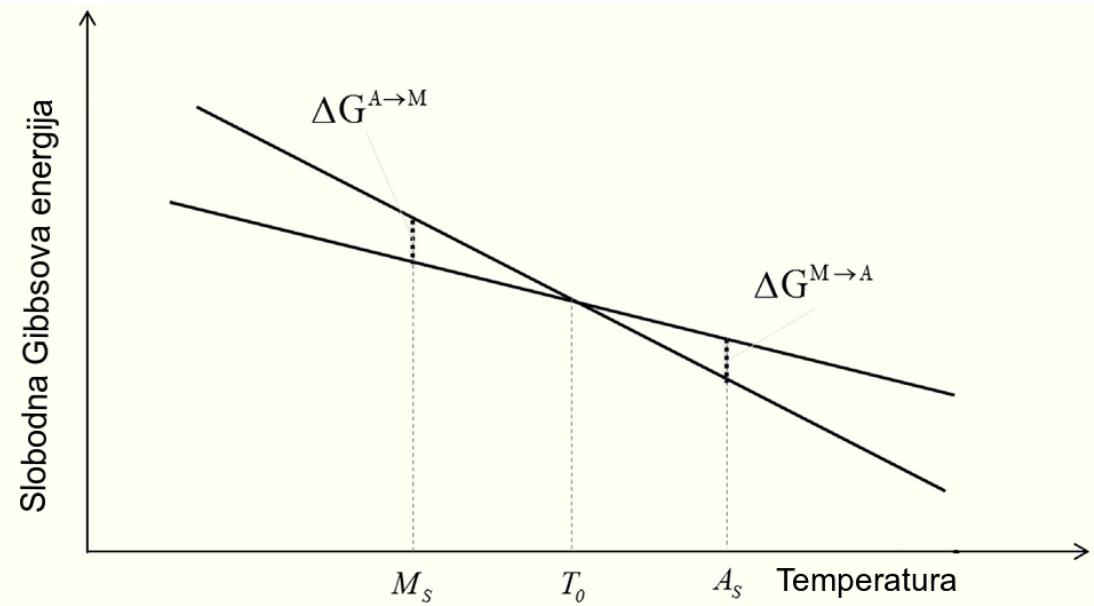
Transformacija u martenzit se može odviti uzduž nepromjenjive ravnine rešetke pomoću dva različita mehanizma:

- klizanje (tj. pomak atoma za jedno ili više atomskih mesta) i
- srašćivanje (tj. pomak atoma kroz dio atomskog mesta).

Oba navedena mehanizma pomažu u nastanku martenzita s malom ili nikakvom volumnom promjenom samog materijala. Naprezanje dobiveno takvim zajedničkim pomicanjem naziva se nepromjenjivim naprezanjem rešetke te je srašćivanje čest mehanizam kod legura s prisjetljivosti oblika. Odsrašćivanje je proces koji rezultira relativnim pomicanjem atoma koji onda mogu uzrokovati promjenu makroskopskog oblika. Na taj način mogu zadržati izvorne atomske veze koje zagrijavanjem omogućavaju da se austenit vrati u originalnu kristalografsku strukturu. Izvorna austenitna faza uobičajeno ima kubičnu strukturu (B2). Martenzit koji nastaje iz austenita može imati različite kristalografske strukture ovisno o dodanim legirajućim elementima [8].

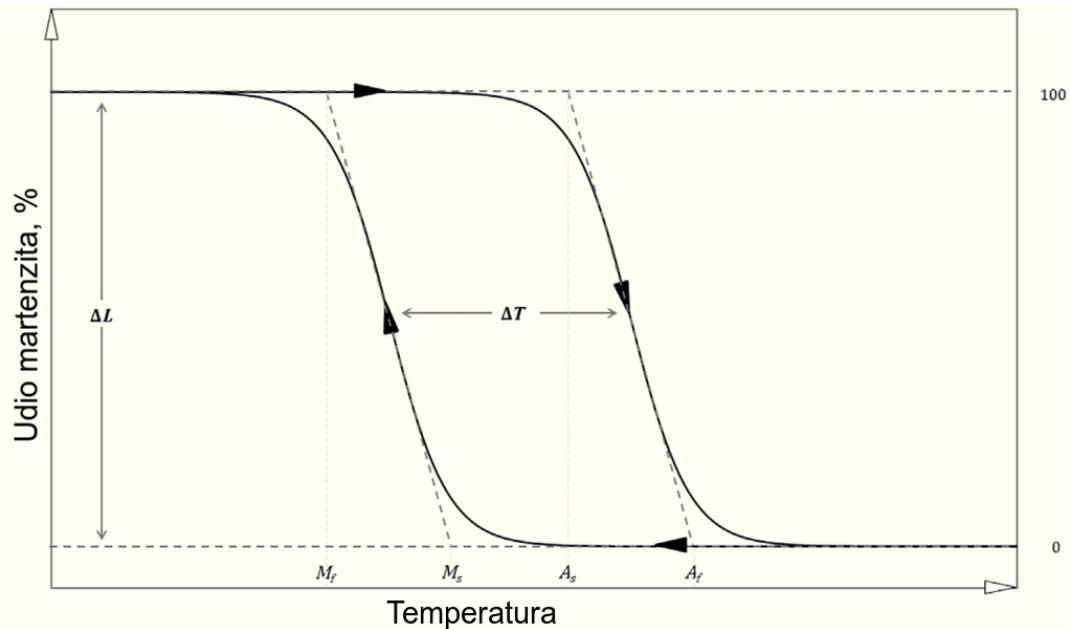
Kada se legura s prisjetljivosti oblika zagrije, započinje transformacija martenzita u austenitnu fazu. Austenitna početna temperatura ( $A_s$ ) je temperatura na kojoj počinje ova transformacija i austenitna završna temperatura ( $A_f$ ) je temperatura na kojoj je ova transformacija dovršena. Kad se legura s prisjetljivosti oblika zagrije iznad  $A_s$ , počinje se skupljati i transformirati u strukturu austenita, tj. nastoji se vratiti u svoj izvorni oblik. Ova transformacija je moguća čak i pod velikim opterećenjem, što rezultira visokom energijom aktiviranja. Tijekom postupka hlađenja, austenitna faza se počinje transformirati natrag u martenzitnu fazu pri martenzitnoj početnoj temperaturi ( $M_s$ ) i završava kada dosegne martenzitnu završnu temperaturu ( $M_f$ ). Najviša temperatura na kojoj martenzit više ne može biti opterećen je  $M_d$ , a iznad te temperature legura s prisjetljivosti oblika se trajno deformira poput bilo kojeg običnog metalnog materijala [3].

Slika 2 prikazuje shematski prikaz Gibbsove slobodne energije dviju faza kao funkciju temperature. Pritom  $T_0$  označava ravnotežnu temperaturu koja predstavlja temperaturu na kojoj je energija obje faze jednaka. Transformacija se zbiva kada Gibbsova energija martenzita postane niža od Gibbsove energije austenita na  $T_0$ . Ako na leguru nije primijenjeno naprezanje, transformacija počinje na temperaturi  $M_s$ , ispod  $T_0$ . Pokretačka sila označena je na slici 2 kao  $\Delta G^A \rightarrow M$ , dok obrnuta transformacija počinje pri temperaturi  $A_s$ , iznad  $T_0$ , a njezina pokretačka sila označena je kao  $\Delta G^M \rightarrow A$  [6].



Slika 2. Slobodna Gibbsova energija martenzita i austenita kao funkcija temperature [6]

Tijekom transformacija dolazi do pojave temperaturne histerezze jer se transformacije koje se odvijaju zagrijavanjem i hlađenjem legure ne odvijaju na istim temperaturama (slika 3) [5].



Slika 3. Temperaturna histereza i karakteristične temperature martenzitne transformacije [6]

Histereza je mjera razlike u transformacijskim temperaturama između grijanja i hlađenja (tj.  $\Delta T = A_f - M_s$ ), što se općenito definira između temperature na kojima se materijal 50 % transformira u austenit nakon zagrijavanja i 50 % transformira u martenzit nakon hlađenja. Transformacijska temperatura histereze obično iznosi između 10 °C i 50 °C što ovisi o vrsti legure s prisjetljivosti oblika [4]. Ovo svojstvo je važno i zahtijeva pažljivo razmatranje tijekom odabira materijala za ciljane tehničke primjene. Potrebna je mala histereza za primjene brzog aktiviranja, a za zadržavanje unaprijed definiranog oblika potrebna je veća histereza unutar velikog temperaturnog raspona [3].

Temperature faznih transformacija i ponašanje petlje histereze ovise o kemijskom sastavu i termomehaničkoj obradi legure, te o radnom okruženju same primjene (npr. primijenjeno opterećenje) [3]. Na temperature faznih transformacija također mogu utjecati mikrostrukturni defekti, stupanj uređenja osnovne faze i veličina zrna osnovne faze [5].

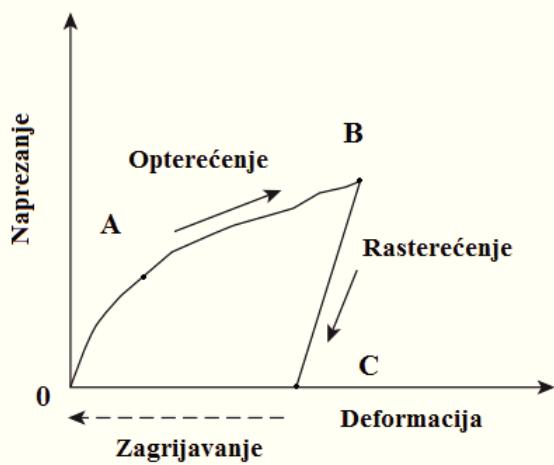
Neka fizička i mehanička svojstva legura s prisjetljivosti oblika variraju između austenitne i martenzitne faze kao što je Youngov modul elastičnosti, električni otpor, toplinska vodljivost i koeficijent toplinskog širenja. Struktura austenita je relativno tvrda i ima mnogo veći Youngov modul, dok je martenzitna struktura mekša i savitljiva tj. može se lako deformirati primjenom vanjske sile [3]. Latentna toplina transformacije ovisi o smjeru transformacije (energija se dovodi ili oslobađa). Transformacija austenita u martenzit je egzotermna fazna transformacija, dok je povratna transformacija martenzita u austenit endotermna fazna transformacija [5].

## 2.2.1. Efekt prisjetljivosti oblika

Efekt prisjetljivosti oblika omogućuje leguri povratak u početni oblik. Potrebno je provesti određeni „trening“ legure da se dobije trenutačni oblik. To se ostvaruje toplinskom ili termomehaničkom obradom, a najpoznatija metoda „treninga“ je deformiranje na povišenim temperaturama, iznad temperature  $A_f$ , zatim hlađenje na sobnu temperaturu, pri čemu je legura konstantno podvrgнутa naprezanju [5]. Efekt prisjetljivosti oblika može biti jednosmjeren ili dvosmjeren.

### 2.2.1.1. Jednosmjeren efekt prisjetljivosti oblika

Jednosmjeren efekt prisjetljivosti oblika (eng. *one – way shape memory effect*, OWSME) prisutan je u legurama koje zadržavaju deformirano stanje nakon prestanka djelovanja vanjske sile, a vraćaju se u svoj početni oblik nakon zagrijavanja [3]. Na slici 4 prikazan je dijagram naprezanje-deformacija. Točka A predstavlja kritičnu vrijednost naprezanja pri čemu započinje transformacija samoprilagođavajućeg martenzita u deformacijski induciranim martenzitu, te završava u točki B. Točka C predstavlja zaostalo istezanje po završetku procesa opterećenje – rasterećenje koje se može oporaviti zagrijavanjem legure pri čemu se inducira povratna fazna transformacija [5].

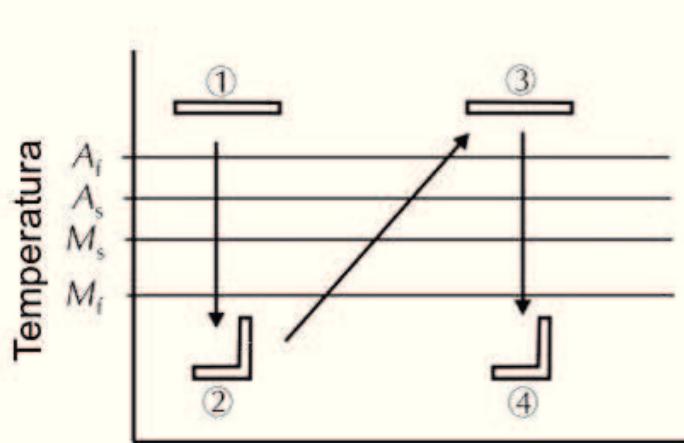


Slika 4. Dijagram naprezanje – deformacija za leguru s prisjetljivosti oblika [8]

### 2.2.1.2. Dvosmjeran efekt prisjetljivosti oblika

Dvosmjeran efekt prisjetljivosti oblika (*eng. two – way shape memory effect, TWSME*) (slika 5) omogućuje leguri prisjetljivost oblika u martenzitnoj i austenitnoj fazi, odnosno „hladnoj“ i „vrućoj“ fazi. Ovaj efekt omogućuje leguri kretnju između dva oblika jednostavnom promjenom temperature, bez djelovanja opterećenja [6]. Da bi to bilo moguće, legura mora biti podvrgnuta određenom „treningu“ koji može biti:

- termomehaničko cikliranje gdje legura „pamti“ oblik visokotemperaturne i niskotemperaturne faze te promjenom temperature dolazi do promjene oblika,
- stabilizacija naprezanjem induciranih martenzita (metoda „treninga“ u jednom ciklusu) gdje se prate precipitati  $\gamma$ -faze i deformacijsko polje koje nastaje/nestaje oko njih tijekom promjene temperature [5].

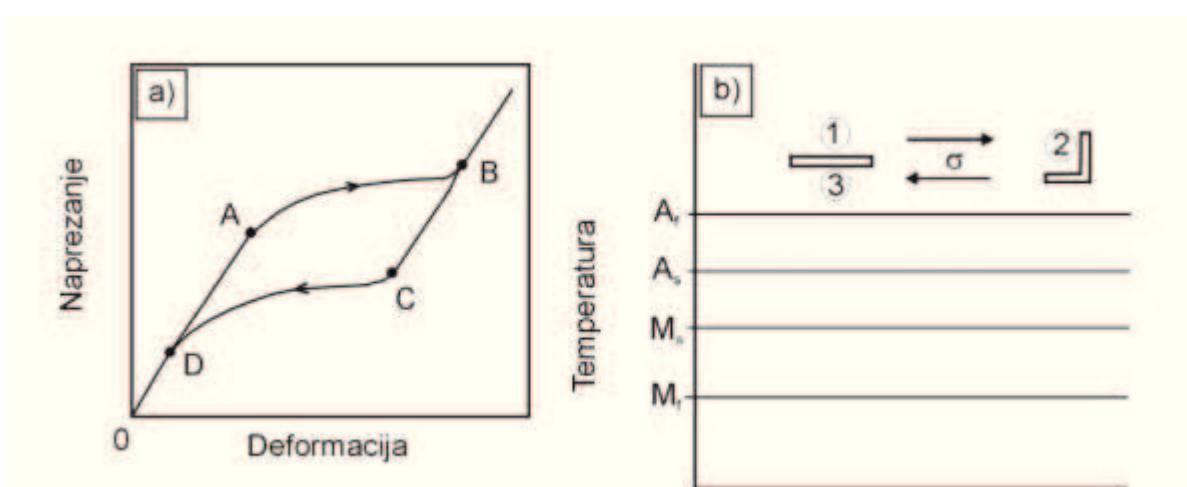


Slika 5. Dvosmjeran efekt prisjetljivosti oblika (1 i 3 prikazuju izvorni oblik legure, 2 i 4 prikazuju oblik nakon hlađenja) [8]

## 2.2.2. Pseudoelastičnost i superelastičnost

Uz efekt prisjetljivosti oblika, kao oblik termomehaničkog ponašanja legura s prisjetljivosti oblika javlja se i pseudoelastičnost. Izraz pseudoelastičnost predstavlja pojavu nastajanja martenzitne faze primjenom termomehaničkog opterećenja tijekom kojeg iz austenitne faze nastaje naprezanjem inducirani martenzit pri konstantnoj temperaturi, odnosno na temperaturama iznad temperature  $A_f$ . Proces je povezan sa znatnom neelastičnom deformacijom, koja nestaje nakon rasterećenja, odnosno martenzitno – austenitne transformacije [5].

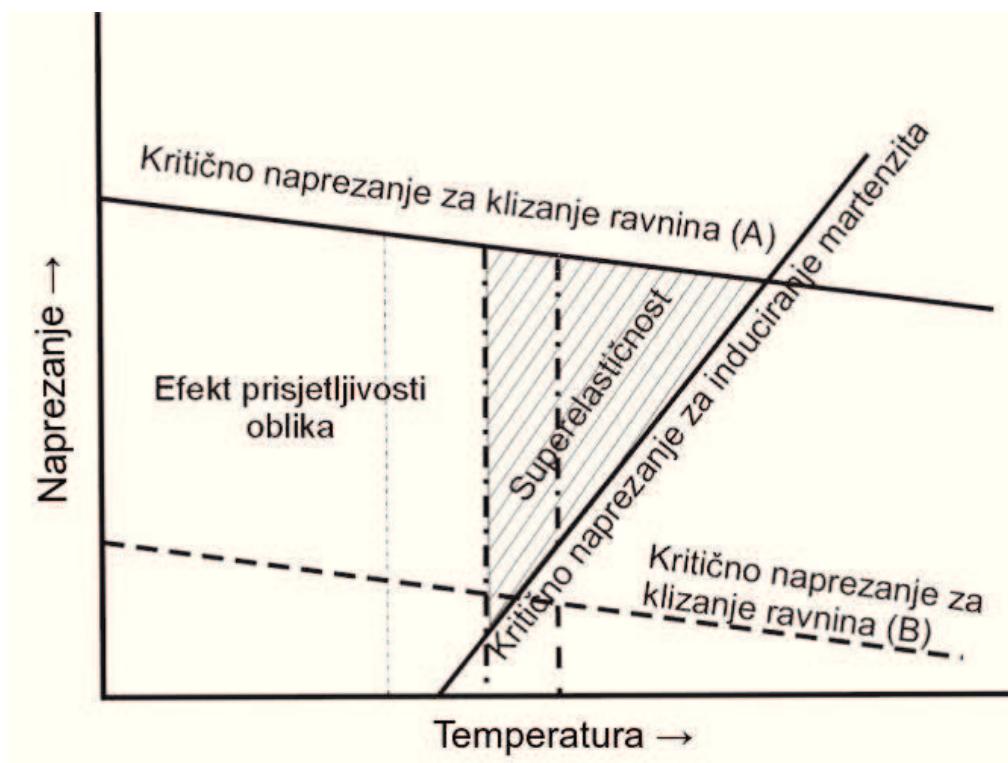
Na slici 6 prikazan je dijagram naprezanje-deformacija koji prikazuje makroskopsko ponašanje pseudoelastičnosti kod legura s prisjetljivosti oblika. Mehaničkim ispitivanjem pri konstantnoj sili i konstantnoj temperaturi iznad  $A_f$ , u uzorku se javlja elastična deformacija dok se ne dostigne kritična vrijednost do točke A. Tada se odvija transformacija austenit  $\rightarrow$  martenzit, odnosno povećava se udio martenzita. Transformacija završava u točki B gdje se mikrostruktura u potpunosti sastoji od martenzita induciranih naprezanjem. Tijekom procesa rasterećenja, legura se elastično oporavlja što je prikazano na dijagramu od točke B do točke C. Od točke C do točke D, odvija se povratna transformacija iz martenzita u austenit. Po završetku mehaničkog ispitivanja legura nema zaostalog istezanja [5].



Slika 6. Dijagram naprezanje - deformacija legure s prisjetljivosti oblika (a) i shematski prikaz pseudoelastičnosti (b) [5]

Superelastičnost predstavlja reverzibilnu transformaciju uzrokovana termomehaničkim opterećenjem. U nekim slučajevima, starenje martenzitne faze omogućuje reverzibilnost nastanka martenzita induciranim naprezanjem tijekom rasterećenja pri temperaturama ispod temperature  $M_f$ . Rezultirajuća  $\sigma - \epsilon$  krivulja je slična superelastičnoj krivulji te se taj fenomen naziva "rubber-like" efekt. "Rubber-like" efekt je ponašanje martenzitne faze i odvija se zbog reverzibilne reorientacije martenzita [8].

Superelastičnost i efekt prisjetljivosti oblika su vrlo usko povezane pojave čiji je odnos prikazan na slici 7. Efekt prisjetljivosti oblika javlja se na temperaturama ispod  $A_s$ , zatim slijedi zagrijavanje iznad  $A_f$ , dok se superelastičnost javlja iznad temperature  $A_f$ , gdje je martenzit potpuno nestabilan u odsutnosti naprezanja. Efekt prisjetljivosti oblika i superelastičnost mogu postojati zajedno u temperaturnom intervalu između  $A_s$  i  $A_f$ . Pravac s pozitivnim koeficijentom smjera pokazuje kritično naprezanje koje je potrebno za induciranje martenzita. Pravci s negativnim koeficijentom smjera (A i B) predstavljaju kritično naprezanje za klizanje. Kristalografski povratna martenzitna transformacija i izbjegavanje klizanja tijekom deformacije osnovni je uvjet za postizanje efekta prisjetljivosti oblika i superelastičnosti [5].



Slika 7. Shematski prikaz područja efekta prisjetljivosti oblika i superelastičnosti u ovisnosti o temperaturi i naprezanju [7]

Kod dobivanja superelastičnosti, važnu ulogu ima temperatura. Ako je temperatura ispod temperature  $A_f$ , martenzit induciran naprezanjem se ne vraća u austenit. Tada zaostalo naprezanje nestaje zagrijavanjem iznad temperature  $A_f$  zbog efekta prisjetljivosti oblika. S druge strane, ako je temperatura deformacije previsoka, transformacija naprezanja prelazi granicu naprezanja te se legura plastično deformira [8].

## 2.3. Legure s prisjetljivosti oblika

Legure s prisjetljivosti oblika relativno su novi metalni materijali koji pokazuju sposobnost povratka u prethodno definirane oblike ili veličine. To je rezultat kristalografske reverzibilne martenzitne fazne transformacije. Fazna transformacija može biti rezultat mehaničkog opterećenja ili toplinske obrade. Legure s prisjetljivosti oblika su zanimljive u brojnim komercijalnim inženjerskim primjenama zbog svojih povoljnih svojstava kao što su visoka čvrstoća i efekt prisjetljivosti oblika [9].

Legure s prisjetljivosti oblika možemo podijeliti na:

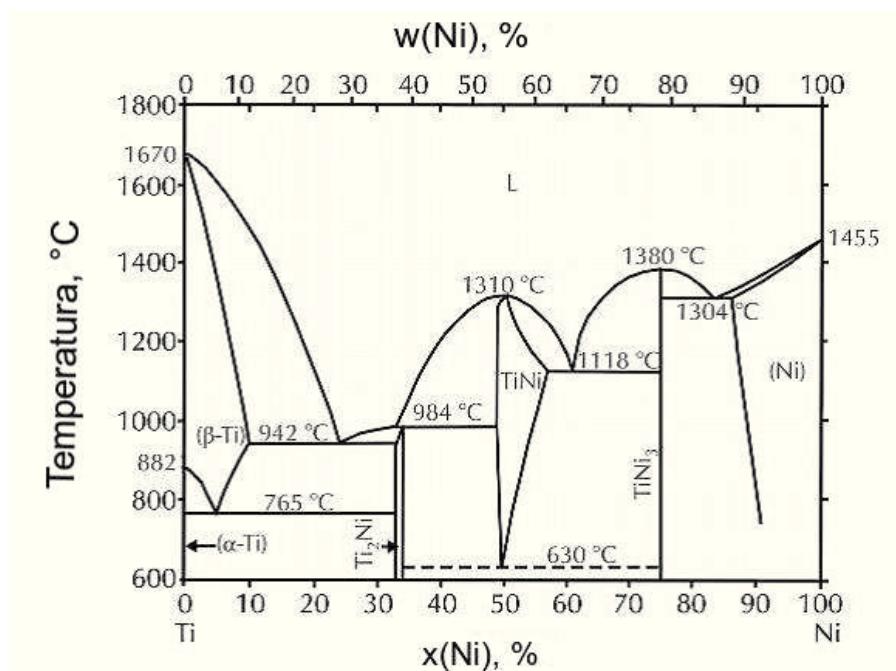
- legure na bazi nikla: Ni-Ti (tzv. nitinol), Ni-Mn-Ga,
- legure na bazi bakra: Cu-Zn-X ( $X = Al, Si, Sn, Ga, Mn$ ), Cu-Al-X ( $X = Ni, Be, Zn, Mn$ ), Cu-Zn-Al-X ( $X = Ni, Mn$ ),
- legure na bazi željeza: Fe-Mn, Fe-Pt, Fe-Mn-Si, Fe-Co-Ni-Ti itd.,
- legure na bazi plemenitih metala: Au-Cd, Au-Ag, Pt-Al, Pt-Ti, Pt-Ga,
- tzv. "egzotične" legure: In-Te, In-Cd, V-Nb [10].

Svaka legura s prisjetljivosti oblika znatno se razlikuje po svojim mehaničkim svojstvima. Svojstva variraju u širokom rasponu zbog varijacija u kemijskom sastavu legura i rasporeda atoma u martenzitnoj i austenitnoj fazi. Raspored atoma ovisi o termomehaničkoj i toplinskoj obradi [11]. Legure s prisjetljivosti oblika se obično proizvode taljenjem u visokom vakuumu ili u inertnoj atmosferi. Legure se zatim toplo ili hladnom obradom prevode u željeni oblik, npr. žica, traka, cijev, lim ili šipka. Završna faza proizvodnje uključuje „trening“ memorije oblika u kojem legure prolaze odgovarajuću termomehaničku obradu da bi se pokazao efekt prisjetljivosti oblika i superelastičnost. Toplinska obrada se provodi na temperaturi ispod temperature rekristalizacije [11].

### 2.3.1. Legure na bazi nikla

Ni-Ti legure su razvile primjenjivost legura s prisjetljivosti oblika za komercijalne svrhe zahvaljujući visokom stupnju obnovljivosti oblika. Najpoznatija legura na bazi nikla je nitinol koja je otkrivena 60-ih godina prošlog stoljeća od strane američkih znanstvenika Buehler-a i Wiley-a. Navedena legura sadrži jednake količine nikla i titana, a njena svojstva između ostalog uključuju 6 – 8% obnovljivog naprezanja i povratnog opterećenja [11]. Ni-Ti legura posjeduje odlična termomehanička i termoelektrična svojstva te je danas jedna od najčešće upotrebljavanih legura s prisjetljivosti oblika. Značajna je zbog svojih dobrih mehaničkih svojstava, otpornosti na koroziju i biokompatibilnosti te se najčešće primjenjuje za izradu medicinskih implantata. Temperature faznih transformacija Ni-Ti legure iznose od - 40 °C do + 100 °C te ovise o kemijskom sastavu ponajviše o sadržaju nikla u leguri. Na slici 8 prikazan je fazni dijagram Ni-Ti legure pomoću kojeg je moguće odrediti stabilnost faza. Visokotemperaturna austenitna faza ima kubičnu strukturu B2. Faza Ni-Ti s tipom strukture B2 nastaje sporim hlađenjem na sobnu temperaturu. U faznom dijagramu značajan je središnji dio između faza  $Ti_2Ni$  koja ima kubičnu strukturu i  $TiNi_3$  koja ima heksagonsku strukturu.

Brzim hlađenjem legura se transformira u martenzit, a niskotemperaturna martenzitna faza je monoklinske strukture [10].



Slika 8. Fazni dijagram Ni-Ti legure s prisjetljivosti oblika [10]

Legura Ni-Ti ima manji Youngov modul elastičnosti od mnogih ostalih legura. Oporavak istezanja nakon deformacije polikristalne legure Ni-Ti je 8 % za jednosmjerni efekt prisjetljivosti oblika, dok za dvosmjerni efekt nešto manji i iznosi 4 %. Kako bi legura postigla efekt prisjetljivosti oblika, mora se hladno obrađivati u posljednjem postupku procesa izrade. Zatim slijedi pravilan postupak toplinske obrade [10].

Nedostaci Ni-Ti legure su iznimno zahtjevna proizvodnja zbog oksidacije titana, loša obradivost legure i cijena sirovine. Ti nedostaci se pokušavaju smanjiti dodatkom pojedinih legirajućih elemenata kao što su željezo (koje sprječava nastajanje R-faze), niobij (koji odgađa povratnu faznu transformaciju i efekt prisjetljivosti oblika na više temperature), zamjena sadržaja nikla s paladijem (oko 20 % što rezultira legurom pogodnom za visokotemperaturnu primjenu na 200 – 300 °C). Kako bi se poboljšala biokompatibilnost razvijeno je nekoliko metoda modifikacije površine kao što su površinske prevlake, ionska implantacija, plazmatska implantacija, CVD (eng. *chemical vapor deposition*, kemijsko taloženje iz parne faze) [10].

### **2.3.2. Legure na bazi željeza**

Ispitivanja legura s prisjetljivosti oblika na bazi željeza su relativno nova te prate neke specifične tehnološke razvoje. Legure na bazi željeza su razvijene u Japanu i to u osnovnoj verziji Fe-Mn-Si kao alternativa Ni-Ti legurama i legurama na bazi bakra zbog njihove niske cijene i dobrih svojstava [1].

Ova vrsta legura ima najmanje istaknuti efekt prisjetljivosti oblika u odnosu na ostale legure. No, mnogo su ekonomičnije u odnosu na Ni-Ti te se mogu koristiti u određenim primjenama kao zamjena za Ni-Ti legure. Niža cijena legura na bazi željeza rezultat je niže cijene legirajućih elemenata i jednostavnije proizvodnje jer se mogu koristiti postrojenja namijenjena konvencionalnoj proizvodnji čelika. Legure s prisjetljivosti oblika na bazi željeza uključuju Fe-Pt, Fe-Pd, Fe-Mn-Si, Fe-Mn-Al, Fe-Ni-C i Fe-Ni-Co-Ti, te su poznate pod nazivom „čelici s prisjetljivosti oblika“ odnosno “SMA čelici“ [10].

Uz nisku cijenu, glavna prednost legura s prisjetljivosti oblika na bazi željeza je dobra obradivost, no nedostatak je slaba pseudoelastičnost. Poboljšanjem korozijske otpornosti dodatkom kroma i nikla umanjuje se efekt prisjetljivosti oblika. Efekt prisjetljivosti oblika se može poboljšati mikrolegiranjem ugljikom i dušikom, dok se čvrstoća može poboljšati precipitacijskim očvršćivanjem [10].

### **2.3.3. Legure na bazi bakra**

Otkriće svojstva prisjetljivosti oblika u leguri bakra datira još iz 1950. godine. Ove legure su jeftine, jednostavne za izradu i pokazuju dobra svojstva, no svojstva su ipak nešto lošija u odnosu na Ni-Ti legure. Izrađene su od široko raspoloživih materijala i zahtijevaju standardne alate za pripremu i obradu (klasične peći i uobičajena oprema za obradu). Iako nemaju odličnu duktelnost i obradivost, mogu se proizvesti komponente gotovo svakog oblika i veličina [1]. Legure s prisjetljivosti oblika na bazi bakra karakterizira visokotemperaturno stabilna  $\beta$ -faza, s povišenim temperaturama martenzitne fazne transformacije iznad 100 °C [10]. Imaju širok raspon temperatura transformacije, veliki superelastični učinak, nisku histerezu i visok koeficijent prigušenja. Sva ova poželjna svojstva proširila su mogućnosti potencijalne primjene legura s prisjetljivosti oblika na bazi bakra i na mjestima gdje se trenutno primjenjuje Ni-Ti legura [4].

Jednostavna Cu-Al kombinacija ima dobro definirano svojstvo prisjetljivosti oblika, ali su transformacijske temperature previsoke za opću uporabu jer temperatura  $M_s$  ima tendenciju porasta s porastom sadržaja aluminija. Ovaj nedostatak se može lako smanjiti dodavanjem trećeg elementa [4].

Legure s prisjetljivosti oblika na bazi bakra ne mogu se lako deformirati pri nižim temperaturama martenzitne faze što se može pripisati krhkosti uzrokovanoj grubim zrnom, visokom stupnju reda i elastičnoj anizotropiji. Ove legure također imaju tendenciju starenja što rezultira stabilizacijom faze i utječe na temperature transformacije. Navedeni nedostaci se nastoje savladati kako bi legure na bazi bakra bile po svojstvima konkurentne Ni-Ti leguri [4].

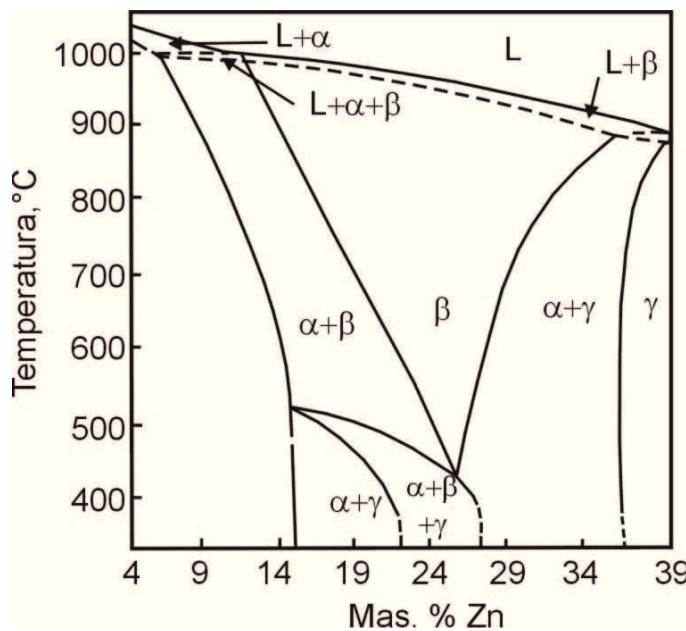
Do sada su istraživanja Cu-Al legura uglavnom bila usmjereni na poboljšanje čvrstoće materijala kroz optimizaciju kristalne strukture pomoću mikrolegirajućih elemenata kao što su nikal, cink, krom i srebro. Procesi plastične deformacije, kao što su hladno valjanje, prešanje i visokotlačna torzija također mogu poboljšati čvrstoću i tvrdoću legura jer se tim postupcima usitnjava zrno zbog stvaranja samoprilagođavajućeg martenzita s niskom energijom slaganja [12]. Najistaknutije legure s prisjetljivosti oblika na bazi bakra su Cu-Zn-Al i Cu-Al-Ni, te Cu-Al-Mn i Cu-Al-Be [1].

### 2.3.3.1. Legure Cu-Zn-Al s prisjetljivosti oblika

Legura Cu-Zn-Al s prisjetljivosti oblika je bila prva legura s prisjetljivosti oblika na bazi bakra koja se komercijalno eksplorativala. Cink je odabran zbog niske cijene i široke dostupnosti na tržištu. Ova legura ima temperature transformacije u rasponu od - 100 °C do + 100 °C, što je funkcija sastava i termomehaničkih tretmana [1].

Legure Cu-Zn-Al s prisjetljivosti oblika pokazuju značajan efekt prisjetljivosti oblika u određenom području kemijskog sastava. Legura ima  $\beta$ -faznu prostorno centriranu kubičnu strukturu (bcc) koja je stabilna na visokim temperaturama i legura se toplinski obrađuje kako bi se zadržala  $\beta$ -faza. Taj postupak toplinske obrade se naziva betatizacija, nakon čega slijedi hlađenje u vodi kako bi se  $\beta$ -faza transformirala u martenzit. Stabilizacija martenzita je potrebna jer ove legure imaju veliku tendenciju raspada na ravnotežne faze tijekom pregrijavanja [10].

Slika 9 prikazuje ravnotežni fazni dijagram legure Cu-Zn-Al pri vertikalnom presjeku pri 6 mas. % aluminija. Visokotemperaturna  $\beta$ -faza je neuređene strukture bcc te nakon brzog hlađenja na sobnu temperaturu nastaje složena struktura B2 i D03 (ili L21). Ona se zatim transformira u martenzit 9R (6M) ili 18R (6M) daljnjim hlađenjem ili bez njega što ovisi o sastavu legure. Povećanjem sadržaja aluminija  $\beta$ -faza je podložna raspadu na  $\alpha$ -fazu (primarnu čvrstu otopinu Cu, fcc) i  $\gamma$ -fazu ( $Cu_5Zn_8$ , kubična struktura) pri 427 °C [10].



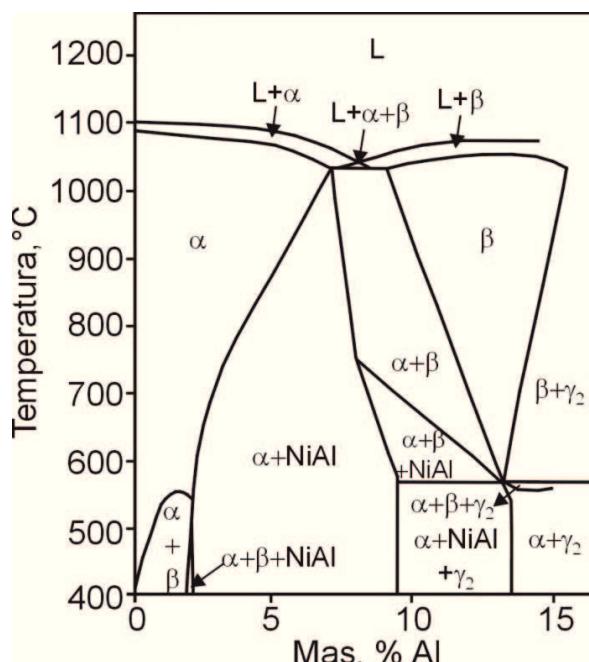
Slika 9. Fazni dijagram Cu-Zn-Al legure – vertikalni presjek kod 6 mas. % aluminija [7]

Glavna prednost Cu-Zn-Al legura je niska cijena proizvodnje zbog relativno jeftinih sirovina i proizvodnje u konvencionalnim procesima kao što je induksijsko taljenje (zahtijevaju se male količine dodataka za smanjenje veličine zrna kao što je cirkonij ili titan) ili metalurgija praha. Prisjetljivost oblika je značajna, s maksimalnim oporavkom naprezanja od oko 5 % Cu-Zn-Al legure mogu pokazivati dvosmjerni efekt prisjetljivosti oblika, ovisno o „treniranju“. Njihovi glavni nedostaci povezani su s dugotraјnim ciklusom na sobnoj temperaturi koja stabilizira martenzitnu fazu, povećava temperaturu transformacije i narušava prisjetljivost oblika [1].

### 2.3.3.2. Legure Cu-Al-Ni s prisjetljivosti oblika

Cu-Al-Ni legure su najistaknutija klasa Cu-Al ternarnog sustava i poznate su po svojoj toplinskoj i električnoj vodljivosti, visokim transformacijskim temperaturama, toplinskoj stabilnosti, kao i velikom obnovljivom naprezanju [4]. Cu-Al-Ni legura je prošla opsežan razvoj i obično se preferira među legurama s prisjetljivosti oblika na bazi bakra. Tipičan sastav je oko 13 % aluminija, 4 % nikla i bakar. Temperature transformacije su u rasponu između - 200 °C i + 200 °C što uvelike ovisi o kemijskom sastavu. Kao i kod Cu-Zn-Al legure, proizvodnja Cu-Al-Ni legure je jeftina u odnosu na Ni-Ti legure i provodi se klasičnim metodama [1].

Taljenje se najčešće provodi u vakuumskim indukcionskim pećima uz zaštitnu atmosferu inertnog plina, kako bi se spriječila oksidacija aluminija. Postupci metalurgije praha i tehnologije brzog očvršćivanja primjenjuju se za postizanje bolje kontrole kemijskog sastava i sitnozrnatije mikrostrukture nakon lijevanja. Legure na bazi bakra imaju veliko zrno, dodaju se određeni elementi poput titana (najčešći mikrolegirajući element), bora i cirkonija kako bi spriječili rast zrna. Mangan se kao legirajući element dodaje zbog povećanja duktilnosti legura Cu-Al-Ni, te je odgovoran za nastanak  $\beta$ -faznog područja i poboljšanje termomehaničkih svojstva legura s prisjetljivosti oblika [10]. Na slici 10 prikazan je fazni dijagram legure Cu-Al-Ni pri vertikalnom presjeku kod 3 % nikla.



Slika 10. Fazni dijagram legure Cu-Al-Ni pri vertikalnom presjeku kod 3 % nikla [7]

### 2.3.3.3. Legure Cu-Al-Mn s prisjetljivosti oblika

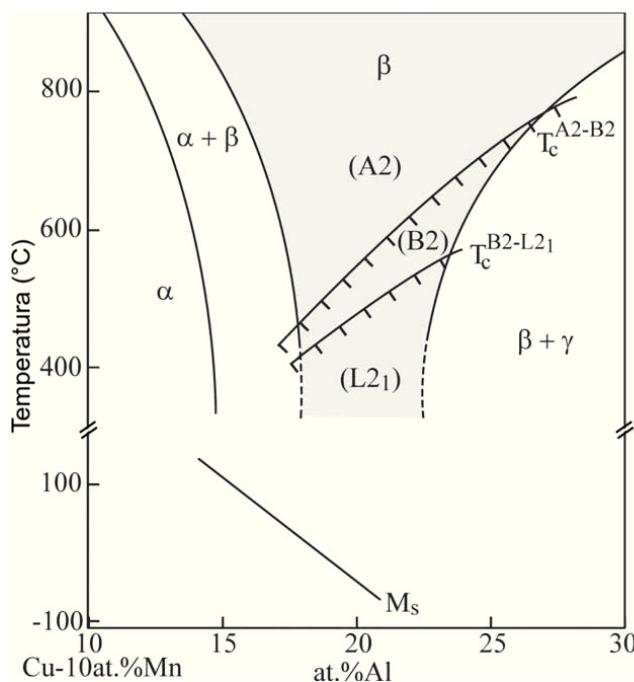
Cu-Al-Mn legure s prisjetljivosti oblika imaju poboljšanu duktilnost i obnovljivost oblika ako je udio aluminija manji od 18 at. %. Razlog tomu je manji stupanj uređenosti  $\beta$ -faze (austenitne faze). Kod nižih koncentracija aluminija, oporavak oblika je također poboljšan pošto austenitna faza posjeduje niži stupanj uređenosti koji pogoduje martenzitnoj transformaciji. Dodavanjem mangana u legure s prisjetljivosti oblika stabilizira se austenitna faza i poboljšava se duktilnost legura [9]. Austenitna faza duktilnih Cu-Al-Mn legura s prisjetljivosti oblika je u Cu-Al binarnom području koje se značajno proširuje dodatkom 8 at. % mangana i 17 at. % aluminija. To rezultira boljom kontrolom veličine zrna [4].

U usporedbi sa Ni-Ti legurama, Cu-Al-Mn legure se odlikuju velikom superelastičnom deformacijom, dvosmjernim efektom prisjetljivosti oblika i visokim kapacitetom prigušenja [4].

Dodavanje nikla ovim legurama pospješuje nastanak sitnozrnate mikrostrukture i superelastičnosti kod određenih temperaturnih područja. Nedavno je primjećeno da duktilne Cu-Al-Mn legure koje sadrže nikal pokazuju vrlo finu  $\alpha + \beta$  dvofaznu mikrostrukturu što znači da mogu pokazivati svojstvo superplastičnosti [13].

Mikrolegiranje Cu-Al-Mn legure kvartarnim elementima rezultira poboljšanom prisjetljivosti oblika, ali smanjuje temperaturu transformacije. Zbog toga su ternarni sustavi prikladniji za visokotemperaturne transformacije. Orientacija zrna također utječe na ponašanje prisjetljivosti oblika Cu-Al-Mn legure jer eliminira zapreke martenzitnoj transformaciji i istovremeno povisuje temperaturu transformacije [4].

Slika 11 prikazuje vertikalni presjek faznog dijagrama sustava Cu-Al-Mn s 10 at. % mangana. Vidljivo je da se obje temperature prijelaza  $\beta$  (A2)  $\rightarrow$   $\beta_2$  (B2) i  $\beta_2 \rightarrow \beta_1$  ( $L_{21}$ ) drastično smanjuju sa smanjenjem sadržaja aluminija. Cu-Al-Mn legura s prisjetljivosti oblika sa sadržajem aluminija ispod 18 at. %, koja ima nizak stupanj uređenosti u  $\beta$  fazi, pokazuje izvrsnu hladnu obradivost preko 60 % u redukciji hladnog valjanja, te također pokazuju efekt prisjetljivosti oblika i pseudoelastičnost [14].



Slika 11. Vertikalni presjek faznog dijagrama sustava Cu-Al-Mn s 10 at. % mangana [14]

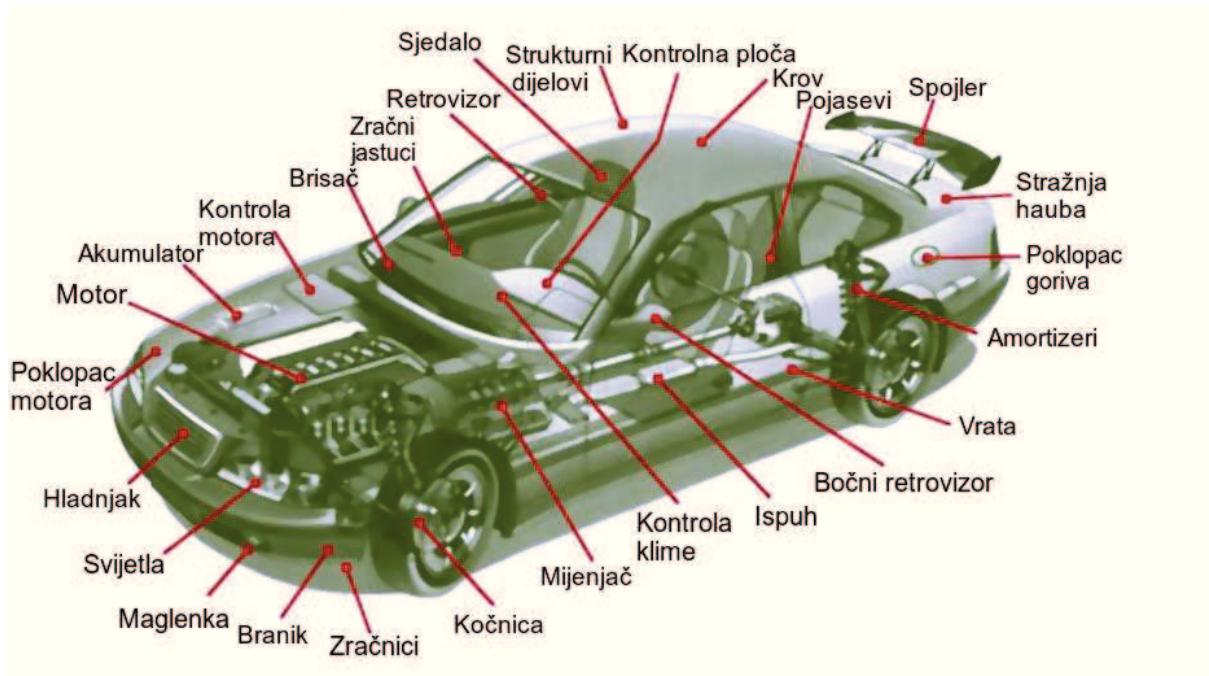
Materijali sa visokim kapacitetom prigušenja privlače veliku pozornost za inženjerske primjene zbog sve veće potrebe smanjenje vibracija i buke u različitim poljima. Legure s prisjetljivosti oblika kao što su Ni-Ti, Cu-Zn-Al i Cu-Al-Ni legure poznate su kao materijali s visokim kapacitetom prigušenja, posebice Cu-Zn-Al koja je jedna od najprivlačnijih legura za takve namjene. Međutim, slaba hladna obradivost polikristalnih legura s prisjetljivosti oblika na bazi bakra koja je rezultat visokog stupnja uređenosti i visoke elastične anizotropije u L<sub>2</sub><sub>1</sub> početnoj austenitnoj fazi, ograničava korištenje ovih legura. Cu-Al-Mn legure s prisjetljivosti oblika s niskim sadržajem aluminija pokazuju izvrsnu duktilnost zbog niskog stupnja uređenosti L<sub>2</sub><sub>1</sub> početne faze. Efekti prisjetljivosti oblika duktilnih Cu-Al-Mn legura postižu se martenzitnim transformacijama iz kubičnog  $\beta_1$  (L<sub>2</sub><sub>1</sub>) u monoklinski sastav  $\beta'_1$  (6 M) i jako ovise o relativnoj veličini zrna. Kapacitet prigušenja ovih legura u martenzitnoj fazi je na istoj razini kao i kod Ni-Ti legura [15].

Prisjetljivost oblika Cu-Al-Mn legura može se poboljšati dodatkom elemenata kao što su titan, krom, željezo, kobalt, nikal, zlato i cink [16].

#### **2.4. Primjena legura s prisjetljivosti oblika**

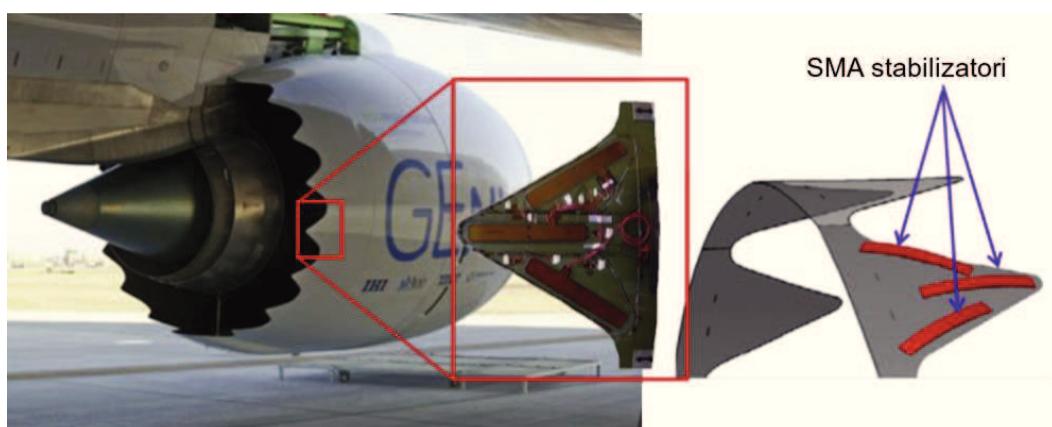
Zahvaljujući svojim mehaničkim svojstvima, kompaktnosti i maloj masi, legure s prisjetljivosti oblika mogu se primjenjivati u različitim industrijama: u strojarskoj, elektroindustriji, automobilskoj, zrakoplovnoj i svemirskoj industriji, te medicini.

U suvremenim vozilima broj senzora i aktuatora strahovito raste zbog potražnje za sigurnijim, udobnijim vozilom s boljim performansama. Nudi se širok raspon mogućnosti za aktuatore od legura s prisjetljivosti oblika kao alternativa elektromagnetskim aktuatorima u automobilskoj industriji. Pritom se legure s prisjetljivosti oblika koriste kao linearni aktuatori (preklop retrovizora, zaklopke za kontrolu regulacije klime i sl.) ili kao aktivni termalni aktuatori (kontrola temperature motora, rasplinjavanje i podmazivanje motora, spojke pogonskog sklopa i sl.). Mehanička jednostavnost i kompaktnost aktuatora od legura s prisjetljivosti oblika značajno smanjuju veličinu, težinu i cijenu automobilskih komponenti u usporedbi s konvencionalnim. Potencijalna i postojeća primjena legura s prisjetljivosti oblika u automobilskoj industriji prikazana je na slici 12 [3].



Slika 12. Potencijalna i postojeća primjena legura s prisjetljivosti oblika u automobilskoj industriji [3]

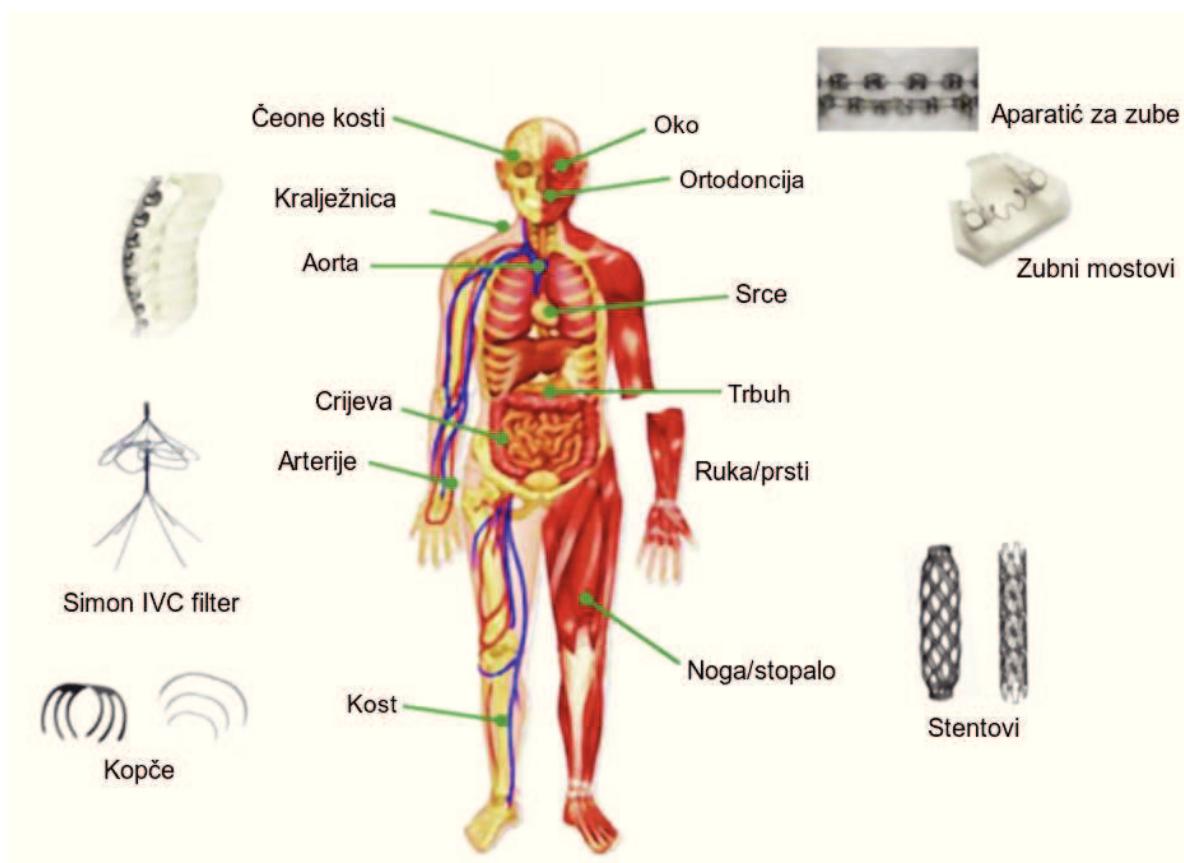
Uspješna primjena 1970-ih godina Ni-Ti legura s prisjetljivosti oblika kao spojke za hidraulične vodove u borbenom zrakoplovu F-14, rezultirala je povećanim interesom za primjenom ovih legura u zrakoplovnoj i svemirskoj industriji, gdje su materijali izloženi visokim dinamičkim opterećenjima i geometrijskom ograničenju prostora. Primjeri primjena legura s prisjetljivosti oblika u zrakoplovnoj industriji su pogoni, strukturni priključci, prigušivači vibracija, brtvila i slično. Kao klasičan primjer može se navesti Boeing koji je razvio aktivni nazubljeni aerodinamički uređaj s aktuatorima od legura s prisjetljivosti oblika za komercijalni Boeing 777-300 ER za smanjenje buke prilikom polijetanja (slika 13) [3].



Slika 13. Boeingov aktivni aerodinamički uređaj s aktuatorima od legura s prisjetljivosti oblika [3]

Legure s prisjetljivosti oblika pronalaze sve veću primjenu i u robotici zbog niske mase i mogućnosti izrade veoma malih komponenata. Tako najčešće za proizvodnju mikrouređaja za mikrosustave poput mikrocrpki, mikrovalova, mikroomotača, mikrohvataljki, mikrozrcala, mikrokaveza kao materijal mogu poslužiti vrlo tanke trake legure s prisjetljivosti oblika Ni-Ti. U novije vrijeme se za senzore ili magnetske pokretače zbog magnetski induciranih deformacija sve više upotrebljavaju feromagnetične legure s prisjetljivosti oblika [10].

Najrašireniju primjenu legure s prisjetljivosti oblika pronalaze u medicini (slika 14) zbog biokompatibilnosti, visoke otpornosti na koroziju, nemagnetičnosti i jedinstvenih karakteristika koje su slične karakteristikama tkiva i kosti [3].



Slika 14. Postojeća i potencijalna primjena legura s prisjetljivosti obliku u biomedicini [3]

U zadnjih nekoliko godina provode se istraživanja o mogućoj primjeni legura s prisjetljivosti oblika u civilnim infrastrukturnama. Pritom se istražuje primjena tih legura u zgradama i mostovima u obliku prigušivača i izolatora naprezanja za vrijeme potresa što bi smanjilo troškove sanacije i popravaka nakon velikih potresa [11].

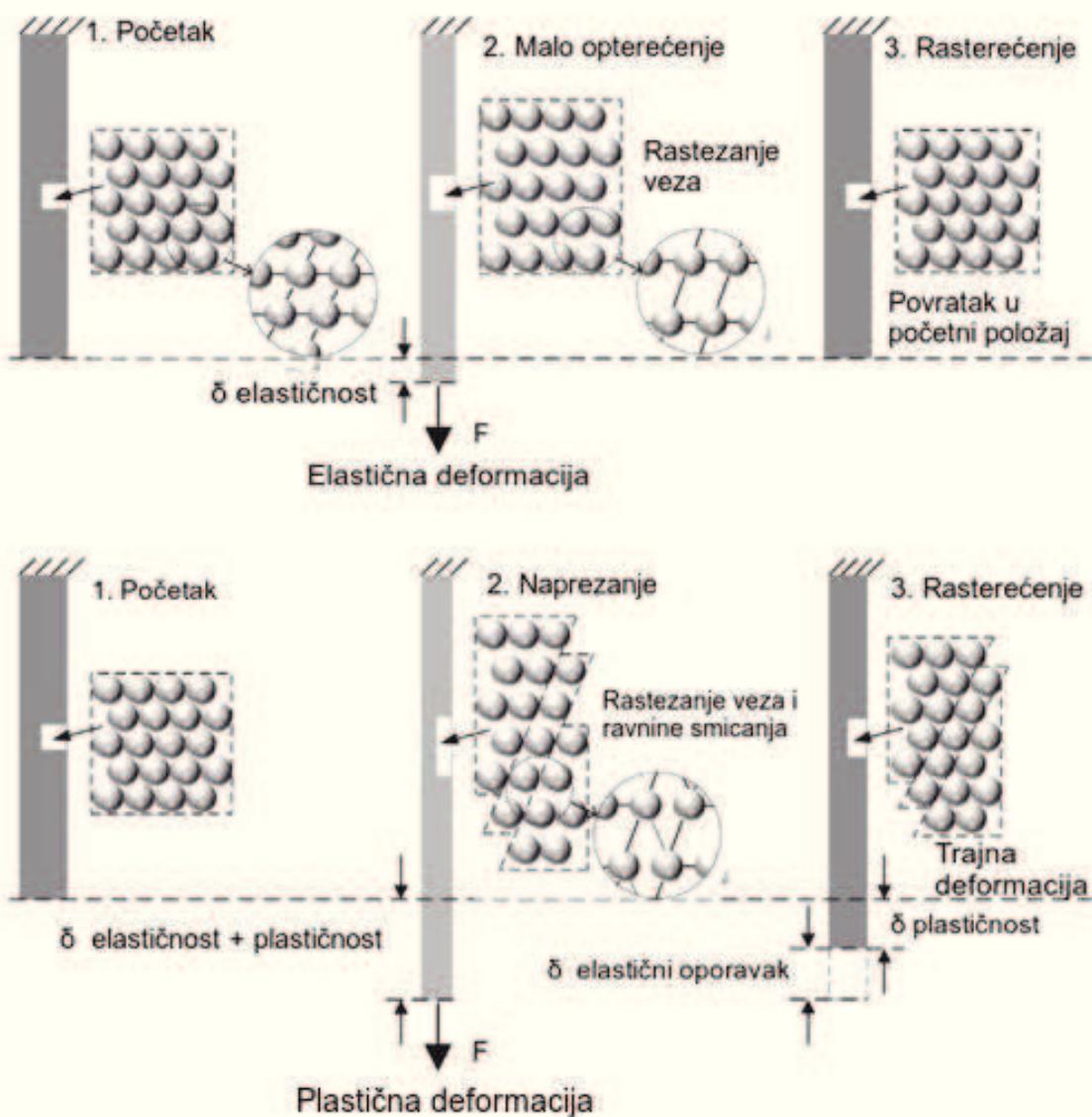
## 2.5. Općenito o deformaciji

Oblikovanje materijala deformiranjem jedan je od najvažnijih načina proizvodnje dijelova i komponenti zbog visoke produktivnosti, izvrsne iskoristivosti materijala i superiornih svojstava proizvedenih dijelova. Provodi se radi oblikovanja materijala u poželjne geometrije i poboljšavanja svojstava [17]. Oblikovanje metala provodi se s razaranjem pri čemu se konačni oblik proizvoda dobiva odvajanjem čestica i bez razaranja pri čemu se konačan oblik dobiva lijevanjem, deformiranjem i sinteriranjem. Deformiranjem se prerađuje preko 85 % ukupno proizvedenog čelika i preko 90 % obojenih metala i njihovih legura [18].

Deformacija je promjena položaja atoma u kristalnoj rešetci deformiranog tijela pri čemu se mijenja njegov oblik i dimenzija, a volumen ostaje isti. Ovisi o tipu kristalne strukture, greškama u strukturi tijela koje se deformira i intenzitetu djelovanja sila [18]. Deformaciju može uzrokovati mehanička sila, toplinsko opterećenje ili fazna transformacija. Deformacija se predstavlja kao naprezanje, odnosno kao unutarnje sile koje se odupiru djelovanju vanjskih sila [17]. Iz perspektive mehaničkog ponašanja, deformacija se može klasificirati kao elastična i plastična deformacija (slika 15).

Atomi se unutar kristalne rešetke nalaze u ravnotežnom položaju. Uslijed djelovanja vanjskih sila, povećava se potencijalna energija kristalne rešetke i pri tome dolazi do pomicanja atoma iz ravnotežnog položaja. Povećana potencijalna energija ne dovodi do kidanja atomskih veza i ne narušava se uzajamni raspored atoma, ali se oni nastoje vratiti u ravnotežni položaj. Takvo stanje se naziva napregnuto stanje. Nakon prestanka djelovanja sile, deformirano tijelo se vraća u prvobitni položaj i takvu deformaciju nazivamo elastičnom deformacijom. Elastična deformacija uvijek djeluje u pravcu djelovanja sile i odvija se djelovanjem normalnog naprezanja. Nakon prestanka djelovanja sila, metalno tijelo ne mijenja trajno oblik niti dimenzije, a svojstva deformiranog materijala ostaju ista. Elastična deformacija se odvija do granice proporcionalnosti [18]. Materijali s prisjetljivosti oblika pokazuju značajnu elastičnu deformaciju. Svojstva oporavka legura s prisjetljivosti oblika od deformacija povezani su s reverzibilnom faznom transformacijom između austenita i martenzita praćenom s procesima dvojnikovanja [19].

Kada dođe do kidanja atomskih veza, atomi se pomiču iz početnog položaja, te stvaraju nove veze i zauzimaju nove ravnotežne položaje. To znači da je počela plastična deformacija. Nakon prestanka djelovanja sila, atomi se ne vraćaju u prvobitni položaj i metalno tijelo mijenja oblik i dimenzije, a volumen ostaje isti. Plastična deformacija je trajna deformacija i odvija se djelovanjem tangencijalnih ili smičnih naprezanja [18].



Slika 15. Shematski prikaz elastične i plastične deformacije [17]

Dva su osnovna oblika plastične deformacije:

- translacijsko klizanje i
- sraslanje (dvojnikovanje).

Ovisno na kojoj se temperaturi provodi, deformacija može biti hladna ili topla plastična deformacija. Hladna deformacija se provodi na temperaturama nižim od temperature rekristalizacije, te značajno povećava broj dislokacija u metalu jer se kod hladne deformacije ne odvijaju mehanizmi rekristalizacije i oporavka. Hladnom plastičnom deformacijom mijenjaju se mehanička svojstva. Kada hladno deformirani metal zagrijemo na određenu temperaturu, mogu mu se djelomično ili potpuno vratiti njegova osnovna mehanička i fizikalna svojstva. Ovisno o temperaturi zagrijavanja, u metalu se može odvijati staticko oporavljanje i staticka rekristalizacija [18].

Kod tople deformacije metal se oblikuje na temperaturama višim od temperature rekristalizacije. Toplina apsorbirana u metalu zagrijavanjem povećava energiju toplinskih oscilacija atoma i na taj način se povećava njihova pokretljivost unutar slojeva atoma. Kada se ostvari kritični stupanj deformacije, istovremeno s procesom deformacije odvijaju se procesi oporavka i rekristalizacije [18].

Glavni industrijski postupci kojima se plastičnom deformacijom oblikuju metali i legure su:

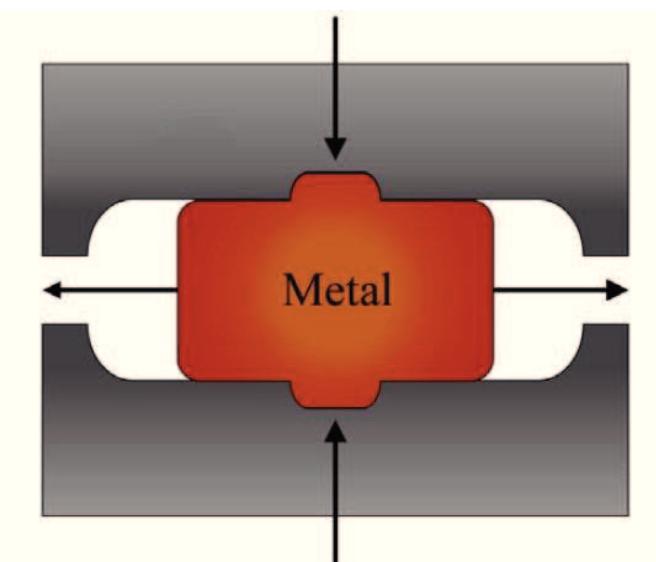
- slobodno kovanje i prešanje,
- kovanje i prešanje u kalupima,
- prešanje istiskivanjem,
- prešanje tečenjem,
- valjanje,
- izvlačenje u hladnom stanju,
- savijanje limova i traka [18].

### Kovanje

Kovanje je jedan od postupaka oblikovanja metala deformiranjem pri kojem se višestrukim udarnim djelovanjem po zagrijanom ili hladnom metalu tlačnom silom provodi oblikovanje i postizanje željenog oblika [20]. Razlikujemo slobodno kovanje i kovanje u kovačkim kalupima.

Slobodno kovanje ili prešanje se provodi između dvije paralelne plohe na čekićima i prešama u toplom stanju. Materijal može slobodno teći u pravcima normalnim na pravac kretanja alata. Oblikuju se otkivci mase do 400 t koji imaju velike tolerancije na dimenzije. Konačan oblik proizvoda postiže se naknadnom strojnom obradom [18].

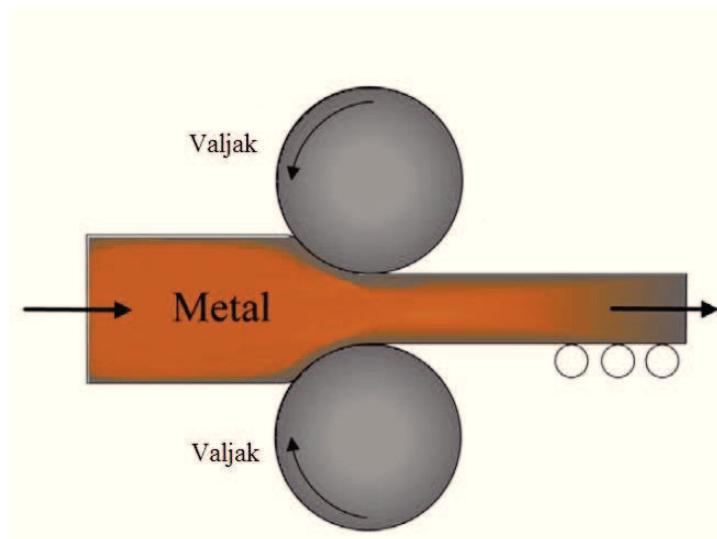
Kod kovanja u kovačkim kalupima ili ukovnjima (slika 16), tečenje materijala je ograničeno zidovima gravure. Ovaj postupak oblikovanja metala se koristi za proizvodnju otkivka složenog oblika, maksimalne mase do nekoliko stotina kilograma. Deformacija se provodi u toplom stanju. Zagrijani metal se utiskuje u gravuru ukovnja udarcima čekića ili tlakom preše. Za postizanje konačnog oblika potrebna je samo djelomična strojna obrada [18].



Slika 16. Shematski prikaz kovanja u kovačkom kalupu [17]

### Valjanje

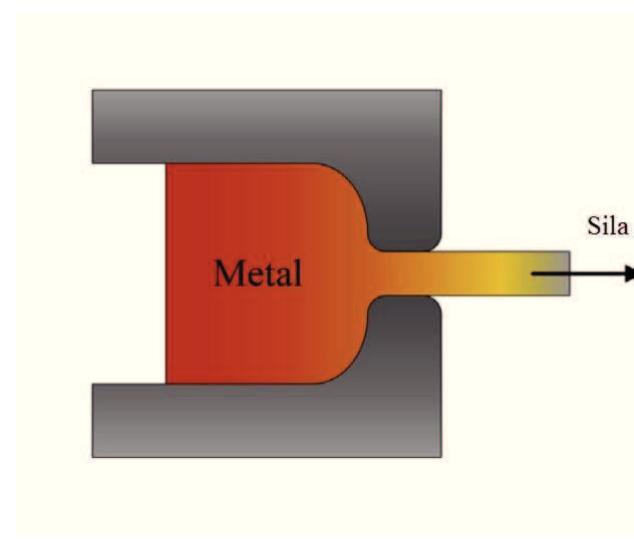
Valjanje se provodi prolaskom metala između valjaka koji se okreću u suprotnom smjeru. Pri tome se postiže smanjenje poprečnog presjeka i povećava duljina. Ovaj postupak se koristi za dobivanje različitih poluproizvoda i proizvoda kao što su profili, limovi, trake, nosači, cijevi i slično. Valjanje poluproizvoda se provodi u toplom stanju, dok se valjanje gotovih proizvoda provodi u toplom i hladnom stanju [18]. Na slici 17 je prikazan shematski prikaz valjanja.



Slika 17. Shematski prikaz valjanja [17]

## Vučenje

Vučenje odnosno izvlačenje u hladnom stanju (slika 18) je postupak oblikovanja metala deformiranjem koji se koristi za obradu punih ili šupljih profila različitih oblika. Šipkasti metal provlači se kroz otvor matrice pri čemu se smanjuje za 10 do 30 %. Materijal se može zagrijati prije deformacije, ali se postupak najčešće provodi u hladnom stanju [18].

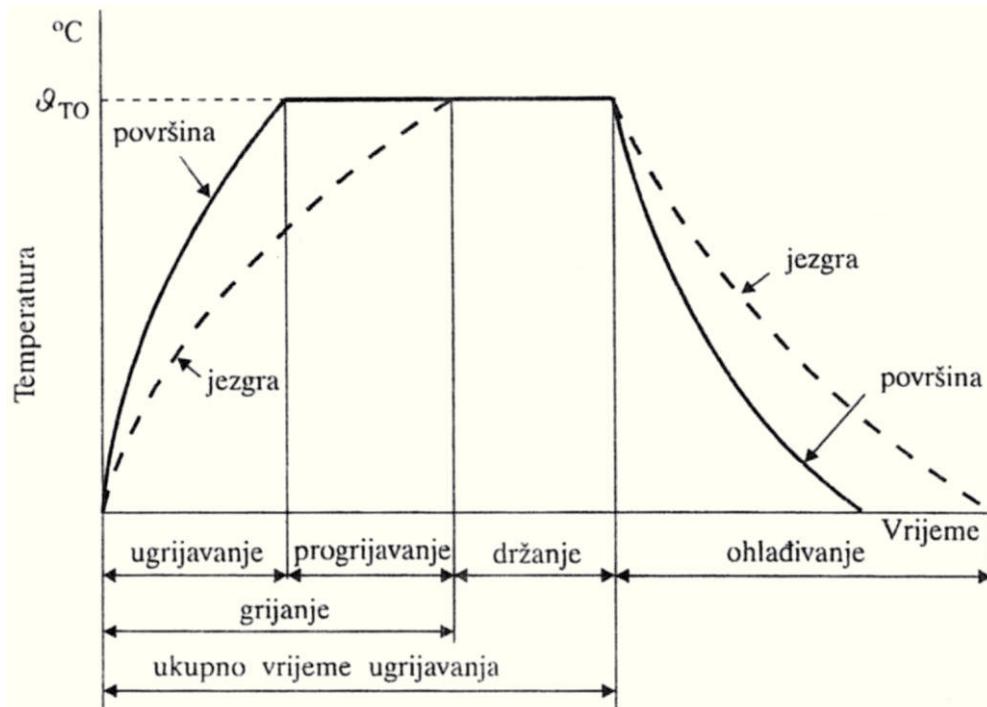


Slika 18. Shematski prikaz vučenja [17]

## **2.6. Toplinska obrada**

Toplinska obrada je postupak ili kombinacija postupaka koji se sastoji od zagrijavanja i hlađenja metalnih materijala u čvrstom stanju s ciljem strukturnih promjena kako bi se postigla željena mehanička, fizikalna i kemijska svojstva. Temeljni parametri toplinske obrade su temperatura i vrijeme. Najčešći postupci toplinske obrade su žarenje, kaljenje, popuštanje, poboljšanje i normalizacija [21]. Na slici 19 dan je općeniti dijagramske prikaz postupaka toplinske obrade. Pritom navedene veličine znače:

- $\vartheta_{T.O.}$  – temperatura toplinske obrade (općenito),
- ugrijavanje – trajanje do trenutka kada površinski slojevi postignu  $\vartheta_{T.O.}$ ,
- progrijavanje – odsječak vremena (trajanja) od trenutka ugrijanja površine do trenutka kada i slojevi jezgre postignu  $\vartheta_{T.O.}$ , tj. kada je po presjeku temperatura konstantna;
- grijanje – suma trajanja ugrijavanja i progrijavanja;
- držanje – trajanje boravka predmeta na  $\vartheta_{T.O.}$  od trenutka kada je on progrijan do trenutka početka ohlađivanja;
- ohlađivanje – trajanje snižavanja temperature predmeta sve dok slojevi jezgre ne dostignu zadenu temperaturu, tj. izjednače je s temperaturom površinskih slojeva i okoliša [22].



Slika 19. Općeniti dijagramski prikaz toplinske obrade [22]

Postupci toplinske obrade koji se primjenjuju za bakar i bakrene legure uključuju homogenizaciju, žarenje, žarenje za popuštanje naprezanja, očvršćivanje kaljenjem i popuštanjem. Homogenizacija je najčešće korištena metoda toplinske obrade kod bakrenih legura kao što su kositrene bronce, bakreno-nikalne i silicijske bronce. Legure se podvrgavaju primarnoj strojnoj obradi te se homogeniziraju tijekom uobičajenog procesa deformacije i žarenja. Tipični primjeri temperatura homogenizacije legura na bazi bakra su:

- Šipke legure CuNiCr – pri temperaturi od 1040 do 1065  $^{\circ}\text{C}$  u trajanju od 4 do 9 sati, radi sprječavanja pukotina;
- Fosforne bronce (8 i 10 % mas. Sn) – pri temperaturi 775  $^{\circ}\text{C}$  u trajanju 5 sati, kako bi se smanjila krhkost šipki i slabova (ploča) koje će proći proces hladnog valjanja;
- Legura CuNi (udio 70 % Cu i 30 % Ni) – pri temperaturi 1000  $^{\circ}\text{C}$  u trajanju 2 sata. Pri zaštitnoj atmosferi se hlađe do temperature 400  $^{\circ}\text{C}$ , nakon čega slijedi hlađenje zrakom [23].

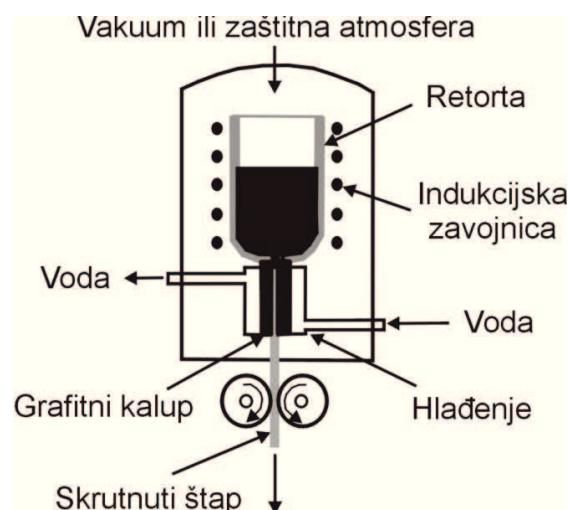
### 3. EKSPERIMENTALNI DIO

#### 3.1. Kontinuirano lijevanje Cu-Al-Mn legure

Legura s prisjetljivosti oblika na bazi bakra kemijskog sastava prikazanog u tablici 1, dobivena je taljenjem čistih elemenata u vakuum induksijskoj peći sa zaštitnom atmosferom argona. Najprije je proizveden ingot dimenzija  $\phi 110 \times 180$  mm koji je zatim pretaljen i kontinuirano lijevan. Uređaj za kontinuirano vertikalno lijevanje (slika 20) spojen je s vakuum induksijskom peću te je Cu-Al-Mn legura kontinuirano lijevana u oblik cilindrične šipke promjera 8 mm (slika 21).

Tablica 1. Kemijski sastav Cu-Al-Mn legure (mas.%)

| Cu   | Al   | Mn  |
|------|------|-----|
| 85,6 | 11,9 | 2,5 |



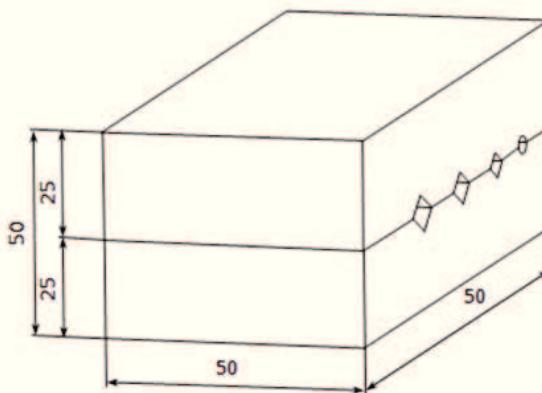
Slika 20. Shematski prikaz uređaja za kontinuirano vertikalno lijevanje [10]



Slika 21. Fotografija cilindrične šipke Cu-Al-Mn legure s prisjetljivosti oblika promjera 8 mm

### 3.2. Hladno vučenje

Cilindrična šipka promjera 8 mm dobivena kontinuiranim lijevanjem podvrgnuta je postupcima vruće/hladne plastične deformacije radi dobivanja žice. Šipka je prvo bila podvrgnuta procesu rada u toplom stanju koji je proveden kombinacijom vrućeg valjanja i vrućeg kovanja. Kovanje je izvedeno kao slobodno kovanje i kovanje u profiliranom alatu (slika 22). Šipka dobivena nakon prve provlake valjanja i kovanja prikazana je na slici 23. Postupci kovanja i valjanja izvedeni su naizmjenično sve do poprečnog presjeka šipke 4,80 mm. Nakon toga, dobivene šipke su rekristalizacijski žarene na 580 °C tijekom 60 minuta. Nakon žarenja, površina uzorka se čisti radi sprječavanja mogućeg širenja površinskih oštećenja tijekom hladnog rada.



Slika 22. Shematski prikaz profiliranog alata za kovanje

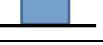
Nakon prve provlake hladnim vučenjem dobivena je žica promjera 4,47 mm. Zatim su slijedile još tri provlake pri čemu je dobivena žica promjera 4,02 mm, 3,61 mm i 3,22 mm. Između posljednje dvije provlake ( $\phi$  3,61 mm i 3,22 mm) provedeno je rekristalizacijsko žarenje na 580 °C tijekom 60 minuta. Zatim je provedeno rekristalizacijsko žarenje žice  $\phi$  3,22 mm na 600 °C tijekom 60 minuta i dvije provlake hladnim vučenjem pri čemu je dobivena žica promjera 2,98 mm i 2,80 mm. Nakon toga je slijedilo još jedno rekristalizacijsko žarenje na 600 °C tijekom 60 minuta te zadnje tri provlake pri čemu je dobivena žica promjera 2,60 mm, 2,40 mm i 1,80 mm.



Slika 23. Fotografija šipke Cu-Al-Mn legure s prisjetljivosti oblika nakon prve provlake vrućeg valjanja i kovanja

Kompletan slijed procesa provedene deformacije Cu-Al-Mn legure može se vidjeti u tablici 2. Uzorci odabrani za detaljno ispitivanje u ovom diplomskom radu bili su u lijevanom stanju i dimenzija nakon hladnog vučenja  $\phi$  4,47 mm,  $\phi$  3,22 i  $\phi$  1,80 mm te su označeni, podebljani i podcrtani u tablici 2.

Tablica 2. Kompletan proces deformacije šipke Cu-Al-Mn legure s prisjetljivosti oblika

| Proces deformacije                                | Dimenzijs (mm)                               | Shematski prikaz poprečnog presjeka   |
|---|--|---|
| <b><u>Uzorak u lijevanom stanju</u></b>           |  |    |
| VRUĆI RAD – vruće valjanje i kovanje              |  |   |
| Vruće valjanje (880 – 900 °C)<br>2 provlake       | 6,10 x 8,50                                  |    |
| Vruće kovanje (880 – 900 °C) u profiliranom alatu | Duljina kvadratne strane<br>6,00             |    |
| Vruće valjanje (880 – 900 °C)<br>1 provlaka       | 4,50 x 9,50                                  |    |
| Vruće kovanje (880 – 900 °C) u profiliranom alatu | Duljina kvadratne strane<br>5,20             |    |
| Vruće valjanje (880 – 900 °C)<br>1 provlaka       | 4,00 x 8,70                                  |   |
| Vruće kovanje (880 – 900 °C) u profiliranom alatu | Duljina kvadratne strane<br>4,60             |  |
| Vruće kovanje (880 – 900 °C) u profiliranom alatu | Duljina kvadratne strane<br>4,80             |  |
| HLADNI RAD – hladno vučenje                       |  |   |
| <b><u>Hladno vučenje</u></b>                      | <b><math>\phi</math> 4,47</b>                |   |
| <b><u>Hladno vučenje + žarenje</u></b>            | <b><math>\phi</math> 4,47 (880 °C/2 min)</b> |   |
| Hladno vučenje                                    | $\phi$ 4,02                                  |   |
| Hladno vučenje                                    | $\phi$ 3,61                                  |   |
| Žarenje na 580 °C/60'                             |  |   |
| <b><u>Hladno vučenje</u></b>                      | <b><math>\phi</math> 3,22</b>                |   |
| Žarenje na 600 °C/60'                             |  |   |
| Hladno vučenje                                    | $\phi$ 2,98                                  |   |
| Hladno vučenje                                    | $\phi$ 2,80                                  |   |
| Žarenje na 600 °C/60'                             |  |   |
| Hladno vučenje                                    | $\phi$ 2,60                                  |   |
| Hladno vučenje                                    | $\phi$ 2,40                                  |   |
| <b><u>Hladno vučenje</u></b>                      | <b><math>\phi</math> 1,80</b>                |   |

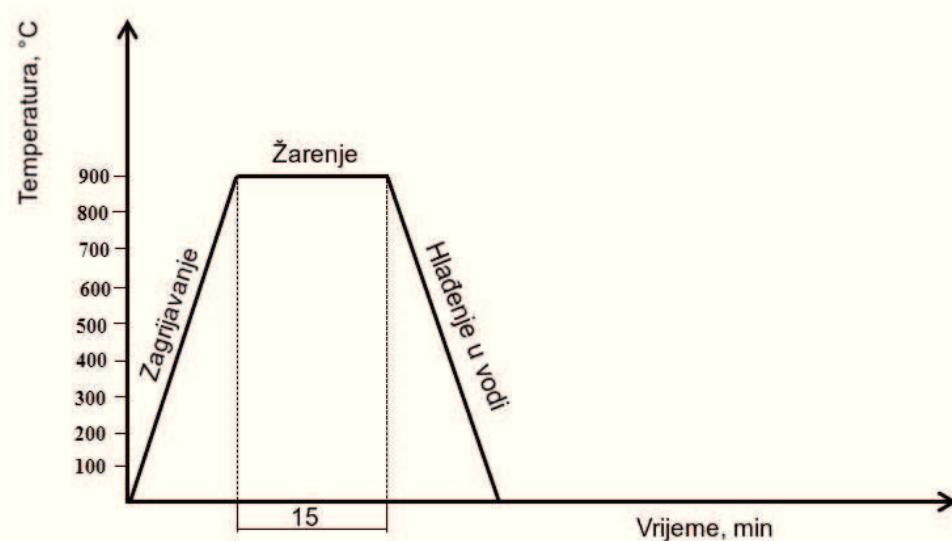
Oznake uzoraka odabralih za detaljno istraživanje navedene su u tablici 3.

Tablica 3. Oznake uzoraka odabralih za detaljno istraživanje

| Oznaka uzorka | Materijal | Stanje   |
|---------------|-----------|--|
| 2             | Cu-Al-Mn  | Lijevano stanje  |
| 2V            | Cu-Al-Mn  | 17 % vruće deformacije                                     |
| 5             | Cu-Al-Mn  | Ø 4,47 hladno vučen 13 %                                   |
| 6             | Cu-Al-Mn  | Ø 4,47 žaren na 880 °C/2 min                               |
| 9             | Cu-Al-Mn  | Ø 3,22 hladno vučen 55 %                                   |
| 11            | Cu-Al-Mn  | Ø 2,4 žaren 600 °C/60 min./hladno vučen na Ø 1,8 (43,75 %) |

### 3.3. Toplinska obrada

Toplinska obrada uzoraka br. 2, 5, 9 i 11 provedena je u elektrootpornoj komornoj peći nakon završetka deformacije. Uzorak je žaren na 900 °C tijekom 15 minuta i nakon toga je uslijedilo hlađenje u vodi sobne temperature. Na slici 24 je shematski prikazan provedeni postupak toplinske obrade, a na slici 25 je prikazana korištena elektrootporna peć i posuda za hlađenje.



Slika 24. Shematski prikaz toplinske obrade Cu-Al-Mn legure s prisjetljivosti obliku



Slika 25. Fotografija elekrootporne peći i posude za hlađenje

### 3.4. Priprema uzorka za mikrostrukturnu karakterizaciju

Šipka Cu-Al-Mn legure s prisjetljivosti oblika je izrezana na određene dimenzije te su uzorci uloženi u vodljivu karbonsku masu. Conductomet postupkom vrućeg prešanja pod visokom temperaturom ( $180^{\circ}\text{C}$ ) i tlakom (250 bara) pomoću uređaja Buehler Simplimet 1000 (slika 26).

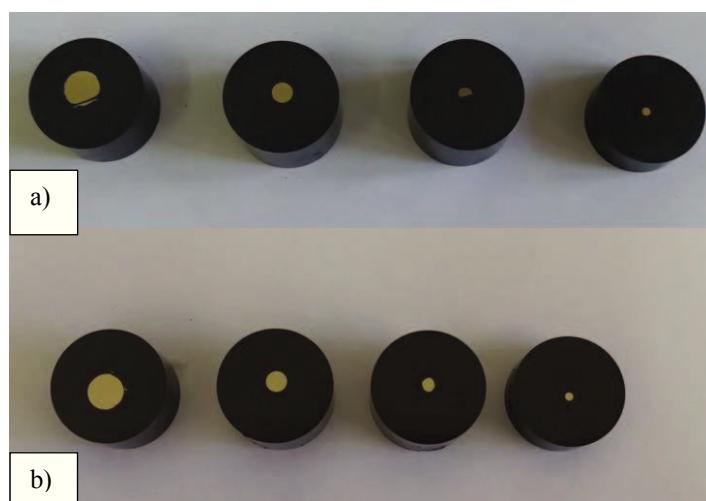


Slika 26. Fotografija uređaja Buehler Simplimet 1000 korištenog za ulaganje uzoraka u vodljivu masu

Uzorci su zatim brušeni i polirani na uređaju Buehler „Phoenix Beta“ (slika 27). Brušenje se provodilo s brusnim papirima različite granulacije, počevši s najgrubljom granulacijom 400, zatim 600, 800, 1000 da bi završili s najfinijom 1200. Brušenje se provodilo pri sili 10 N i brzini 150 okretaja/minuta, a kao medij za hlađenje je poslužila voda. Nakon brušenja je slijedilo poliranje na istom uređaju, ali umjesto brusnog papira koristila se posebna tkanina – filc (mikrovlakna) te vodena suspenzija  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $0,3 \mu\text{m}$ ). Kako bi se istaknule granice zrna, nakon poliranja se provodi nagrizanje. Nagrizanje se provodilo otopinom  $2,5 \text{ g FeCl}_3 + 48 \text{ mL CH}_3\text{OH} + 10 \text{ mL HCl}$  sobne temperature u vremenu 5 sekundi. Na slici 28 je prikazana usporedba uzorka prije i poslije brušenja, poliranja i nagrizanja. Nakon nagrizanja uzorci su očišćeni alkoholom i osušeni.



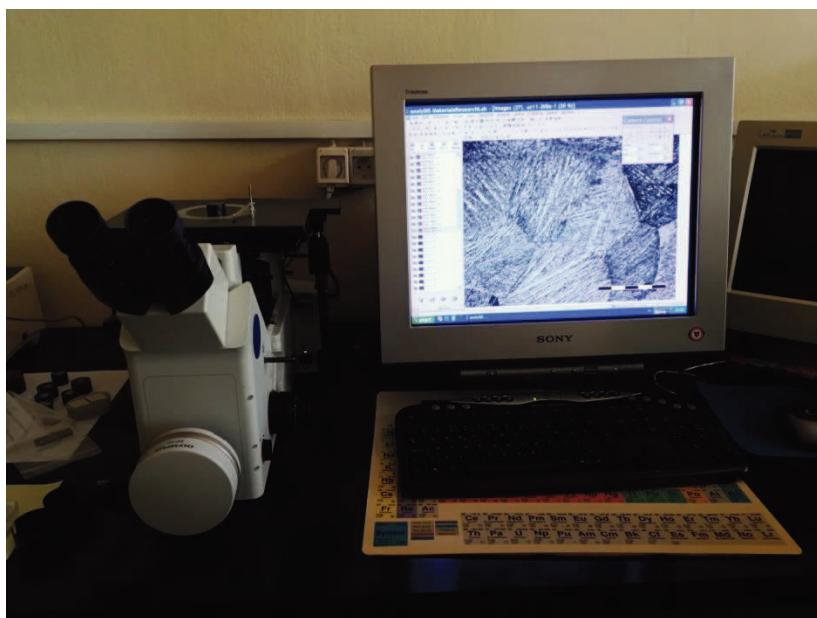
Slika 27. Fotografija uređaja Buehler „Phoenix Beta“ za brušenje i poliranje



Slika 28. Fotografija uzorka prije (a) i poslije brušenja, poliranja i nagrizanja (b)

### 3.5. Optička mikroskopija

Optički mikroskop je uređaj koji koristi vidljivu svjetlost za projekciju uvećane slike predmeta ili uzorka na mrežnicu oka ili na uređaj za snimanje. Slika se stvara pomoću sustava leća objektiva i okulara [24]. Ispitivanje uzorka je provedeno na optičkom mikroskopu Olympus GX51 gdje se pomoću digitalne kamere slika snima i prikazuje na računalu (slika 29). Uzorci su snimani na dvije različite pozicije, na sredini i na rubu, i to pri povećanjima 50x, 100x, 200x i 500x.



Slika 29. Fotografija optičkog mikroskopa Olympus GX51 korištenog za optičku mikroskopiju

### 3.6. Pretražna elektronska mikroskopija

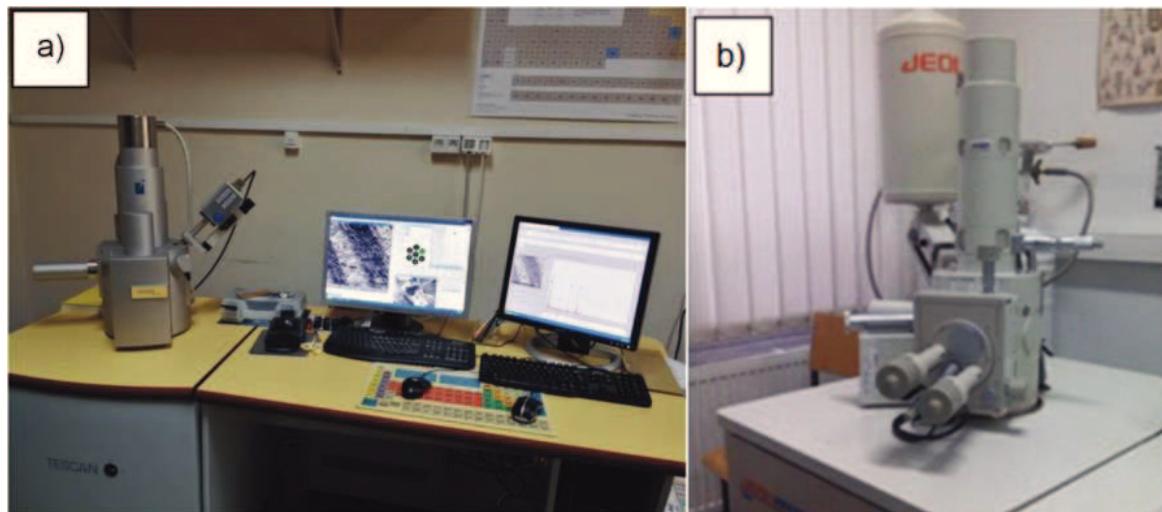
Pretražna elektronska mikroskopija (eng. *Scanning Electron Microscopy*, SEM) je vrsta mikroskopije koja koristi fokusirani visokoenergetski snop elektrona koji generira različite signale na površini krutih uzorka. Signali koji proizlaze iz interakcija između uzorka i elektrona otkrivaju informacije o uzorku, uključujući vanjsku morfologiju (teksturu), kemijski sastav i kristalnu strukturu i slično [25]. Za vrijeme rada kolona i komora elektronskog mikroskopa se nalaze pod niskim ili visokim vakuumom. Uzorak se nalazi na nosaču u komori mikroskopa. Izvor elektrona je katoda koja je smještena u emisijskoj komori. Katoda i anoda se nalaze pod visokim naponom i na putu između njih elektroni se ubrzavaju te dalje fokusiraju i usmjeravaju pomoću magnetskih leća na površinu uzorka pri čemu se događaju razni efekti koji služe za dobivanje slike i provođenje analize [26].

Skenirajući elektronski mikroskop može koristiti tri osnovna tipa detektora:

- SE (eng. *Secondary Electron*) – detektor sekundarnih elektrona – detektira izbijene elektrone iz elektronskog omotača atoma uzorka nastale u trenutku sudara snopa elektrona i uzorka,
- BSE (eng. *Back Scatter Electron*) – detektor povratnog raspršenja – detektira odbijene elektrone iz elektronskog snopa mikroskopa nastale prilikom sudara s atomskom jezgrom atoma koji grade uzorak,
- EDS (eng. *Energy Dispersive Spectrometer*) – energijsko disperzijski spektrometar – detektira jedan kvant energije ili X-zraku koja se emitira prilikom skoka elektrona iz elektronske ljske više energije radi popunjavanja praznog mesta nakon izbijanja elektrona iz elektronskog omotača [26].

Sekundarni elektroni i povratni elektroni najčešće se koriste za dobivanje slike uzorka. Sekundarni elektroni su najvažniji za prikazivanje morfologije i topografije na uzorcima, a povratni elektroni su najvažniji za ilustraciju kontrasta u sastavu višefaznih uzoraka [25].

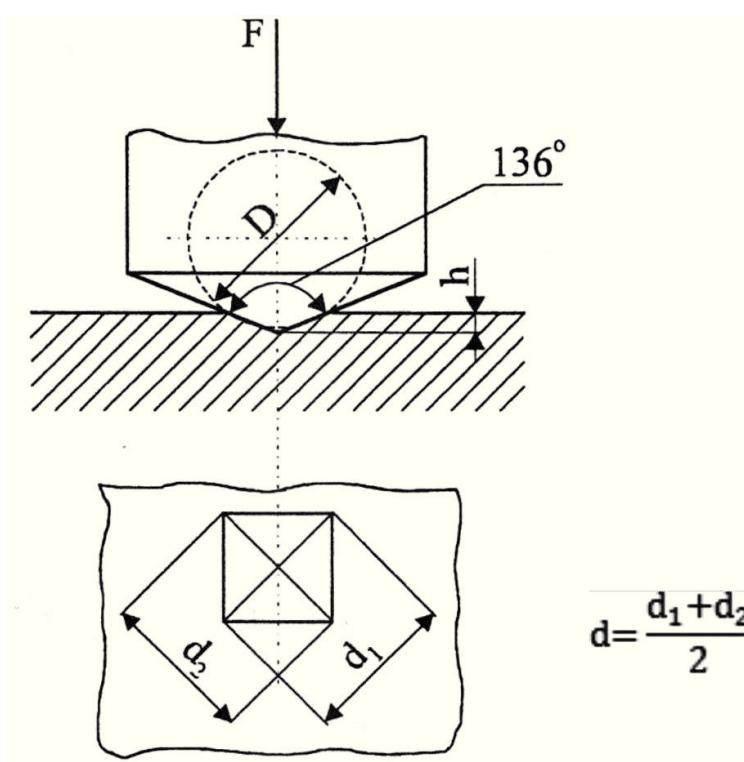
Karakterizacija mikrostrukture ispitivane Cu-Al-Mn legure s prisjetljivosti oblika provedena je na pretražnom elektronском mikroskopu TESCAN VEGA 5136 MM (slika 30 a) i JEOL JSM-5610 (slika 30 b). Kao i optička mikroskopija i pretražna elektronska mikroskopija je povedena na dvije pozicije pri različitim povećanjima od 500 do 5000x.



Slika 30. Fotografija pretražnog elektronskog mikroskopa TESCAN VEGA 5136 MM (a) i pretražnog elektronskog mikroskopa JEOL JSM-5610 (b)

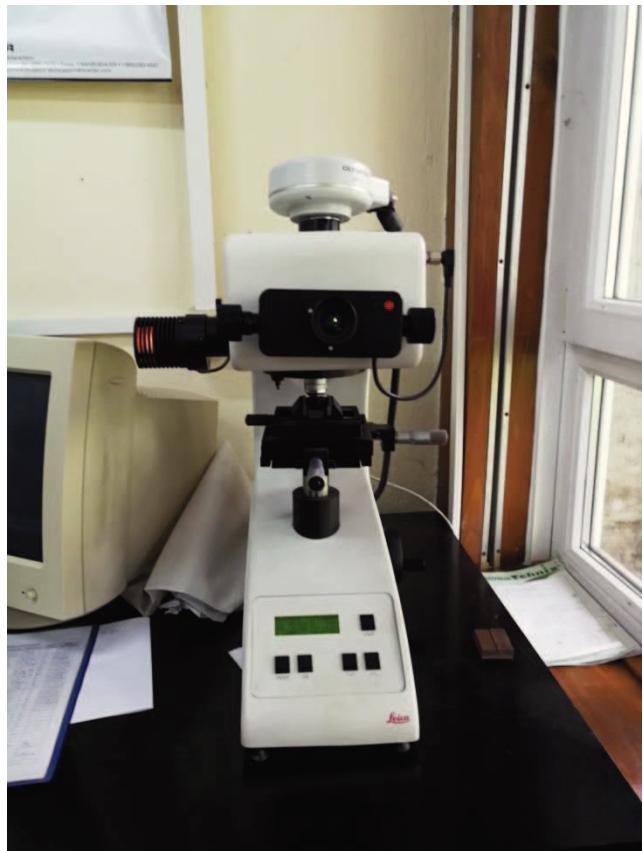
### 3.7. Mjerenje mikrotvrdoće

U okviru ovog diplomskog rada za ispitivanje mikrotvrdoće korištena je metoda mjerenja tvrdoće po Vickersu (HV) (slika 31). Kod ovog postupka dijamantna četverostrana piramida se utiskuje pod određenim opterećenjem s vršnim kutom od  $136^\circ$ . Nakon prestanka opterećenja mjere se dijagonale otiska s točnošću  $\pm 0,001$  mm [21]. Obje dijagonale se izmjere, a zatim se izračuna njihova srednja vrijednost. Tvrdoća se zatim izračuna ili se očitava u odgovarajućim tablicama. Današnji moderni analogni uređaji pomoću software-a odmah nakon izmjerena dijagonala otiska na ekranu iskazuju vrijednost tvrdoće [21].



Slika 31. Shematski prikaz principa ispitivanja tvrdoće Vickersovom metodom [21]

U okviru ovog diplomskog rada koršten je uređaj za mjerenje mikrotvrdoće Leica (slika 32). Mikrotvrdoća je mjerena na tri mesta Vickersovom metodom pri sili od 9,804 N i vremenu utiskivanja piramide 10 sekundi.



Slika 32. Fotografija uređaja za mjerjenje tvrdoće Leica

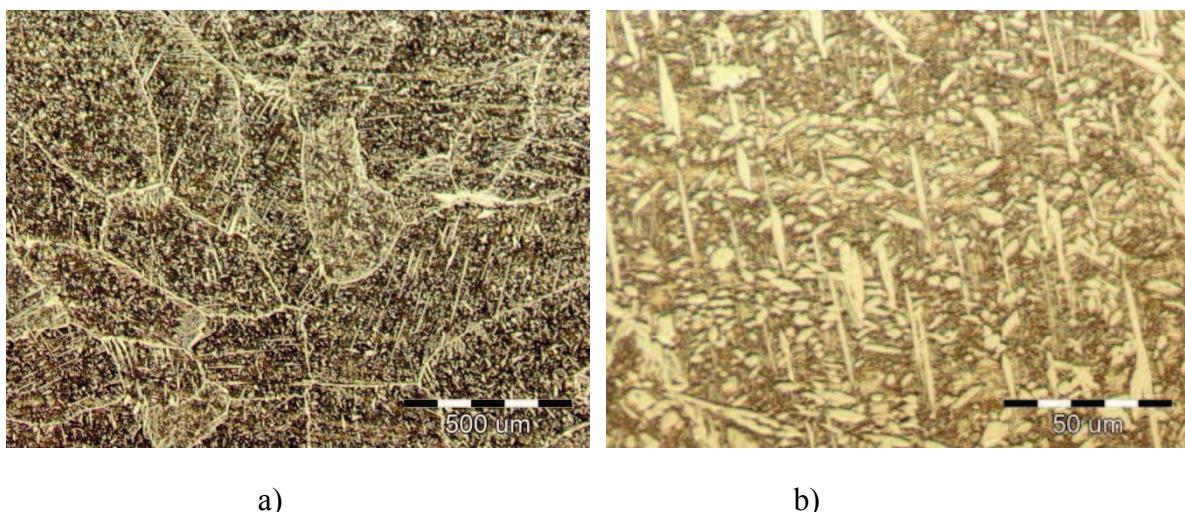
## 4. REZULTATI I RASPRAVA

### 4.1. Optička mikroskopija Cu-Al-Mn legure nakon lijevanja i hladnog vučenja

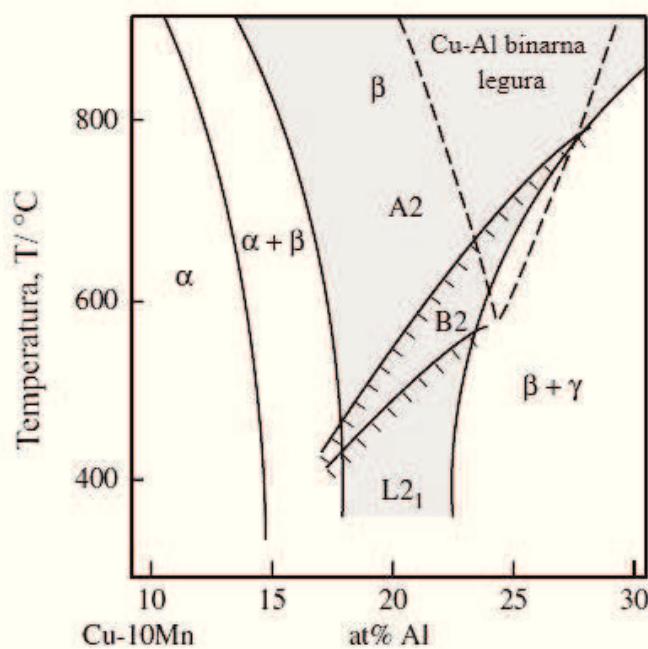
Na slici 33 prikazane su optičke mikrografije Cu-Al-Mn legure u lijevanom stanju. Može se zamijetiti lijevana dvofazna ( $\alpha + \beta$ ) mikrostruktura. Poznato je da se u vertikalnom presjeku faznog dijagrama sustava Cu-Al-Mn s 10 at. % mangana (slika 34) jednofazno ( $\beta$ -fazno) područje proširuje dodatkom mangana, a ujedno može doći i do pojave dvofazne ( $\alpha + \beta$ ) mikrostrukture [27]. Dobivena mikrostruktura  $\alpha + \beta$  je dobar preduvjet za kasniju martenzitnu faznu transformaciju koja se odvija nakon kaljenja. Može se zaključiti da ova legura ima potencijal za ostvarenje efekta prisjetljivosti oblika [28].

Utjecaj plastične deformacije može se vidjeti na mikrostrukturi Cu-Al-Mn legure nakon tople deformacije valjanjem i kovanjem u profiliranom alatu i nakon hladnog vučenja u žice dimenzija  $\phi$  4,47 mm,  $\phi$  3,22 mm i  $\phi$  1,80 mm (slike 35 – 39). Nakon tople deformacije valjanjem i kovanjem šipke (slika 35) vidljiva je promjena u mikrostrukturi. Tijekom valjanja i kovanja dolazi do usmjeravanja (pravilne orientacije) dvofazne ( $\alpha + \beta$ ) mikrostrukture. Može se zaključiti da je nastala tekstura nastala kao posljedica tečenja materijala tijekom tople plastične prerade.

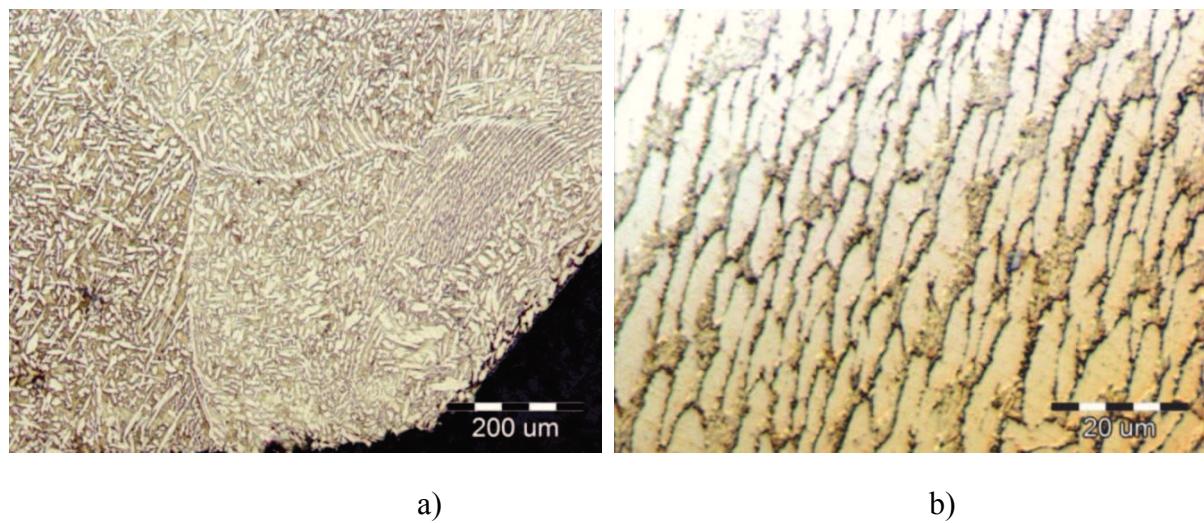
Na optičkim mikrografijama nakon hladnog vučenja vidljiva je sporadična pojava martenzitnih iglica, slike 36 – 39. Dakle, tijekom postupka hladne plastične deformacije postignuti su djelomično povoljni uvjeti za odvijanje martenzitne transformacije.



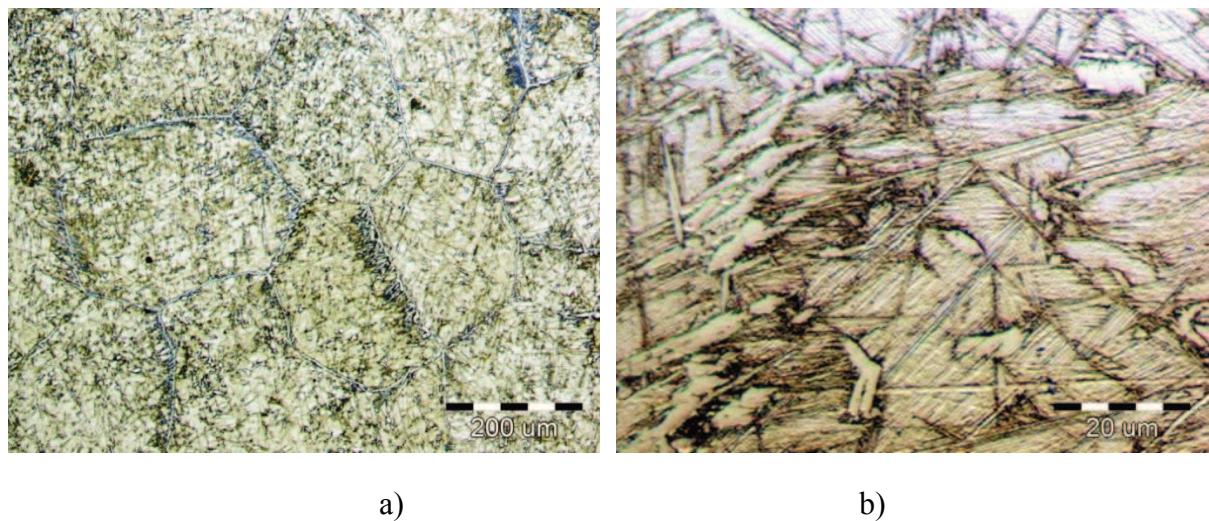
Slika 33. Optičke mikrografije Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 2) u lijevanom stanju pri povećanju 50x (a) i 500x (b)



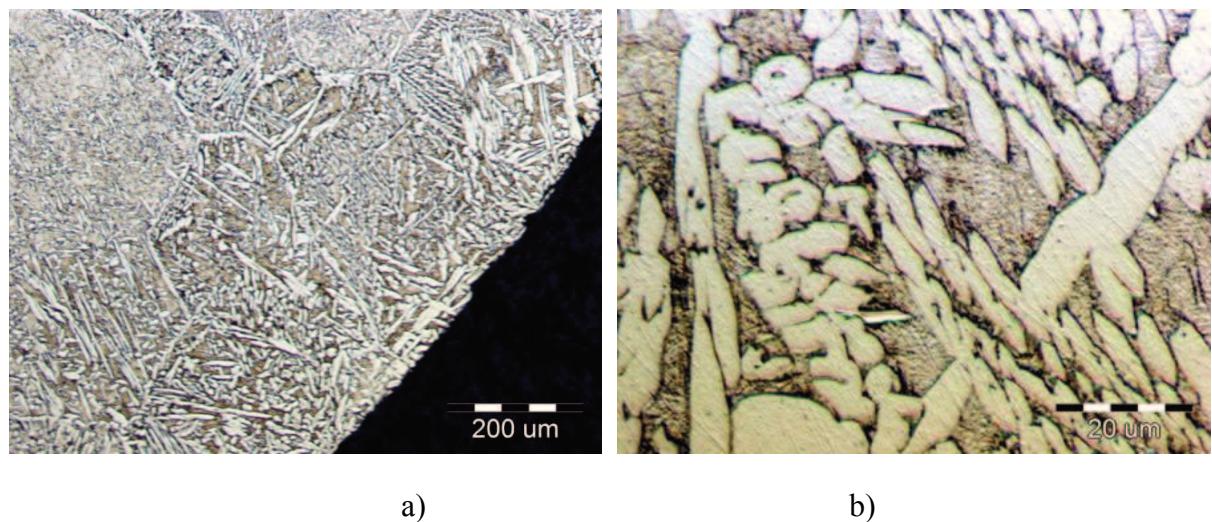
Slika 34. Vertikalni presjek faznog dijagrama sustava Cu-Al-Mn s 10 at. % mangana [13]



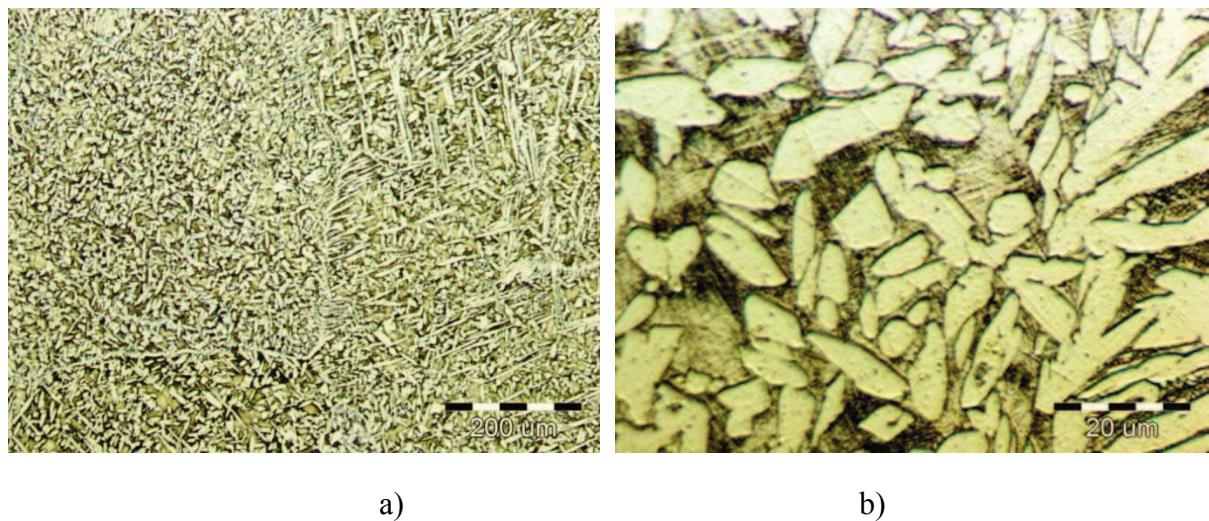
Slika 35. Optičke mikrografije Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 2V) nakon toplog valjanja i kovanja pri povećanju 100x (a) i 1000x (b)



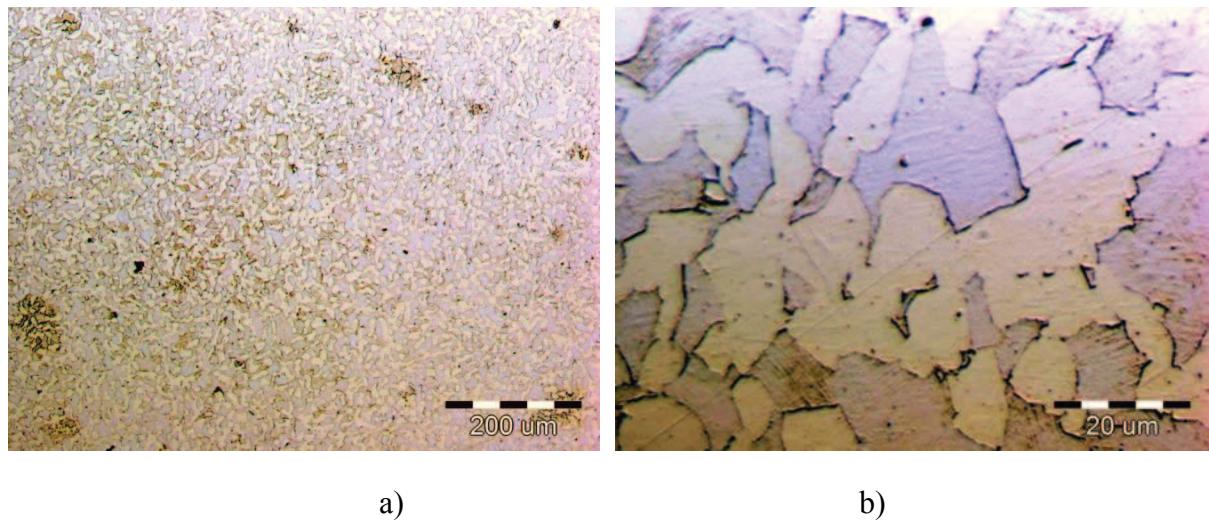
Slika 36. Optičke mikrografije Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 5) nakon hladnog vučenja pri povećanju 100x (a) i 1000x (b)



Slika 37. Optičke mikrografije Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 6) nakon hladnog vučenja pri povećanju 100x (a) i 1000x (b)



Slika 38. Optičke mikrografije Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 9) nakon hladnog vučenja pri povećanju 100x (a) i 1000x (b)



Slika 39. Optičke mikrografije Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 11) nakon hladnog vučenja pri povećanju 100x (a) i 1000x (b)

## **4.2. Pretražna elektronska mikroskopija Cu-Al-Mn legure nakon lijevanja i hladnog vučenja**

Rezultati dobiveni pretražnom elektronском mikroskopijom i energetsko disperzijskom spektrometrijom nakon lijevanja i hladnog vučenja prikazani su slikama 40 – 51, a ispitivani kemijski sastav nakon EDS analize prikazan je u tablicama 4 – 9.

Pretražnom elektronском mikroskopijom uzorka lijevanog stanja (slika 40) potvrđena je prisutnost dvofazne mikrostrukture. Slika 41 prikazuje SEM mikrografiju s označenim pozicijama za EDS analizu Cu-Al-Mn legure u lijevanom stanju. Rezultati EDS analize prikazuju malu razliku u kemijskom sastavu između ispitivanih pozicija te se može zamjetiti vrlo mala razlika kemijskog sastava za pojedine faze (tablica 4).

Nakon toplog valjanja i kovanja vidljiva su sitnija zrna  $\alpha$ -faze u  $\beta$ -faznoj metalnoj osnovi (slika 42a). SEM mikrografija s označenim pozicijama za EDS analizu uzorka br. 2V prikazana je na slici 43. Vidljivo je iz dobivenog kemijskog sastava (tablica 5) da pozicija 1 ima veći udio bakra (86,09 mas. %), a manji udio aluminija (5,22 mas. %) i mangana (8,69 mas. %) u odnosu na druge dvije pozicije što opisuje malu razliku u kemijskom sastavu između  $\alpha$  i  $\beta$ -faze.

Tijekom postupka hladnog vučenja došlo je do promjene u mikrostrukturi (slike 44 – 51). Vidljiva je pojava martenzitne faze te se može pretpostaviti da se jedan dio  $\beta$ -faze transformirao u naprezanjem inducirani martenzit. Iz literature [29] je poznato da je dvofazna mikrostruktura (martenzit +  $\alpha$ ) prisutna u Cu-Al-Mn-Ni-Si leguri nakon toplinske obrade na 850 °C. S obzirom da su uzorci između provlaka hladnog vučenja bili toplinski obrađeni na 580 °C/60 minuta i 600 °C/60 minuta (tablica 2) moguća je prisutnost dvofazne martenzit +  $\alpha$  mikrostrukture. Detaljnijom analizom SEM mikrografije i EDS rezultata uzoraka nakon hladnog vučenja (slike 45, 47 i 49 ) te prikazanih dobivenih kemijskih sastava (tablice 6-8) može se zamjetiti razlika u kemijskom sastavu između martenzitne i  $\alpha$ -faze. U pravilu martenzitna faza ima povećani sadržaj aluminija i mangana, a manji sadržaj bakra.

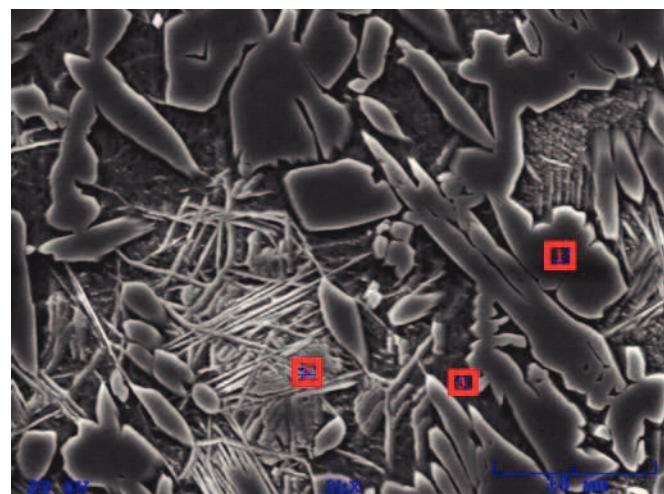
Iz uzorka žice najmanje dobivenog promjera (1,80 mm) vidljiva je dvofazna mikrostruktura bez prisutne martenzitne faze, slika 50. EDS analizom vidljiva je razlika u kemijskom sastavu (tablica 9) između pozicija 1 i 2 te pozicije 3. Pozicije 1 i 2 imaju smanjeni sadržaj bakra (82,66 – 83,16 mas. %) te povećan sadržaj aluminija (6,93 – 6,75 mas. %) i mangana (10,41 – 10,09 mas. %) u odnosu na poziciju 3 koja ima veći udio bakra (86,63 mas. %) te manji udio aluminija (4,92 mas. %) i mangana (8,45 %).



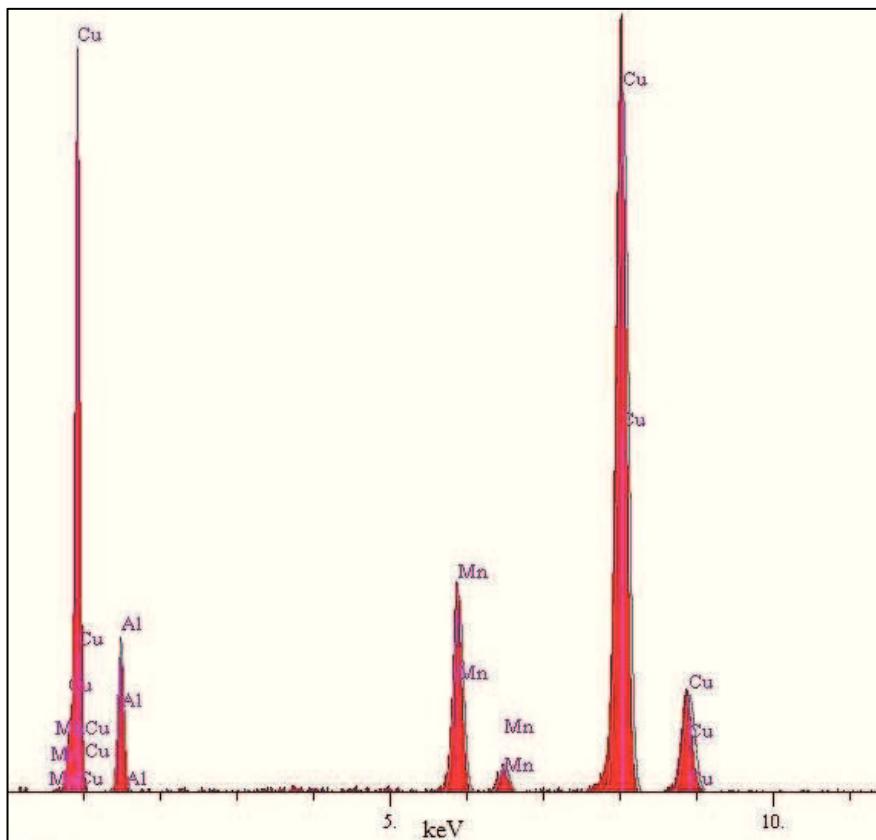
a)

b)

Slika 40. SEM mikrografije Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 2) u lijevanom stanju pri povećanju 500x (a) i 3000x (b)



a)

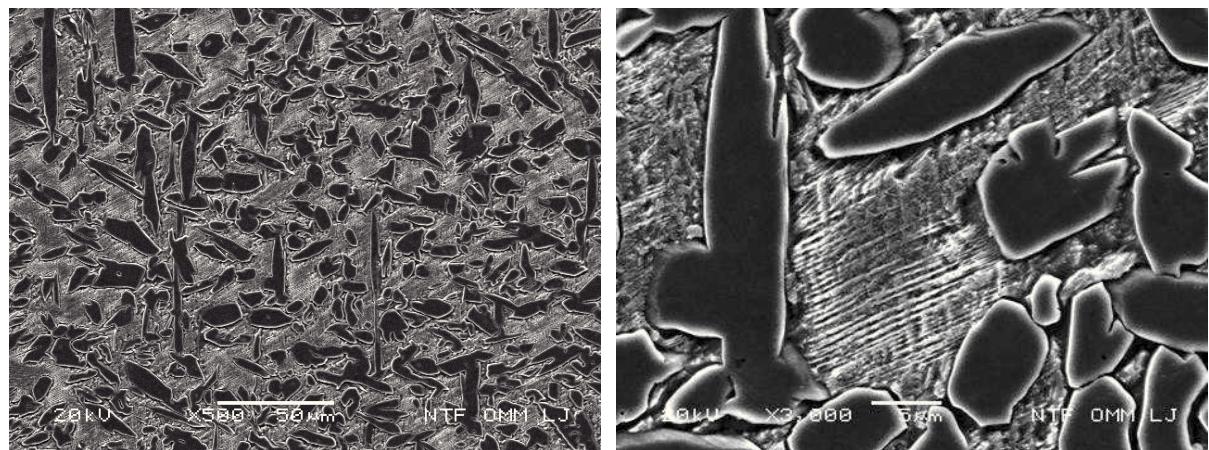


b)

Slika 41. SEM mikrografija Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 2) u lijevanom stanju (a) i energijsko disperzijski spektar (b) za poziciju 1

Tablica 4. Kemijski sastav Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 2), mas. %; pozicije označene na slici 41

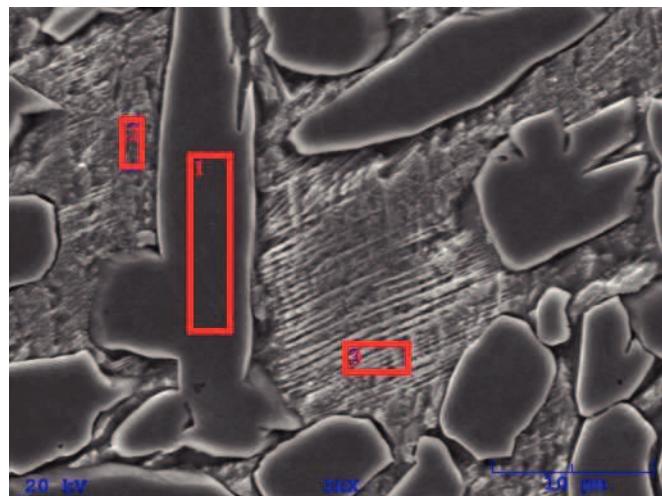
| Pozicija | Kemijski sastav, mas. % |      |      |
|----------|-------------------------|------|------|
|          | Cu                      | Al   | Mn   |
| 1        | 85,66                   | 5,48 | 8,86 |
| 2        | 84,57                   | 5,76 | 9,67 |
| 3        | 83,69                   | 6,40 | 9,91 |



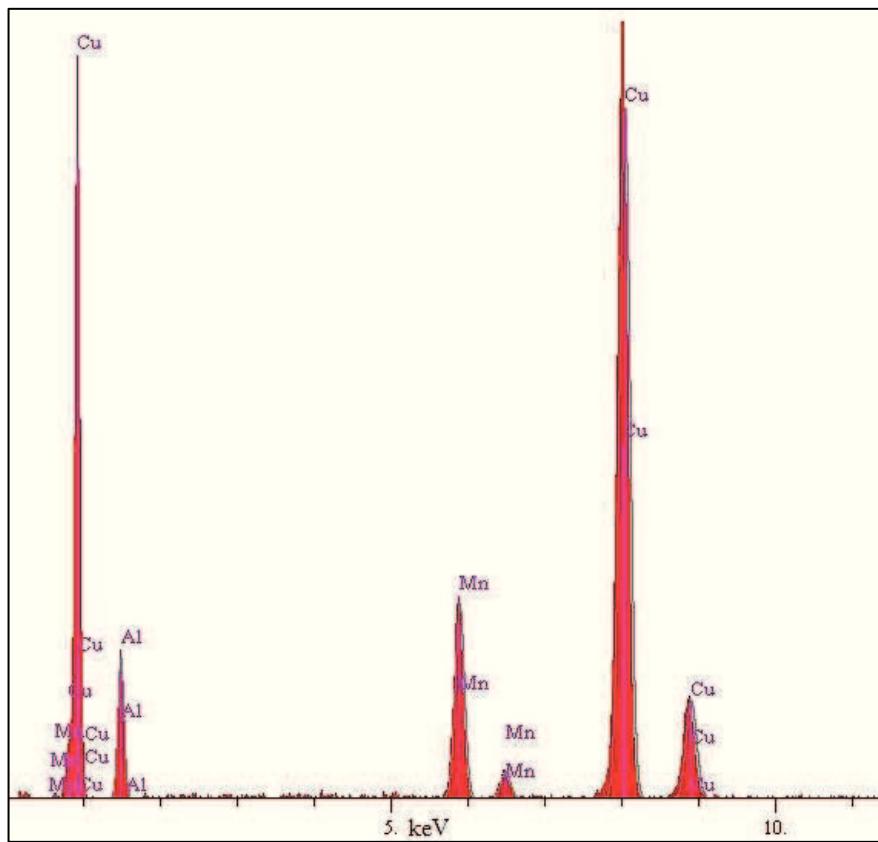
a)

b)

Slika 42. SEM mikrografije Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 2V) nakon toplog valjanja i kovanja pri povećanju 500x (a) i 3000x (b)



a)

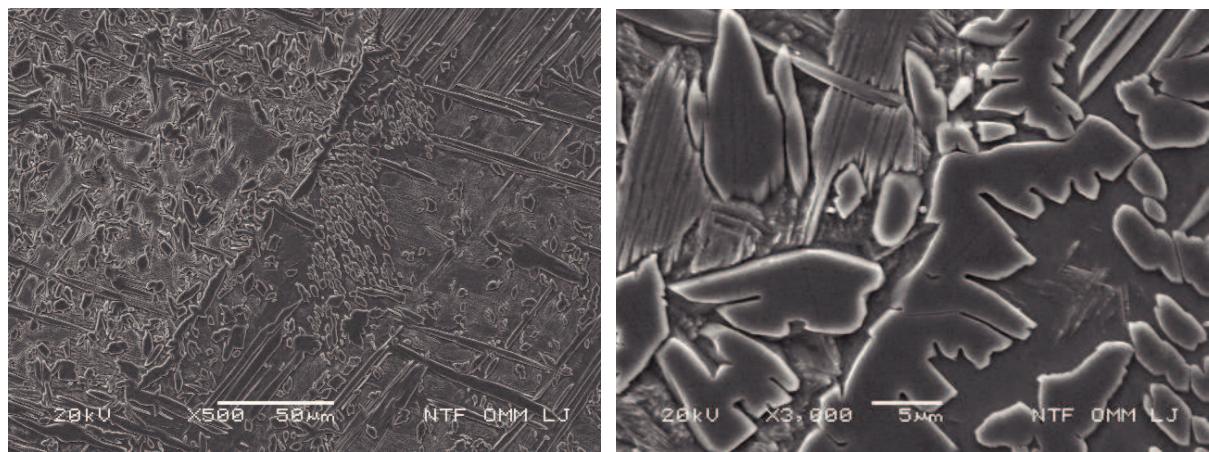


b)

Slika 43. SEM mikrografija Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 2V) nakon toplog valjanja i kovanja (a) i energijsko disperzijski spektar (b) za poziciju 1

Tablica 5. Kemijski sastav Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 2V), mas. %; pozicije označene na slici 43

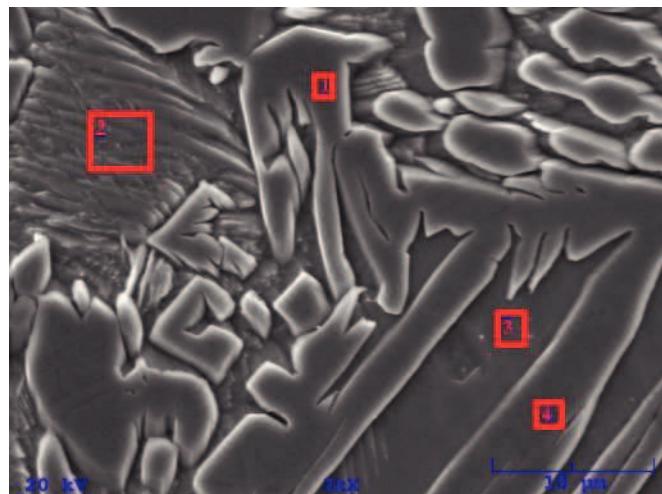
| Pozicija | Kemijski sastav, mas. % |      |       |
|----------|-------------------------|------|-------|
|          | Cu                      | Al   | Mn    |
| 1        | 86,09                   | 5,22 | 8,69  |
| 2        | 83,02                   | 6,77 | 10,21 |
| 3        | 83,12                   | 6,83 | 10,05 |



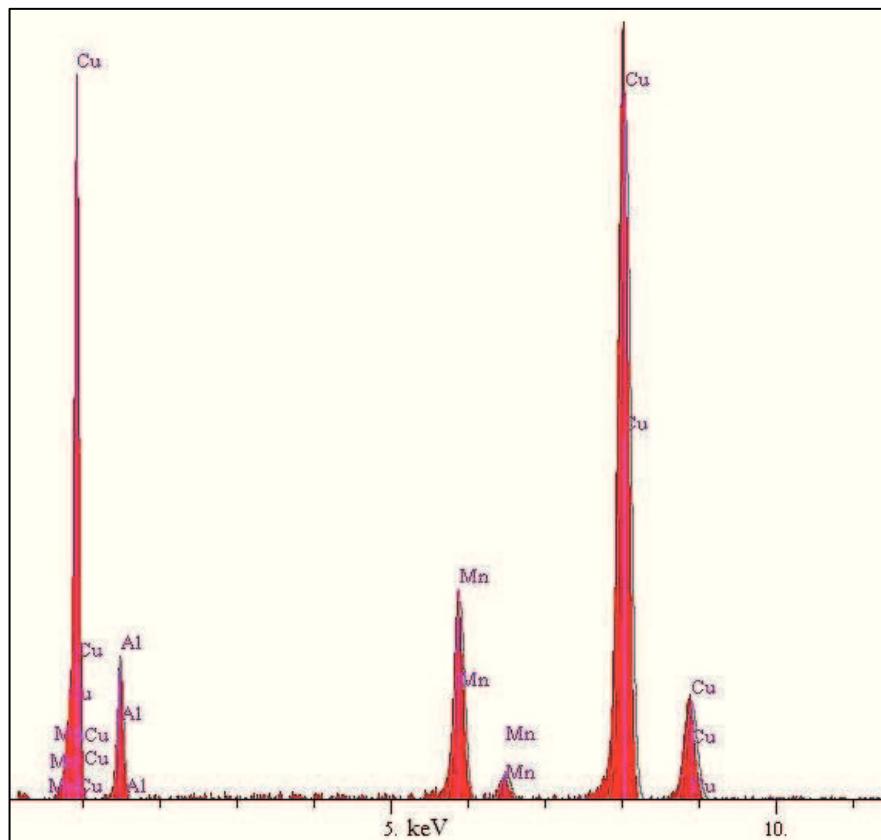
a)

b)

Slika 44. SEM mikrografije Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 5) nakon hladnog vučenja pri povećanju 500x (a) i 3000x (b)



a)

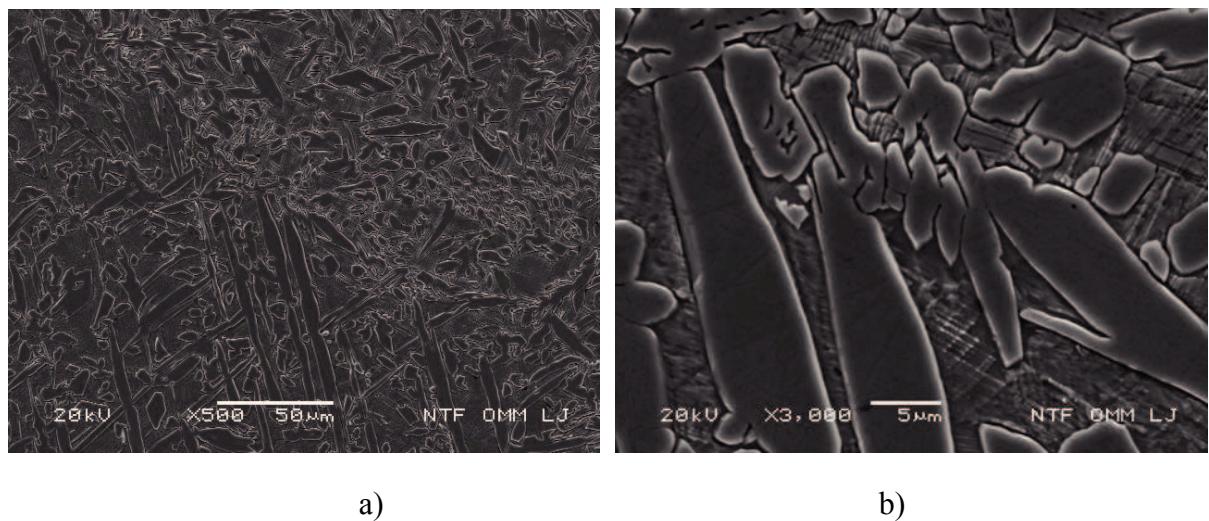


b)

Slika 45. SEM mikrografija Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 5) nakon hladnog vučenja (a) i energijsko disperzijski spektar (b) za poziciju 1

Tablica 6. Kemijski sastav Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 5), mas. %; pozicije označene na slici 45

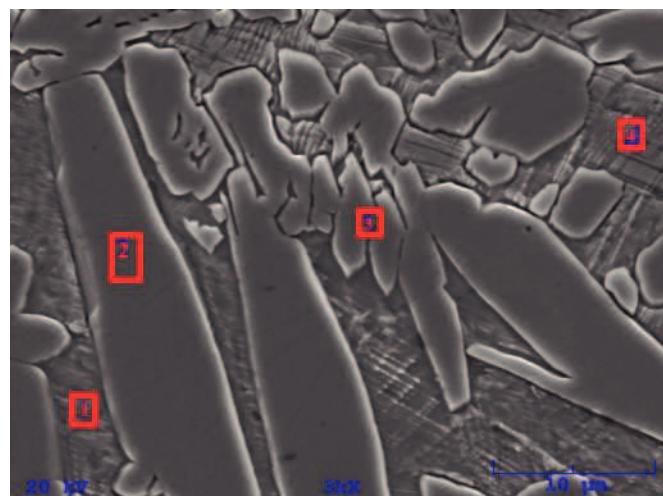
| Pozicija | Kemijski sastav, mas. % |      |      |
|----------|-------------------------|------|------|
|          | Cu                      | Al   | Mn   |
| 1        | 85,65                   | 5,31 | 9,04 |
| 2        | 84,19                   | 6,30 | 9,51 |
| 3        | 82,86                   | 7,36 | 9,78 |
| 4        | 86,15                   | 5,17 | 8,68 |



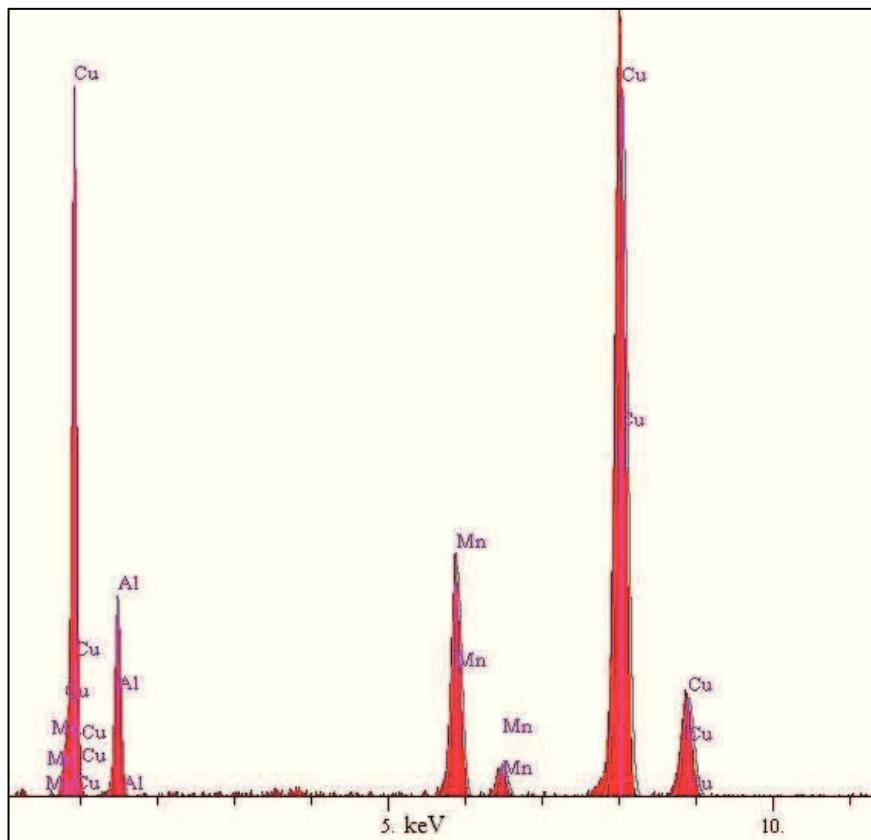
a)

b)

Slika 46. SEM mikrografije Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 6) nakon hladnog vučenja pri povećanju 500x (a) i 3000x (b)



a)

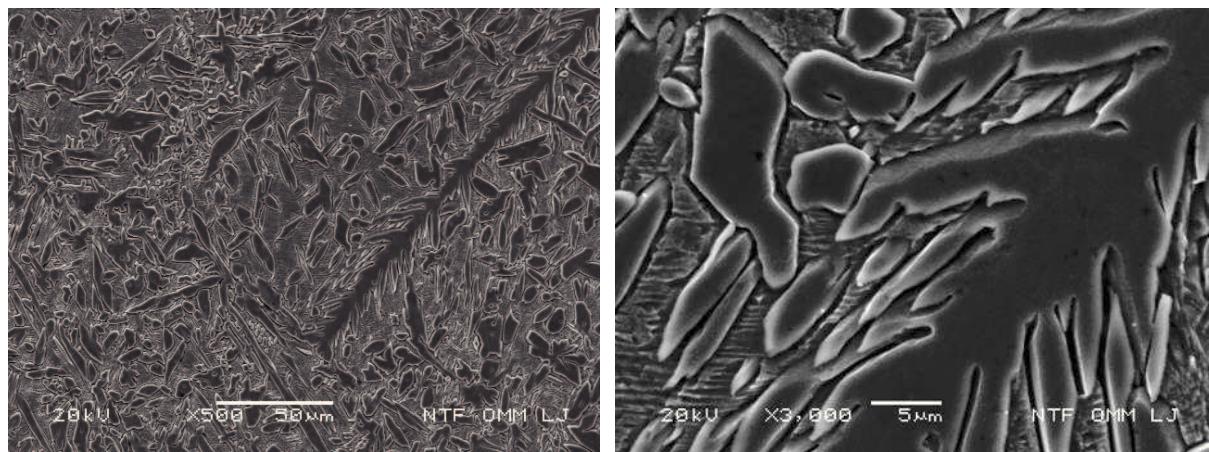


b)

Slika 47. SEM mikrografija Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 6) nakon hladnog vučenja (a) i energijsko disperzijski spektar (b) za poziciju 1

Tablica 7. Kemijski sastav Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 6), mas. %; pozicije označene na slici 47

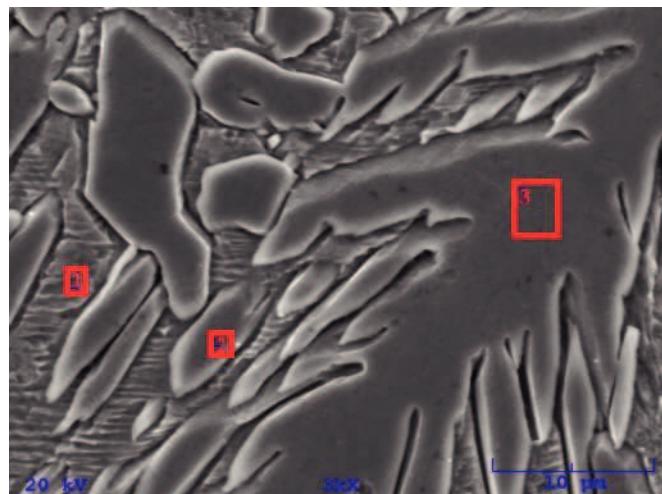
| Pozicija | Kemijski sastav, mas. % |      |       |
|----------|-------------------------|------|-------|
|          | Cu                      | Al   | Mn    |
| 1        | 83,07                   | 6,88 | 10,05 |
| 2        | 86,72                   | 4,81 | 8,47  |
| 3        | 86,01                   | 5,14 | 8,85  |
| 4        | 82,98                   | 7,19 | 9,83  |



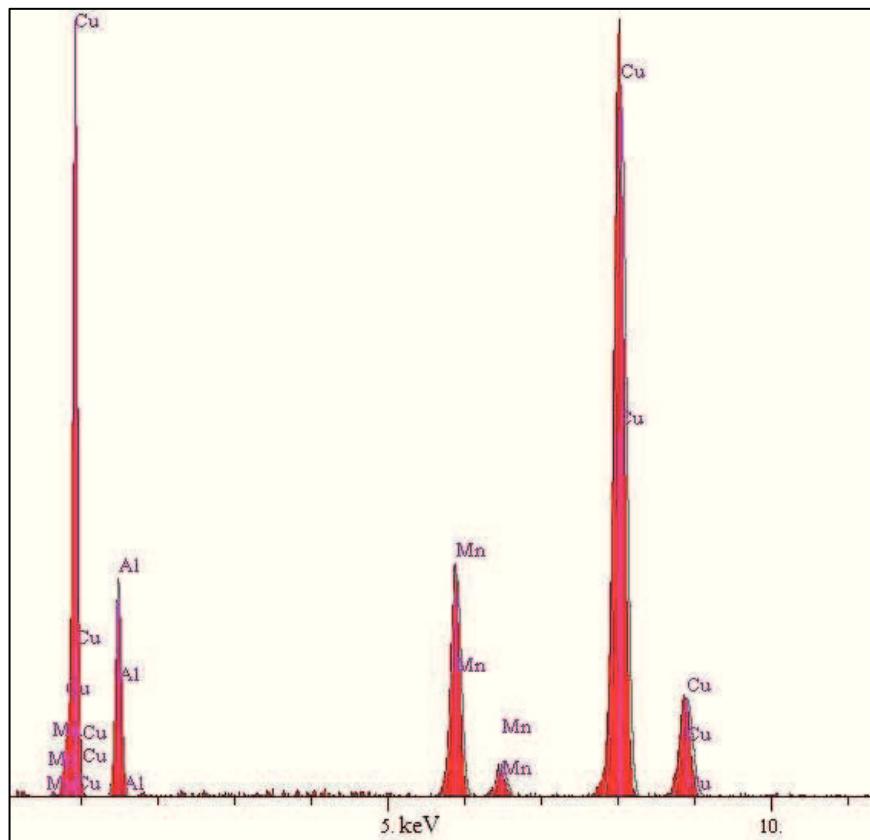
a)

b)

Slika 48. SEM mikrografije Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 9) nakon hladnog vučenja pri povećanju 500x (a) i 3000x (b)



a)

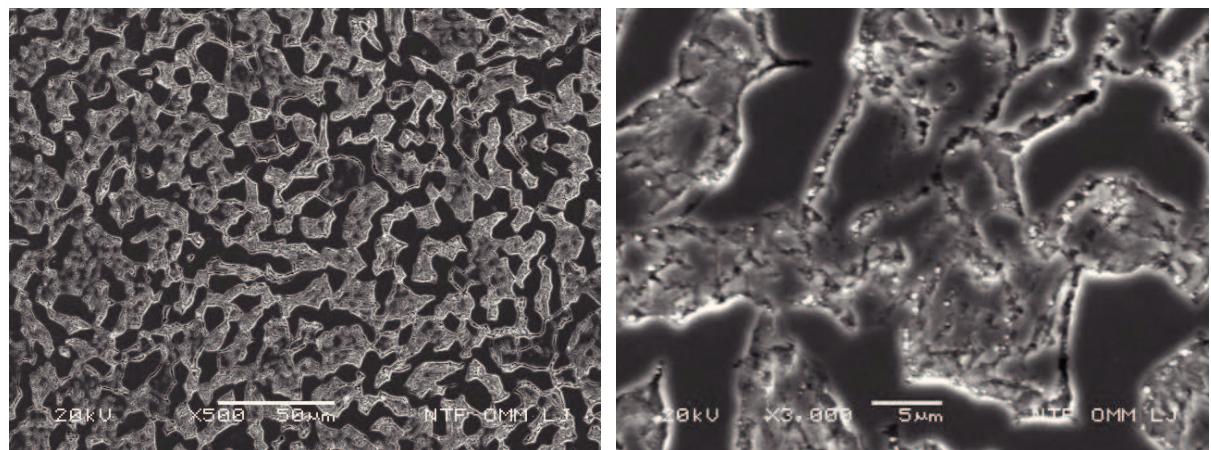


b)

Slika 49. SEM mikrografija Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 9) nakon hladnog vučenja (a) i energijsko disperzijski spektar (b) za poziciju 1

Tablica 8. Kemijski sastav Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 9), mas. %; pozicije označene na slici 49

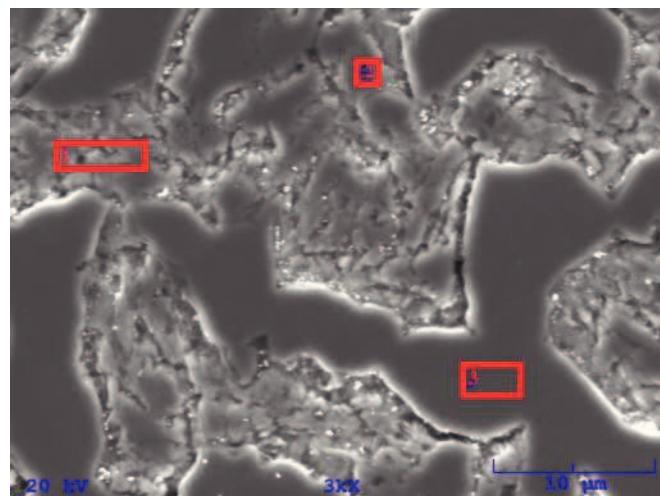
| Pozicija | Kemijski sastav, mas. % |      |      |
|----------|-------------------------|------|------|
|          | Cu                      | Al   | Mn   |
| 1        | 82,74                   | 7,45 | 9,81 |
| 2        | 86,27                   | 5,30 | 8,43 |
| 3        | 86,46                   | 5,03 | 8,51 |



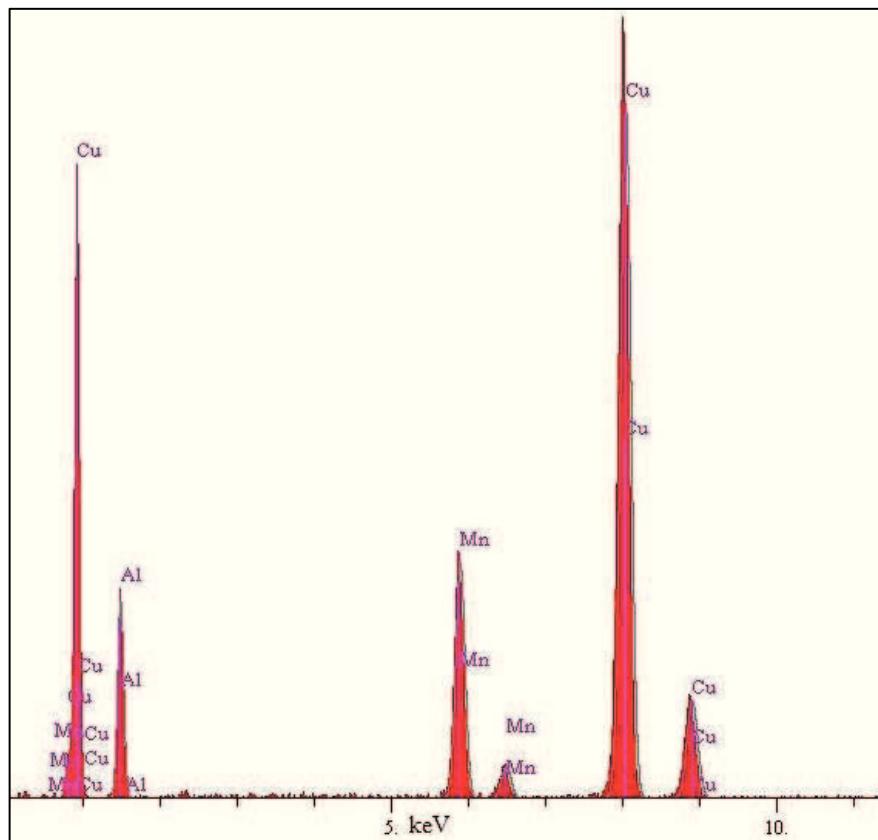
a)

b)

Slika 50. SEM mikrografije Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 11) nakon hladnog vučenja pri povećanju 500x (a) i 3000x (b)



a)



b)

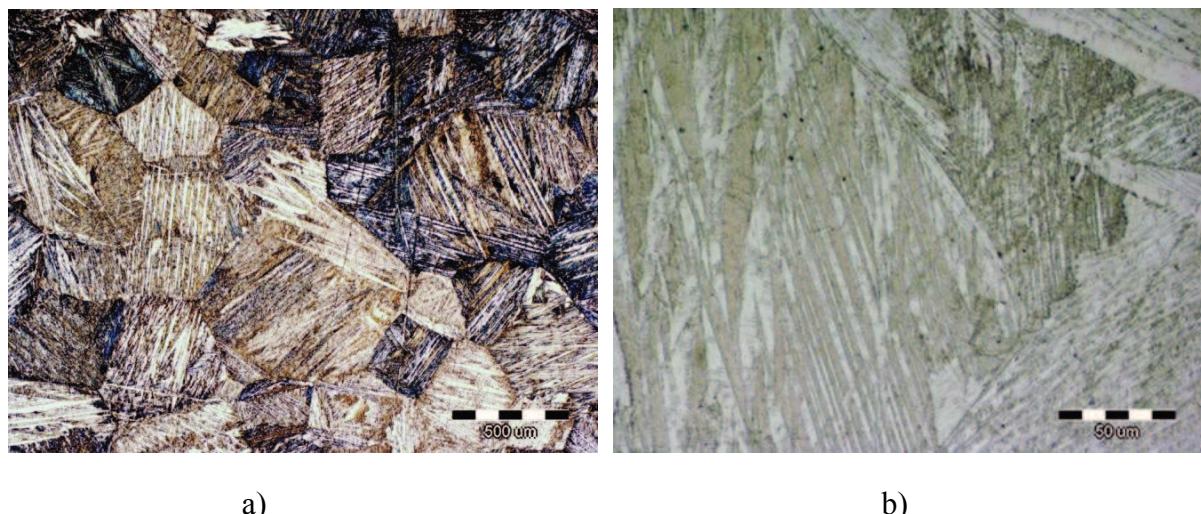
Slika 51. SEM mikrografija Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 11) nakon hladnog vučenja (a) i energijsko disperzijski spektar (b) za poziciju 1

Tablica 9. Kemijski sastav Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 11), mas. %; pozicije označene na slici 51

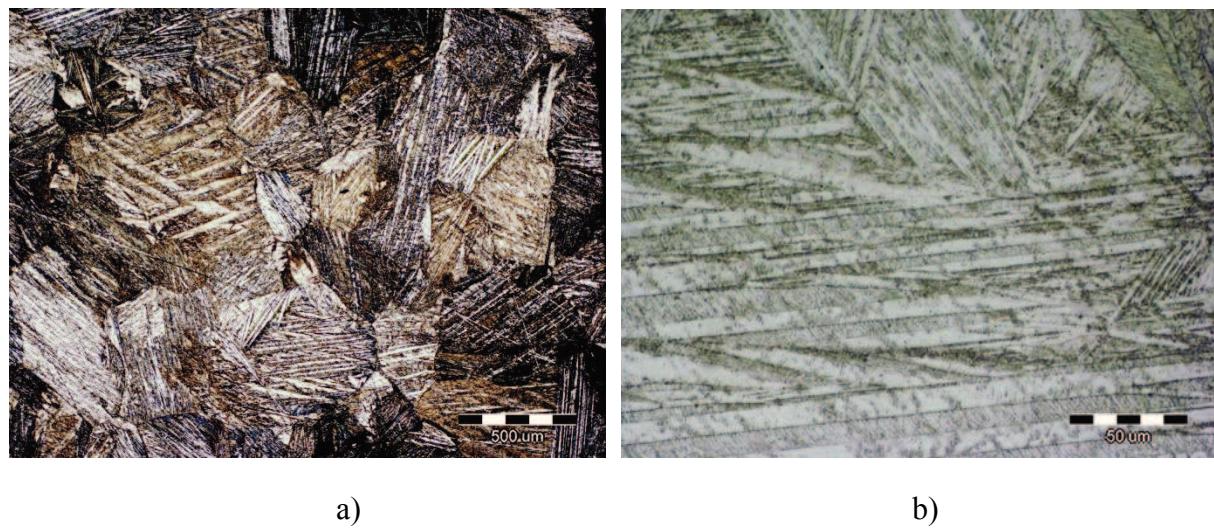
| Pozicija | Kemijski sastav, mas. % |      |       |
|----------|-------------------------|------|-------|
|          | Cu                      | Al   | Mn    |
| 1        | 82,66                   | 6,93 | 10,41 |
| 2        | 83,16                   | 6,75 | 10,09 |
| 3        | 86,63                   | 4,92 | 8,45  |

#### 4.3. Optička mikroskopija Cu-Al-Mn legure nakon toplinske obrade

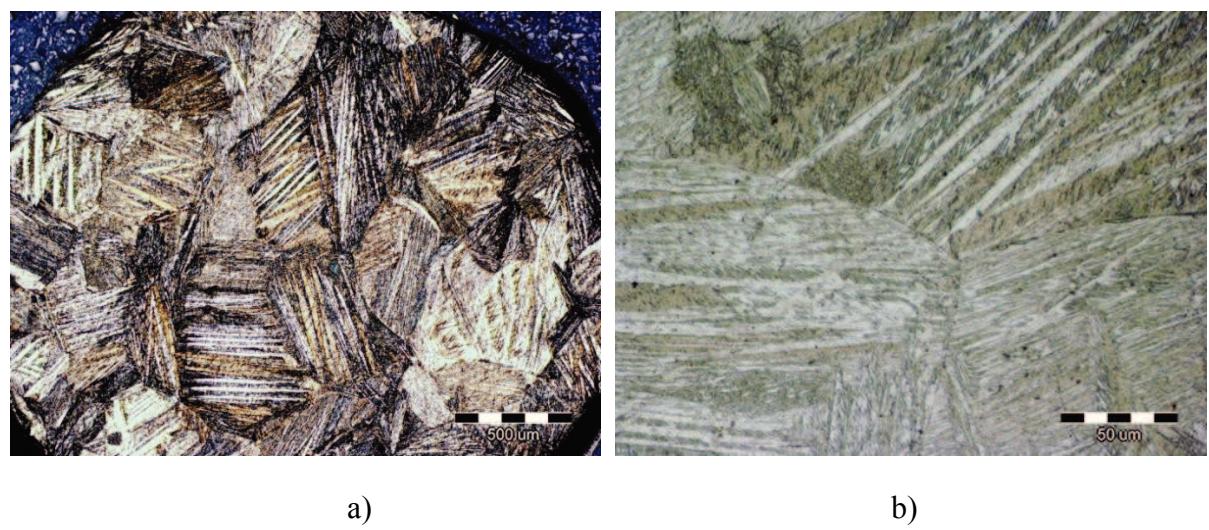
Na uzorcima br. 2, 5, 9 i 11 provedena je toplinska obrada kaljenjem 900 °C/15 minuta/H<sub>2</sub>O te je zamijećen značajan utjecaj toplinske obrade na mikrostrukturu. Mikrostruktura Cu-Al-Mn legure nakon toplinske obrade ispitivana je optičkom mikroskopijom (slika 52 – 55). Na svim uzorcima vidljiva je martenzitna mikrostruktura koja nastaje kao posljedica hlađenja legure iz  $\beta$ -faznog područja. Cu-Al-Mn legure prolaze martenzitnu transformaciju iz neuređene  $\beta$ -faze koja je stabilna samo na visokim temperaturama. Tijekom kaljenja iz  $\beta$ -faznog područja ove legure prolaze niz reakcija  $\beta$  (A2)  $\rightarrow$   $\beta_2$  (B2)  $\rightarrow$   $\beta_1$  (L21). Pri tome nastaju tri vrste martenzita:  $\alpha'$ (3R),  $\beta'_1$  (18R) i  $\gamma'_1$  (2H), ovisno o udjelu aluminija i mangana u leguri. Pri nižem udjelu aluminija prevladava  $\beta'_1$  martenzit, a kod viših udjela aluminija formira se  $\gamma'_1$  martenzit. U području gdje su podjednake količine aluminija i mangana, obje vrste martenzita koegzistiraju [30].



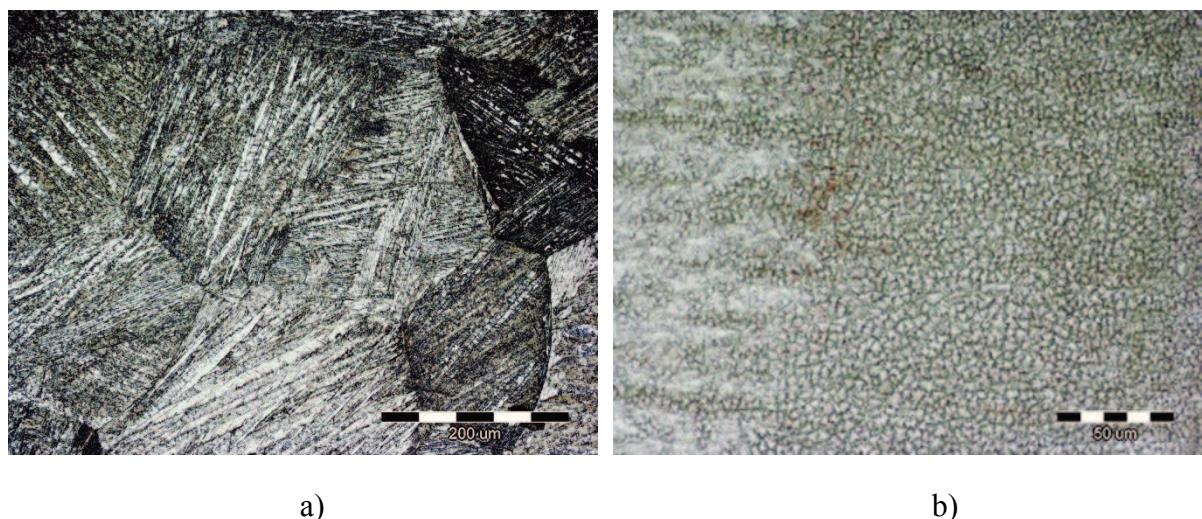
Slika 52. Optičke mikrografije Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 2) nakon toplinske obrade pri povećanju 50x (a) i 500x (b)



Slika 53. Optičke mikrografije Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 5) nakon toplinske obrade pri povećanju 50x (a) i 500x (b)



Slika 54. Optičke mikrografije Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 9) nakon toplinske obrade pri povećanju 50x (a) i 500x (b)



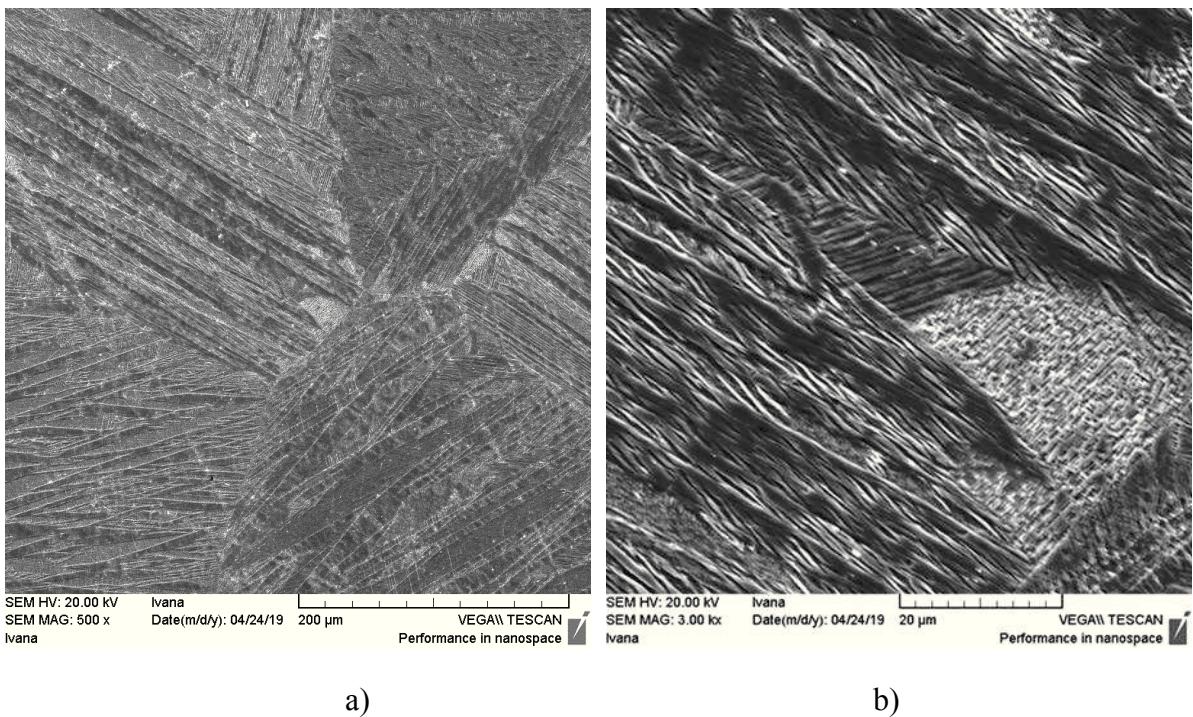
Slika 55. Optičke mikrografije Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 11) nakon toplinske obrade pri povećanju 200x (a) i 500x (b)

#### **4.4. Pretražna elektronska mikroskopija Cu-Al-Mn legure nakon toplinske obrade**

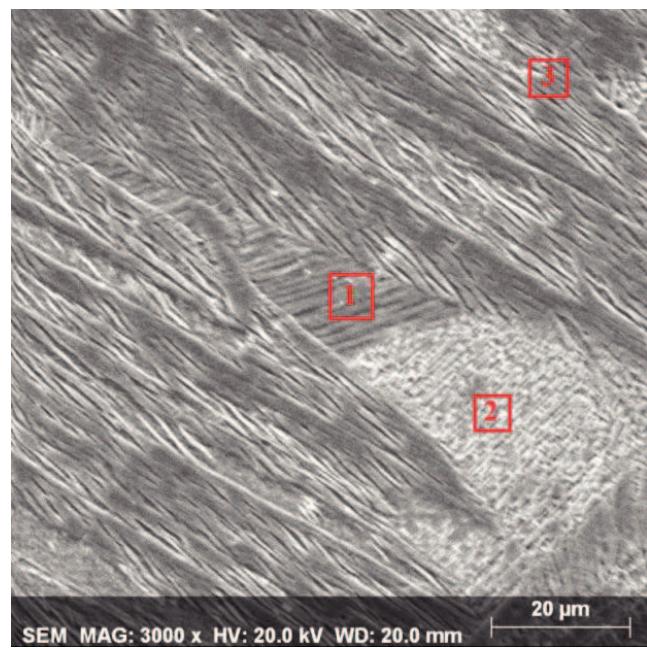
Nakon optičke mikroskopije provedena je SEM/EDS analiza na toplinski obrađenim uzorcima (slike 56 – 63). Toplinskog obradom na  $900\text{ }^{\circ}\text{C}/15$  minuta i naglim hlađenjem u vodi sobne temperature potpuno je ispunjen uvjet za nastanak martenzitne mikrostrukture što je i vidljivo na svim uzorcima (slika 56 – 63).

Najčešći postupak toplinske obrade kod legura s prisjetljivosti oblika na bazi bakra je homogenizacijsko žarenje u  $\beta$ -faznom području te hlađenje u vodi. Navedenim postupkom toplinske obrade osigurava se dovoljno pothlađenje potrebno za odvijanje martenzitne transformacije [31].

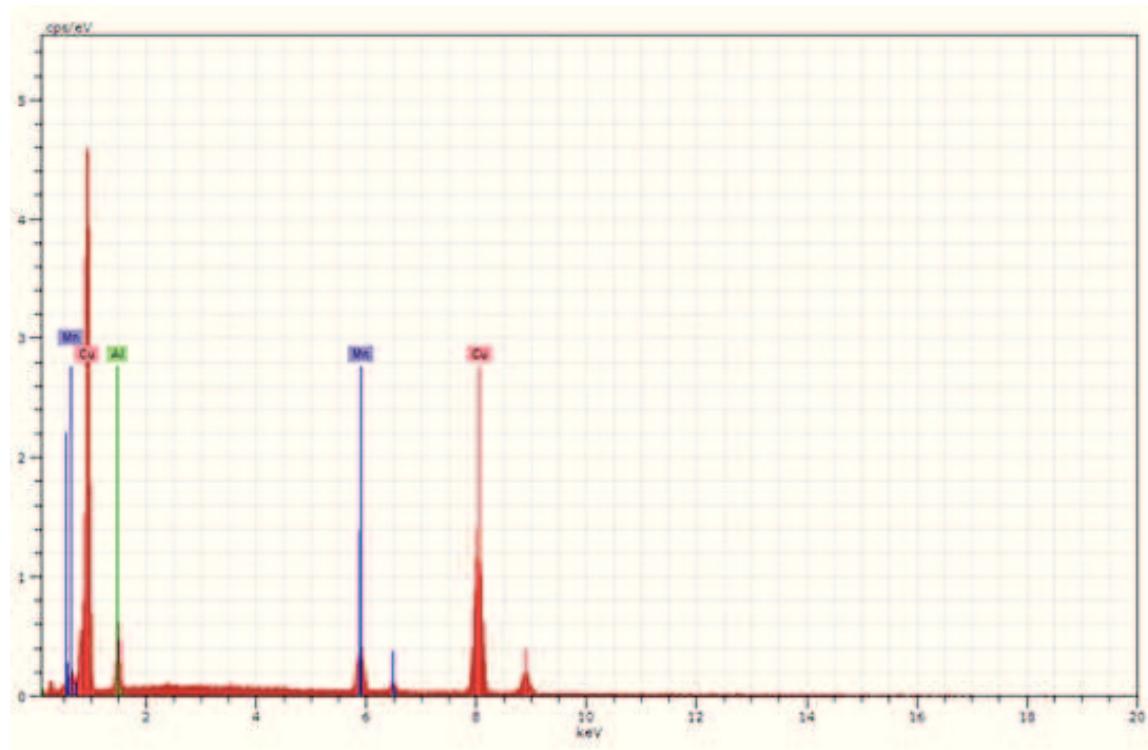
EDS analizom vidljiv je homogen kemijski sastav martenzitne faze (tablica 10-13). Sadržaj bakra iznosio je od 82,46 – 84,40 mas. %, aluminija od 6,04 – 7,94 mas. % i mangana od 9,08 – 9,80 mas. %.



Slika 56. SEM mikrografije Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 2) nakon toplinske obrade pri povećanju 500x (a) i 3000x (b)



a)

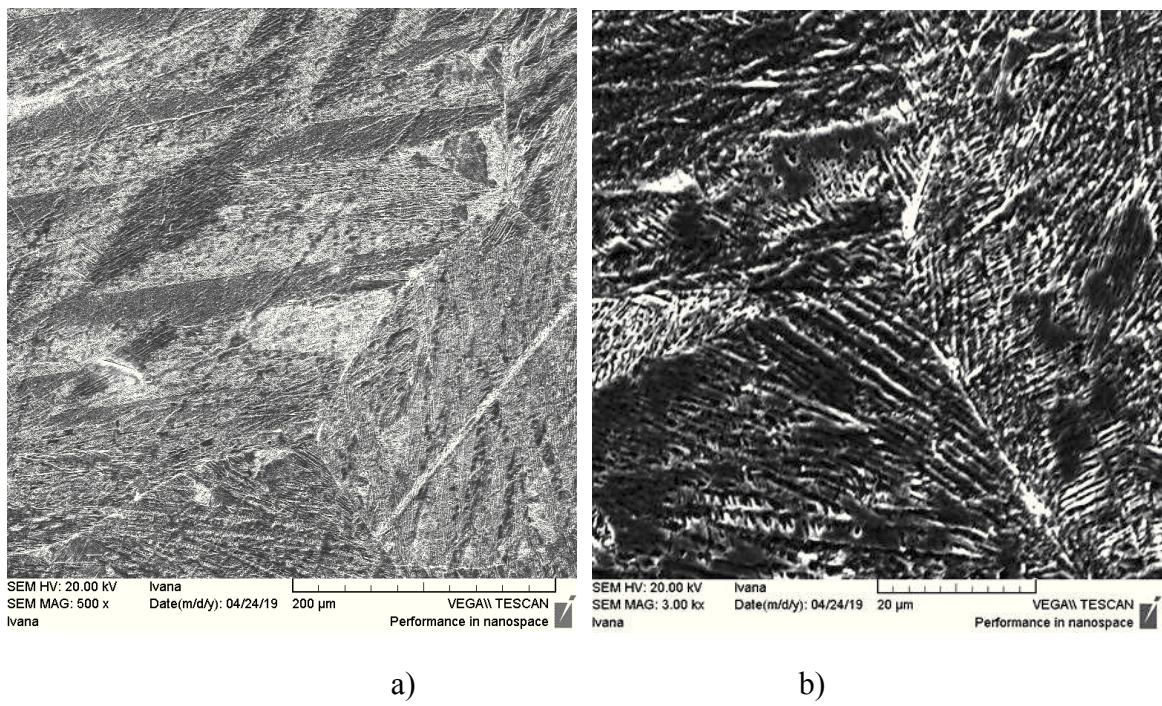


b)

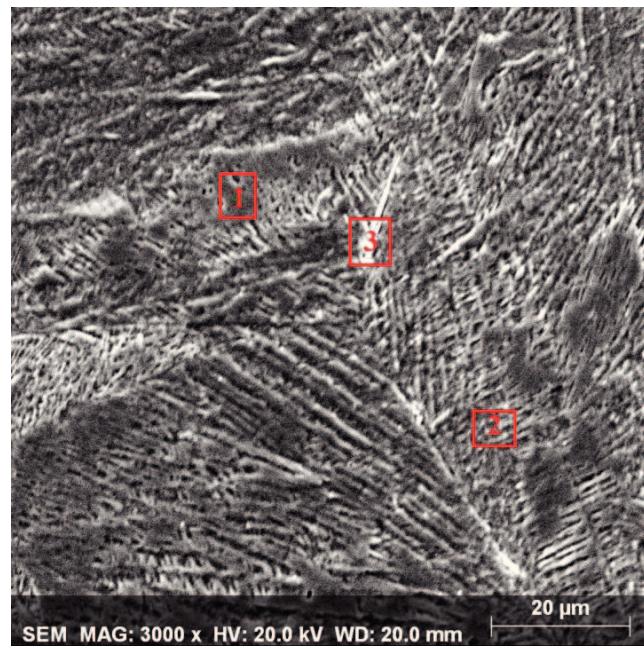
Slika 57. SEM mikrografija Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 2) (a) i energijsko disperzijski spektar (b) za poziciju 1

Tablica 10. Kemijski sastav Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 2), mas. %; pozicije označene na slici 57

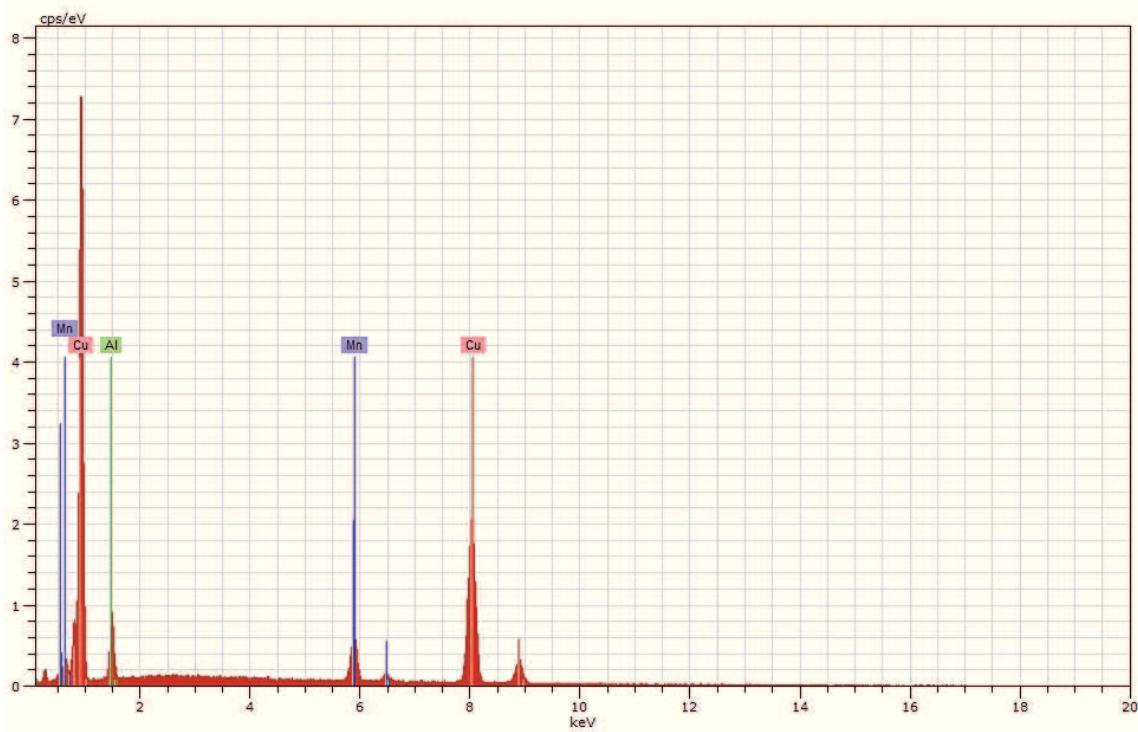
| Pozicija | Kemijski sastav, mas. % |      |      |
|----------|-------------------------|------|------|
|          | Cu                      | Al   | Mn   |
| 1        | 83,82                   | 6,72 | 9,46 |
| 2        | 84,40                   | 6,04 | 9,56 |
| 3        | 82,46                   | 7,94 | 9,59 |



Slika 58. SEM mikrografije Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 5) nakon toplinske obrade pri povećanju 500x (a) i 3000x (b)



a)

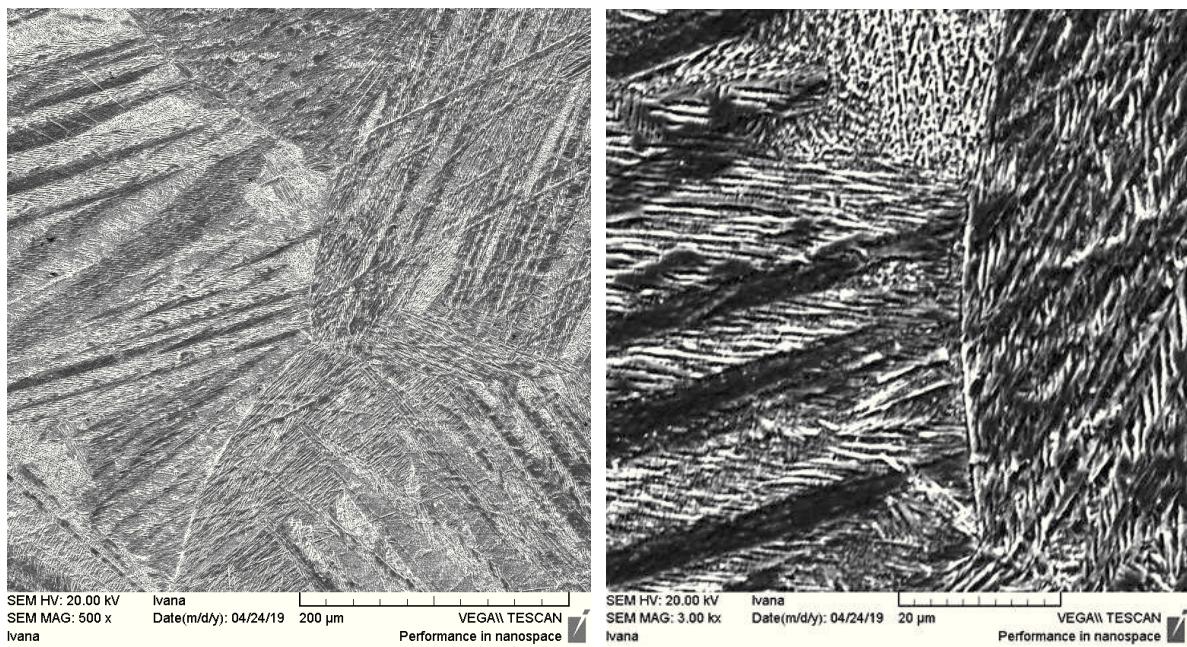


b)

Slika 59. SEM mikrografija Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 5) (a) i energijsko disperzijski spektar (b) za poziciju 1

Tablica 11. Kemijski sastav Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 5), mas. %; pozicije označene na slici 59

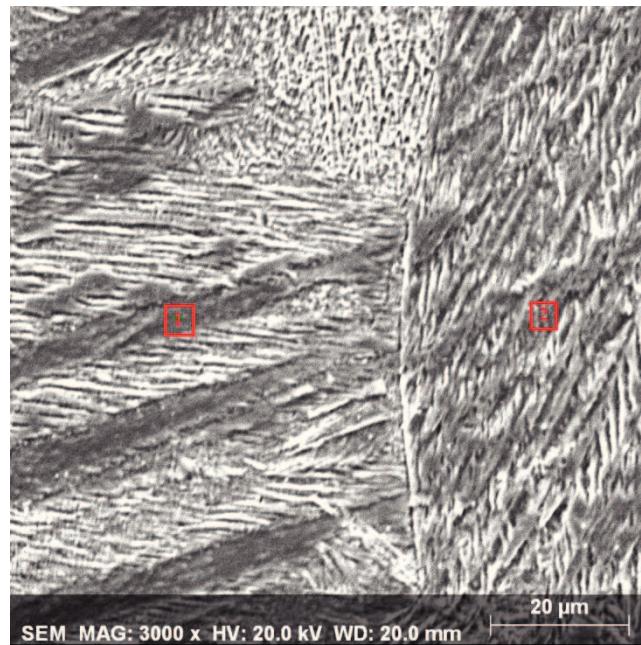
| Pozicija | Kemijski sastav, mas. % |      |      |
|----------|-------------------------|------|------|
|          | Cu                      | Al   | Mn   |
| 1        | 83,54                   | 7,06 | 9,80 |
| 2        | 83,03                   | 7,70 | 9,27 |
| 3        | 82,99                   | 7,78 | 9,24 |



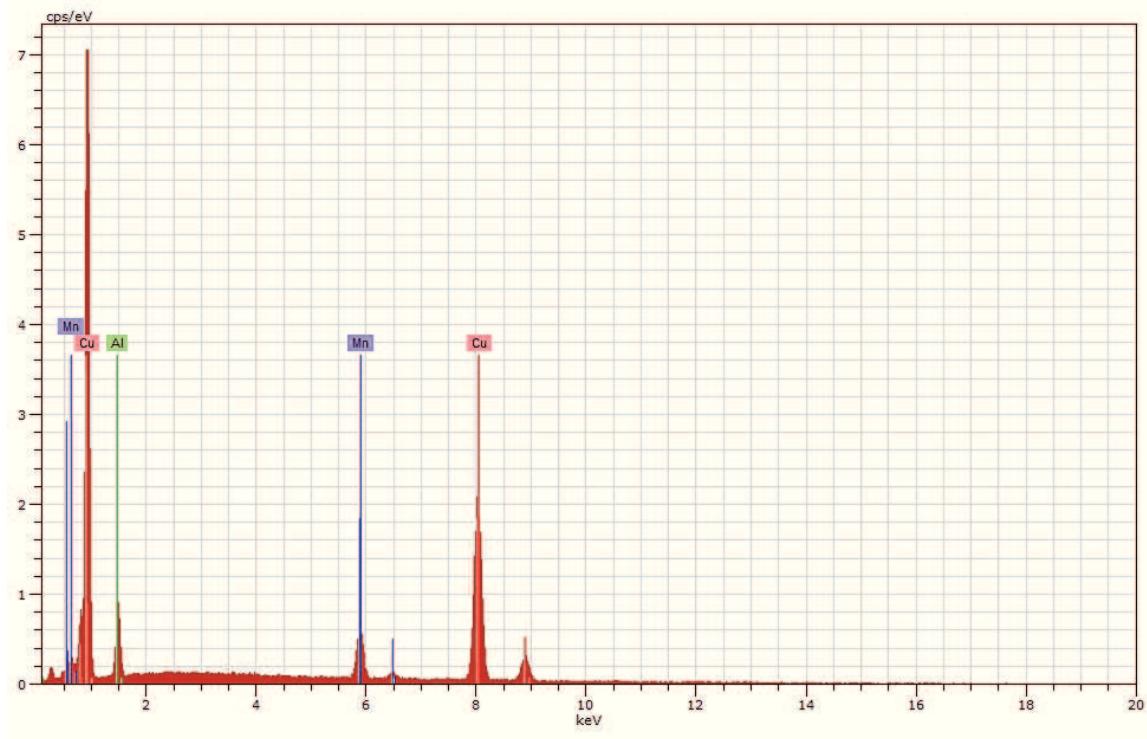
a)

b)

Slika 60. SEM mikrografije Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 9) nakon toplinske obrade pri povećanju 500x (a) i 3000x (b)



a)

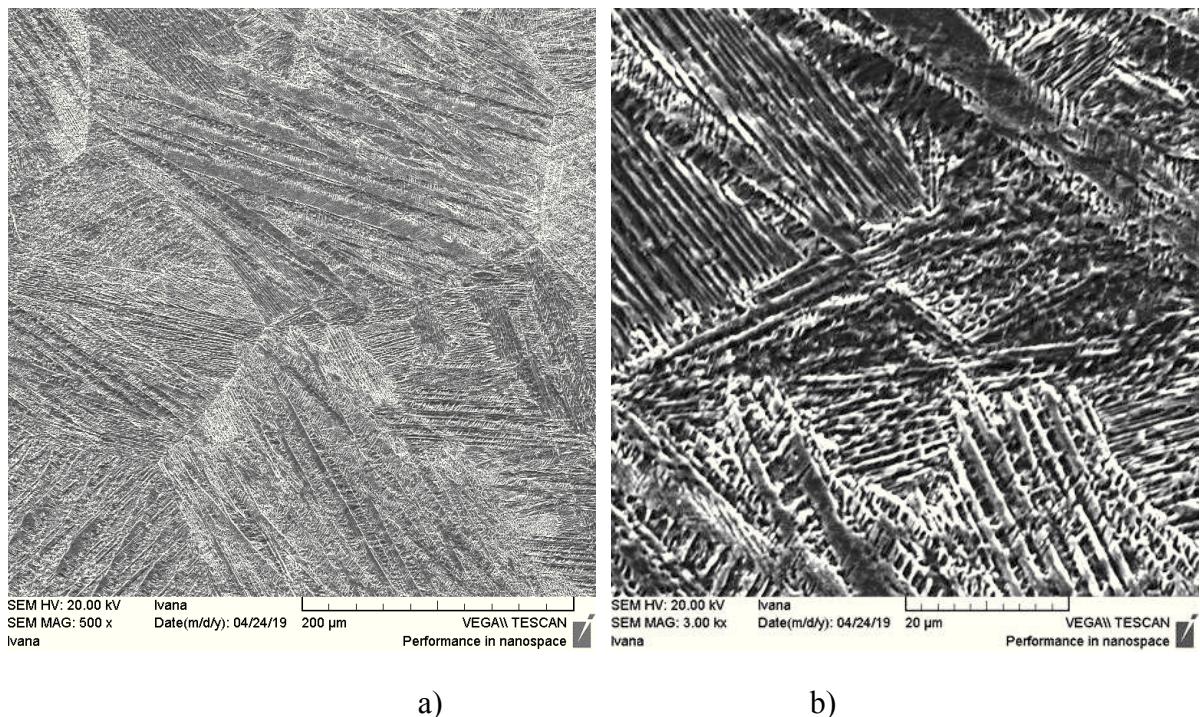


b)

Slika 61. SEM mikrografija Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 9) (a) i energijsko disperzijski spektar (b) za poziciju 1

Tablica 12. Kemijski sastav Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 9), mas. %; pozicije označene na slici 61

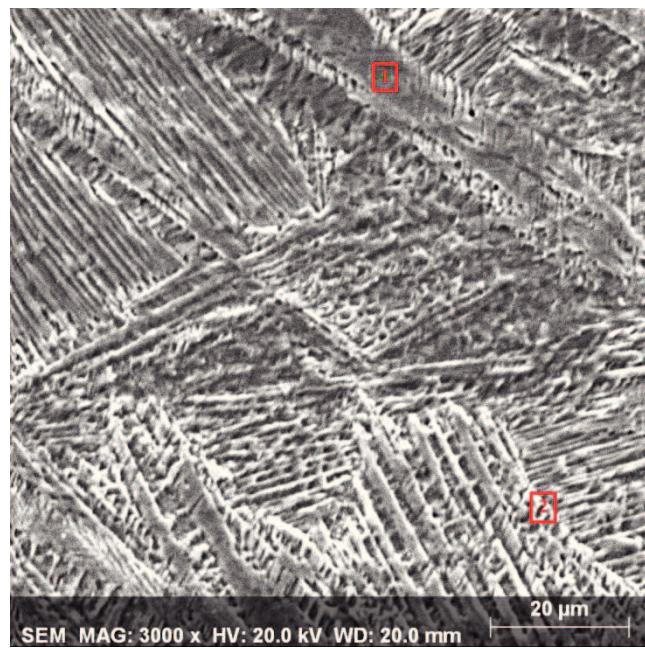
| Pozicija | Kemijski sastav, mas. % |      |      |
|----------|-------------------------|------|------|
|          | Cu                      | Al   | Mn   |
| 1        | 83,77                   | 6,74 | 9,49 |
| 2        | 83,54                   | 7,39 | 9,08 |



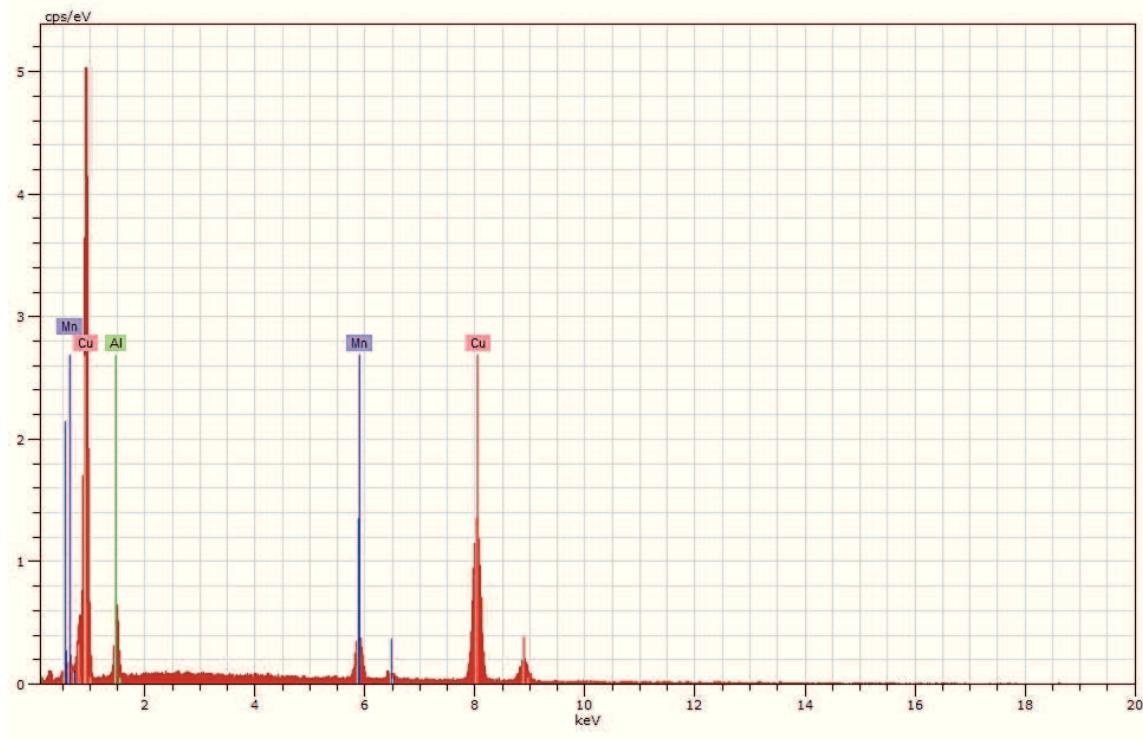
a)

b)

Slika 62. SEM mikrografije Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 11) nakon toplinske obrade pri povećanju 500x (a) i 3000x (b)



a)



b)

Slika 63. SEM mikrografija Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 11) (a) i energijsko disperzijski spektar (b) za poziciju 1

Tablica 13. Kemijski sastav Cu-Al-Mn legure (uzorak br. 11), mas. %; pozicije označene na slici 63

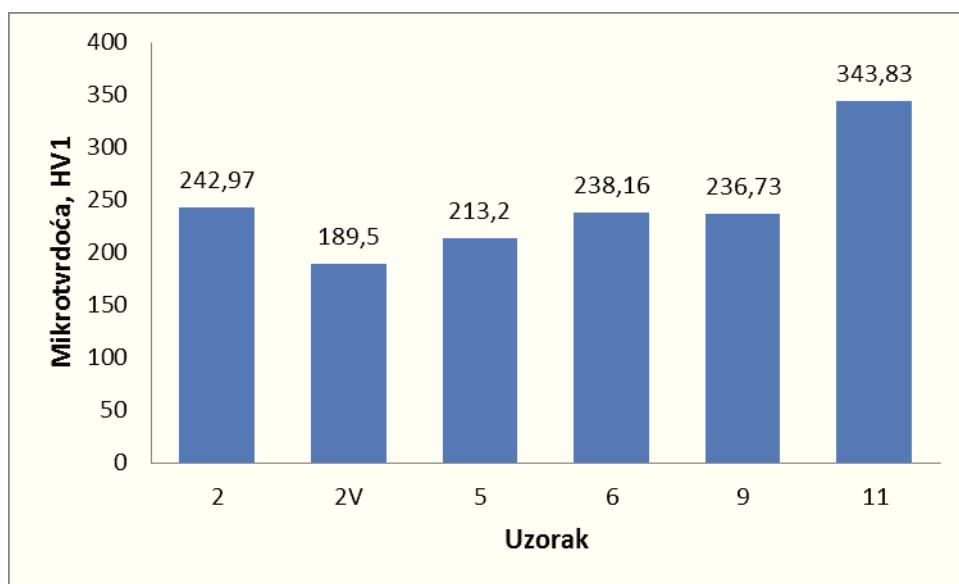
| Pozicija | Kemijski sastav, mas. % |      |      |
|----------|-------------------------|------|------|
|          | Cu                      | Al   | Mn   |
| 1        | 83,60                   | 7,03 | 9,37 |
| 2        | 83,69                   | 6,64 | 9,67 |

#### 4.5. Utjecaj hladnog vučenja i toplinske obrade na mikrotvrdoću Cu-Al-Mn legure

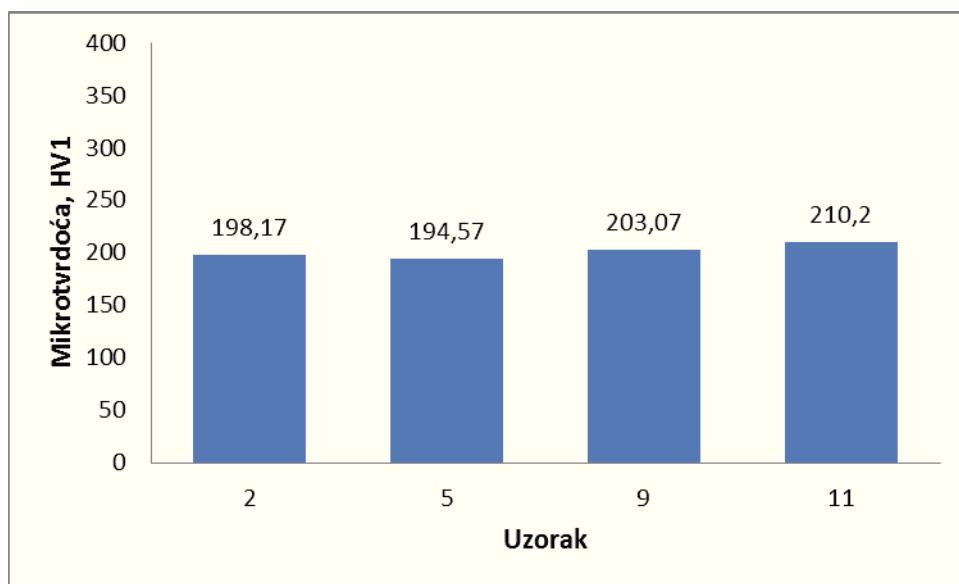
U tablici 14 dan je prikaz utjecaja hladnog vučenja i toplinske obrade na mikrotvrdoću Cu-Al-Mn legure. Vrijednosti mikrotvrdoće dane su kao srednja vrijednost tri mjerena. Vidljivo je da se mikrotvrdoća legure povećava postupkom hladnog vučenja (slika 63). Mikrotvrdoća legure u lijevanom stanju je iznosila 242,97 HV1, a za uzorak br. 11 ( $\phi$  1,80 mm) je iznosila 343,83 HV1. Vrijednosti mikrotvrdoće značajno su niže nakon toplinske obrade legure (slika 64) što je u korelaciji s dobivenim rezultatima mikrostrukture, gdje je zamijećena pojava martenzita nakon toplinske obrade.

Tablica 14. Utjecaj hladnog vučenja i toplinske obrade na mikrotvrdoću Cu-Al-Mn legure

|                        | Uzorak | Izmjerene vrijednosti,<br>HV <sub>1</sub> | Srednja vrijednost,<br>HV1 |
|------------------------|--------|---|----------------------------|
| Hladno vučenje         | 2      | 247,5                                     | 242,97                     |
|                        |        | 233,8                                     |                            |
|                        |        | 247,6                                     |                            |
| Hladno vučenje         | 2V     | 189,2                                     | 189,5                      |
|                        |        | 188,7                                     |                            |
|                        |        | 190,6                                     |                            |
| Hladno vučenje         | 5      | 215,4                                     | 213,2                      |
|                        |        | 210,8                                     |                            |
|                        |        | 213,4                                     |                            |
| Hladno vučenje         | 6      | 237,0                                     | 238,16                     |
|                        |        | 232,4                                     |                            |
|                        |        | 245,1                                     |                            |
| Hladno vučenje         | 9      | 233,6                                     | 236,73                     |
|                        |        | 238,2                                     |                            |
|                        |        | 238,4                                     |                            |
| Nakon toplinske obrade | 11     | 339,1                                     | 343,83                     |
|                        |        | 347,0                                     |                            |
|                        |        | 345,4                                     |                            |
| Nakon toplinske obrade | 2      | 195,0                                     | 198,17                     |
|                        |        | 201,5                                     |                            |
|                        |        | 196,5                                     |                            |
| Nakon toplinske obrade | 5      | 202,0                                     | 194,57                     |
|                        |        | 190,7                                     |                            |
|                        |        | 191,0                                     |                            |
| Nakon toplinske obrade | 9      | 198,5                                     | 203,07                     |
|                        |        | 207,0                                     |                            |
|                        |        | 203,7                                     |                            |
| Nakon toplinske obrade | 11     | 213,2                                     | 210,2                      |
|                        |        | 210,1                                     |                            |
|                        |        | 207,3                                     |                            |



Slika 64. Dijagramski prikaz vrijednosti mikrotvrdoće Cu-Al-Mn legure nakon hladnog vučenja



Slika 65. Dijagramski prikaz vrijednosti mikrotvrdoće Cu-Al-Mn legure nakon toplinske obrade

## 5. ZAKLJUČAK

Postupcima tople i hladne plastične deformacije dobivena je žica Cu-Al-Mn legure s prisjetljivosti oblika promjera 4,47 mm, 3,22 mm i 1,80 mm iz kontinuirano lijevanje šipke promjera 8 mm. Iz rezultata provedene mikrostrukturne karakterizacije i ispitivanja mikrotvrdoće nakon hladnog vučenja i toplinske obrade može se zaključiti sljedeće:

- Optičkom i pretražnom elektronskom mikroskopijom utvrđeno je da uzorak Cu-Al-Mn legure s prisjetljivosti oblika u lijevanom stanju ima dvofaznu ( $\alpha + \beta$ ) mikrostrukturu. Dobivena mikrostruktura je dobar preduvjet za kasniju martenzitnu faznu transformaciju koja se odvija nakon kaljenja.
- Promjena u mikrostrukturi Cu-Al-Mn legure vidljiva je nakon tople deformacije valjanjem i kovanjem pri čemu dolazi do usmjeravanja (pravilne orijentacije) dvofazne ( $\alpha + \beta$ ) mikrostrukture. Nastala tekstura je nastala kao posljedica tečenja materijala tijekom tople plastične prerade.
- Nakon hladnog vučenja Cu-Al-Mn legure u žice dimenzija  $\phi$  4,47 mm,  $\phi$  3,22 mm i  $\phi$  1,80 mm vidljiva je sporadična pojava martenzitnih iglica. Postupkom hladne plastične deformacije postignuti su djelomično povoljni uvjeti za odvijanje martenzitne transformacije, odnosno za transformaciju  $\beta$ -faze u naprezanjem inducirani martenzit.
- Iz rezultata EDS analize uzorka nakon hladnog vučenja vidljiva je razlika u kemijskom sastavu između martenzitne i  $\alpha$ -faze, gdje u pravilu martenzitna faza ima nešto veći udio aluminija i mangana te niži udio bakra.
- Mikrostrukturna karakterizacija pokazala je martenzitnu mikrostrukturu na svim uzorcima nakon toplinske obrade na 900 °C/15 minuta.
- Rezultati EDS analize uzorka nakon toplinske obrade pokazuju homogen kemijski sastav martenzitne faze na svim ispitivanim uzorcima.
- Mikrotvrdoća legure povećava se smanjenjem promjera žice, od lijevanog stanja gdje je iznosila 242,97 HV1 do uzorka br. 11 ( $\phi$  1,80 mm) gdje je iznosila 343,83 HV1.
- Vrijednosti mikrotvrdoće uzorka nakon toplinske obrade značajno su niže u odnosu na vrijednosti mikrotvrdoće uzorka nakon hladnog vučenja što je u korelaciji s promjenom u mikrostrukturi.

## 6. LITERATURA

1. A. Concilio, L. Lecce, Shape Memory Alloy Engineering, Chapter 1: Historical background and future perspectives, Elsevier, Netherlands, Amsterdam, 2015.
2. P. S. Lobo, J. Almeida, L. Guerreiro, Shape memory alloys behaviour: A review, *Procedia Engineering* **114** (2015), 776 – 783.
3. J. M. Jani, M. Leary, A. Subic, M. A. Gibson, A review of shape memory alloy research, applications and opportunities, *Materials and Design* **56** (2014), 1078 – 1113.
4. K. K. Alaneme, E. A. Okotete, Reconciling viability and cost-effective shape memory alloy options – A review of copper and iron based shape memory metallic systems, *Engineering Science and Technology, an International Journal* **19** (2016) 3, 1582 – 1592.
5. I. Ivanić, M. Gojić, S. Kožuh, Legure s prisjetljivosti oblika (I. dio): najznačajnija svojstva, *Kemija u industriji* **63** (2014) 9 – 10, 323 – 329.
6. V. Antonucci, A. Martone, Shape Memory Alloy Engineering, Chapter 2: Phenomenology of shape memory alloys, Elsevier, Netherlands, Amsterdam, 2015.
7. I. Ivanić, Utjecaj toplinske obrade na mikrostrukturu i svojstva CuAlNi slitine s prisjetljivošću oblika, Doktorski rad, Sveučilište u Zagrebu, Metalurški fakultet, Sisak, 2017.
8. I. Škrinjarić, Utjecaj toplinske obrade na mehanička svojstva CuAlMn legure s prisjetljivosti oblika, Diplomski rad, Sveučilište u Zagrebu, Metalurški fakultet, Sisak, 2017.
9. S. Kožuh, M. Gojić, I. Ivanić, T. Holjevac Grgurić, B. Kosec, I. Anžel, The effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of Cu-Al-Mn shape memory alloy, *Kemija u industriji* **67** (2018) 1-2, 11–17.
10. I. Ivanić, M. Gojić, S. Kožuh, Slitine s prisjetljivosti oblika (II. dio): podjela, proizvodnja i primjena, *Kemija u industriji* **63** (2014) 9-10, 331–344.
11. M.S. Alam, M.A. Youssef, M. Nehdi, Utilizing shape memory alloys to enhance the performance and safety of civil infrastructure: a review, *Can. J. Civ. Eng.* **34** (2007), 1075–1086.
12. B. Dong, Z. Pan, C. Shen, Y. Ma, H. Li, Fabrication of copper-rich Cu-Al alloy using the wire-arc additive manufacturing process, *Metallurgical and Materials Transactions B* **48B** (2017) 6, 3143-3151.
13. T. Omori, N. Koeda, Y. Sutou, R. Kainuma, K. Ishida, Superplasticity of Cu-Al-Mn-Ni Shape Memory Alloy, *Materials Transactions* **48** (2007) 11, 2914-2918.
14. Y. Sutou, T. Omori, K. Yamauchi, N. Ono, R. Kainuma, K. Ishida, Effect of grain size and texture on pseudoelasticity in Cu–Al–Mn-based shape memory wire, *Acta Materialia* **53** (2005), 4121–4133.
15. Y. Sutou, T. Omori, N. Koeda, R. Kainuma, K. Ishida, Effects of grain size and texture on damping properties of Cu–Al–Mn-based shape memory alloys, *Materials Science and Engineering A* **438–440** (2006), 743–746.
16. Y. Sutou, R. Kainuma, K. Ishida, Effect of alloying elements on the shape memory properties of ductile Cu–Al–Mn alloys, *Materials Science and Engineering A* **273–275** (1999), 375–379.
17. H. Li, M. Fu, Deformation-based processing of materials: Behavior, performance, modeling, and control, Elsevier, Netherlands, Amsterdam, 2019.

18. S. Rešković, Teorija oblikovanja deformiranjem, Sveučilište u Zagrebu, Metalurški fakultet, Sisak, 2014., dostupno na:  
<https://www.simet.unizg.hr/hr/nastava/predavanja/diplomski-sveucilisni-studij-metalurgija/1-godina-diplomskog-studija/S%20Reskovic%20TEORIJA%20OBLIKOVANJA%20DEFORMIRANJEM.pdf/view> (17. lipnja 2019.)
19. P. Chowdhury, H. Sehitoglu, Deformation physics of shape memory alloys – Fundamentals at atomistic frontier, *Progress in Materials Science* **88** (2017), 49–88.
20. M. Juras, Proračun i konstrukcija alata za kovanje koljenastog vratila, Završni rad, Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2017.
21. N. Sonički, Tehnički materijali, Veleučilište u Karlovcu, Karlovac, 2013.
22. M. Stupnišek, F. Cajner, Osnove toplinske obrade metala, Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2011.
23. ASM International Handbook Committee: Heat treatment of metals, Part 4. 9<sup>th</sup> edition, Metals Park, Ohio, USA 1994.
24. D. B. Murphy, Fundamentals of Light Microscopy and Electronic Imaging, A John Wiley & Sons, Inc., USA, 2001.
25. S. Swapp, Scanning Electron Microscopy (SEM), dostupno na:  
[https://serc.carleton.edu/research\\_education/geochemsheets/techniques/SEM.html](https://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/techniques/SEM.html) (25. lipnja 2019.)
26. L. Šimeg, Primjena elektronske mikroskopije u karakterizaciji prirodnih materijala, Završni rad, Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2014.
27. Y. Sutou, T. Omori, R. Kainuma, N. Ono, K. Ihida, Enhancement of superelasticity in Cu-Al-Mn-Ni shape-memory alloys by texture control, *Metallurgical and Materials Transactions A* **33** (2002), 2817-2824.
28. M. Reza Rezvani, A. Shokuhfar, Synthesis and characterization of nano structured Cu-Al-Mn shape memory alloy by mechanical alloying, *Materials Science and Engineering A* **532** (2012), 282-286.
29. Y. Sotou, N. Koeda, T. Omori, R. Kainuma, K. Ishida, Effects of aging on stress-induced martensitic transformation in ductile Cu-Al-Mn – based shape memory alloys, *Acta Materialia* **57** (2009), 5759-5770.
30. U.S. Mallik, V. Sampath, Effect of alloying on microstructure and shape memory characteristics of Cu-Al-Mn shape memory alloys, *Materials Science and Engineering A* **481–482** (2008), 680–683.
31. G. Lojen, I. Anžel, A. Kneissl, A. Križman, E. Unterweger, B. Kosec, M. Bizjak, Microstructure of rapidly solidified Cu-Al-Ni shape memory alloy ribbons, *Journal of Materials Processing Tehnology* **162-163** (2005), 220-229.

## **ŽIVOTOPIS**

### **OSOBNI PODACI:**

Ime i prezime: Nikolina Pavičić

Datum i mjesto rođenja: 28. prosinac 1994., Sisak

Adresa: Ulica Braće Bobetka 12a, Sisak 44000

Telefon: 099/69 34443

E-mail: nikolinap28@gmail.com

### **OBRAZOVANJE:**

2001. – 2009. – Osnovna škola „Braća Bobetko“ Sisak

2009. – 2013. – Tehnička škola Sisak, ekološki tehničar

2013. – 2017. – Metalurški fakultet Sisak, preddiplomski sveučilišni studij Metalurgija, smjer Industrijska ekologija

2017. – 2019. Metalurški fakultet Sisak, diplomski sveučilišni studij Metalurgija, usmjerenje Industrijska ekologija

### **VJEŠTINE:**

Rad na računalu (MS Office)

Strani jezik: Engleski

Vozačka dozvola: B kategorija

### **ČLANSTVA:**

2015. – 2017. Član Studenskog zbora Metalurškog fakulteta

2015. – 2017. Član Fakultetskog vijeća Metalurškog fakulteta